

**Tittel: GENERERING, PRØVETAKING OG ANALYSE AV TÅKE
OG DAMP FRA ISOLEROLJER**

**Forfatter(e): TORILL WOLDBÆK, MARGRETHE BRENDEFORD,
VIDAR SKAUG, KNUT SKYBERG**

Prosjektansvarlig: VIDAR SKAUG

**Prosjektmedarbeidere: VIDAR SKAUG, TORILL WOLDBÆK,
MARGRETHE BRENDEFORD, STEINAR MESSELT,
FRANK RASMUSSEN, KNUT SKYBERG**

Utgiver (seksjon): YRKESHYGIENISK SEKSJON

Dato: 27/5-93

Antall sider: 35

ISSN: 0801-7794

**Serie:
HD 1038/93 FOU**

Sammendrag:

To isoleringsvæsker, fenylxylyletan (PXE) og en mineralolje (T3570), ble fra april til juni 1991 testet på rotter i inhalasjonskammer med eksponeringstid 2 uker og ved to konsentrasjoner.

Omfattende utprøving av inhalasjonskammeret uten forsøksdyr ble utført fra november 1990 til april 1991.

Denne rapporten gir en beskrivelse av PXE, T3570 og generering, prøvetaking og analyse av væskenes aerosoler og dampfaser.

**Stikkord: OLJE
OLJETÅKE
FENYLXYLYLETAN
OLJETÅKEGENERERING
PRØVETAKING
INHALASJONSKAMMER**

**Key words: OIL
OIL MIST
PHENYLXYLYLETHANE
AEROSOL GENERATION
SAMPLING
INHALATION CHAMBER**

Postadresse:
PB. 8149 Dep.
0033 Oslo

Besøksadresse:
Gydasvei 8
Majorstua

Telefon 02 466850
Telefax 02 603276

Bankgiro 0629 05 81247
Postgiro 0804 20 00214

INNHALDSFORTEGNELSE

1. INNLEDNING	1
2. MATERIALE	2
2.1. OLJETYPER	2
2.2. EKSPONERINGSKAMMER OG OLJEGENERATOR	2
2.2.1. EKSPONERINGSKAMMER	2
2.2.2. GENERERING AV OLJETÅKE	4
2.2.2.1. Trykkluft og trykkluftregulering	4
2.2.2.2. Oljebeholder og dyse	4
2.2.3. AEROSOLTILFØRSEL TIL KAMMERET	5
2.2.4. UTSUG FRA KAMMERET	5
2.3. UTSTYR FORØVRIG	5
3. METODER	7
3.1. PRØVETAKING	7
3.2. ANALYSE	8
3.2.1. AEROSOL OG DAMP	8
3.2.2. PARTIKKELSTØRRELSERFORDDELING	10
4. RESULTATER	11
4.1. INNLEDENDE FORSØK	11
4.1.1. AEROSOLFASEN	11
4.1.2. DAMPFASEN	14
4.1.3. PARTIKKELSTØRRELSE	15
4.1.3.1. Sierra impaktor	15
4.1.3.2. Andersen impaktor	17
4.1.3.3. Partiklenes fallhastighet	19
4.2. HOVEDFORSØK	20
4.2.1. AEROSOLFASEN	20
4.2.2. DAMPFASEN	27
4.2.3. PARTIKKELSTØRRELSE	27
4.2.4. KONTROLLMÅLINGER I ROMMET OG I REFERANSEKAMMERET	32
5. OPPSUMMERING	33
6. REFERANSER	35

1. INNLEDNING

I 1990 fikk STAMI en henvendelse fra Alcatel STK om å utføre inhalasjonsforsøk på forsøksdyr med en syntetisk isoleringsvæske, PXE (fenylxylyletan). Til sammenlikning ble mineraloljen T3570 valgt. T3570 ingikk også i et tidligere testprogram for kabeloljer i 1983 (1) der den ble kalt mineralolje 2, senere også publisert under betegnelsen mineralolje A (2).

PXE og T3570 ble fra april til juni 1991 testet på rotter i inhalasjonskammer med eksponeringstid to uker og ved to konsentrasjoner. Forsøksbetingelsene, inhalasjonskammeret, oljeforstøvningen etc. ble holdt mest mulig likt forsøket i 1983 (1,2).

Omfattende utprøving av inhalasjonskammeret uten forsøksdyr ble utført med PXE og T3570 fra november 1990 til april 1991.

Denne rapporten gir en beskrivelse av PXE, T3570 og generering, prøvetaking og analyse av væskenes aerosoler og dampfaser. Rapporten omhandler både de innledende forsøkene fra november 1990 til april 1991 og hovedforsøkene med inhalasjonseksponering fra april til juni 1991.

En beskrivelse av forsøksdyrene og deres reaksjoner på eksponeringen blir publisert senere (3).

2. MATERIALE

2.1. OLJETYPER

Den syntetiske isoleringsvæsken, PXE, besto hovedsaklig av 7 isomerer av fenylxylyletan. I tillegg inneholdt væsken også små mengder (ca. 6%) fenylxylyleten. Væskens destillasjonsområde var 290-310 °C. To ulike forsendelser av PXE viste samme sammensetning.

T3570 er et mineraloljeprodukt som inneholder komponenter med lavere kokepunkt enn PXE. Dens destillasjonsområde var 220-330 °C. Oljen besto av 68% alifater, bl.a. C₁₃-C₁₆ parafiner, 31% aromater (C₁₀-C₁₃ alkylbenzener) og 1% polare forbindelser.

Den tilsvarende oljen, mineralolje 2, som ble brukt i 1983 inneholdt den gang 70% alifater, 29% aromater og ingen polare forbindelser. Oljens destillasjonsområde var 200-300 °C.

Væskene kom direkte fra leverandør og var således uten forurensing fra fat etter videre lagring.

2.2. EKSPONERINGSKAMMER OG OLJEGENERATOR

2.2.1. EKSPONERINGSKAMMER

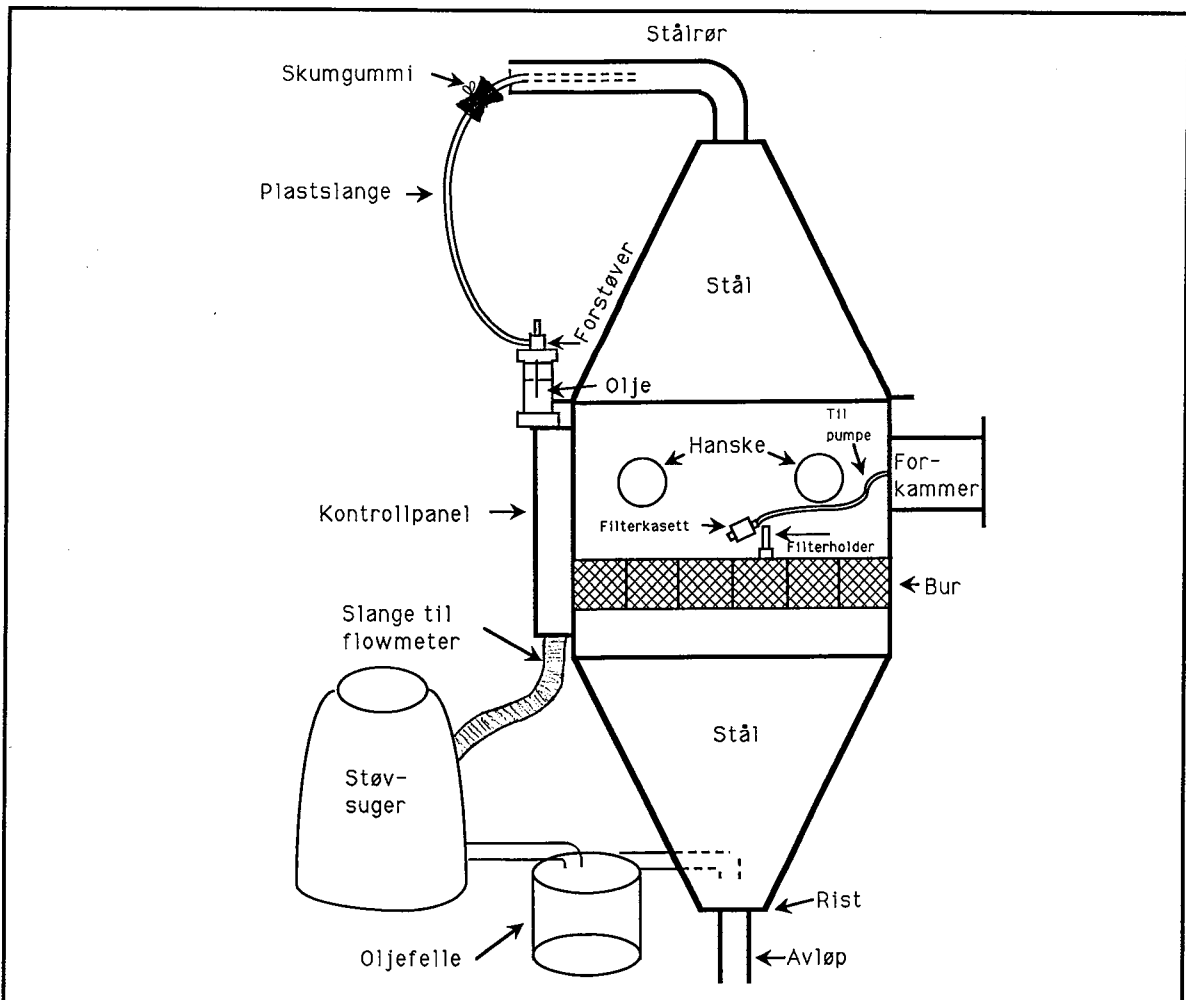
De samme to eksponeringskamrene ble benyttet som ved forsøkene i 1983 (1,2). De er bygget i rustfritt stål med store avtagbare glassvinduer og rommer ca. 1 m³. Luft ble suget gjennom kammeret ved hjelp av en støvsuger (utsug). En skisse av kammeret sett fra hanskesiden er vist i Figur 1.

Alle slanger, hansker etc. var laget av plast. Gummi ble unngått fordi oljene løser opp gummi.

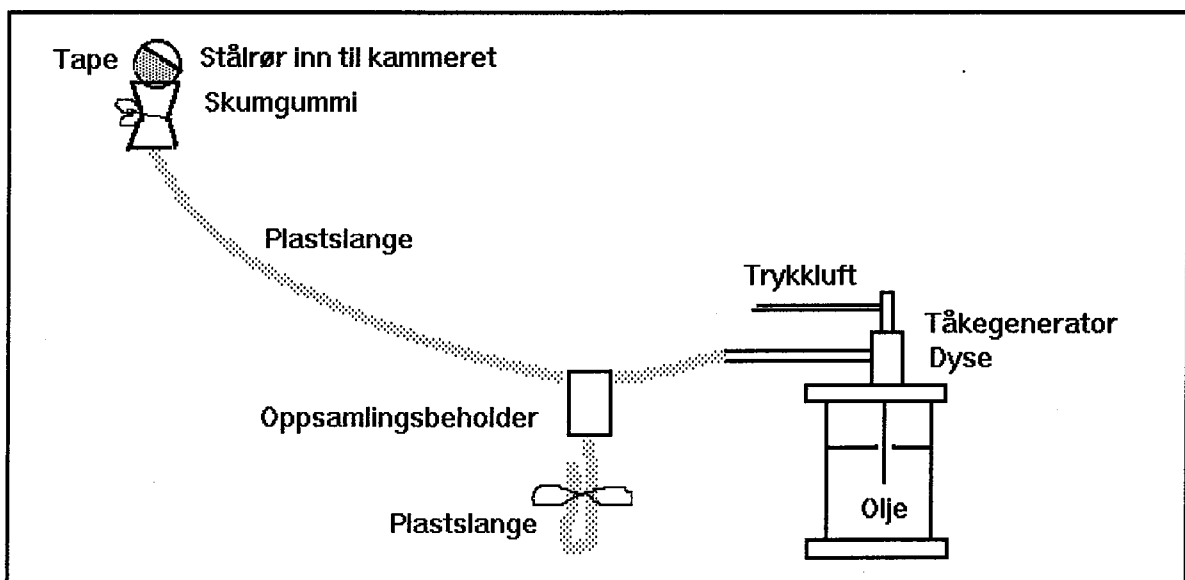
Det ble lagt en rist over sluket i bunnen av kammeret. Denne gjorde det enkelt å samle opp ting (f.eks. filterkassetter) som lett kunne mistes under arbeid i kammeret.

Under de innledende forsøkene ble ulike typer hansker til bruk i kammeret testet. De beste viste seg å være engangshansker av plast som ble skiftet hver dag. De ble holdt på plass med strikker.

Under hovedforsøkene ble kamrene spylt med vann hver kveld.



Figur 1. Eksponeringskammeret sett fra hanskesiden.



Figur 2. Oljebeholder med tilførselssystem til kammeret.

2.2.2. GENERERING AV OLJETÅKE

Oljetåke ble generert ved mekanisk forstøvning av oljen med trykkluft. Mengden av trykkluft ble regulert med et flowmeter. Luftstrømmen er avgjørende for hvor mye aerosol som genereres.

2.2.2.1. Trykkluft og trykkluftregulering

Trykkluftstrømmen ble regulert med en hovedkran og en fininnstillingsenhet kontrollert med et flowmeter.

En innstilling av hovedkranen på 2 bar ble funnet å være passende til generering av aerosol både i høy og lav konsentrasjon.

Fininnstillingen ble utført ved hjelp av en skrue. Relativ luftstrøm ble avlest fra en kules posisjon i et lite rotameter. Denne avlesningen er for upresis fordi skaleringen er svært dårlig, og bør forbedres ved et evt. senere forsøk. Selv meget små endringer i kulens posisjon gir vesentlige endringer i aerosolmengden. Det er derfor viktig at kulens posisjon kan bestemmes mer nøyaktig. Videre er det stor slark i skruen som regulerer kulens stilling.

Det ble funnet små mengder olje i trykkluften. Denne ble fjernet med et filter som ble satt inn i trykkluftsystemet før oljegenatoren. Filteret ble satt inn etter at hovedforsøkene med PXE var avsluttet.

2.2.2.2. Oljebeholder og dyse

Under hovedforsøkene med høy konsentrasjon av PXE ble dysen tett flere ganger. Dette skyldtes partikler i trykkluften som kom etter at det var foretatt reparasjoner i trykkluftsystemet like før hovedforsøkene startet. Under de innledende forsøkene var det ingen problemer med dysen. Når dysen er tett, stopper aerosolgenereringen opp, og konsentrasjonen i kammeret faller forholdsvis raskt (se forsøk beskrevet s. 19).

Under hovedforsøkene ble dysen blåst ren hver morgen før aerosolgenereringen ble satt i gang, men den kunne allikevel bli tett i løpet av dagen. Under forsøkene med høy aerosolkonsentrasjon av PXE ble kammeret inspisert hver time. Et rusk i dysen fører til mindre bevegelse i oljen i oljebeholderen, hvilket er lett å observere. Hvis dysen viste tegn til å bli tett, ble genereringen stanset og dysen renses. Dette tok ca. 10 min.

Da forsøkene med PXE var avsluttet, og et filter ble satt inn i trykkluften (se over, punkt 2.2.2.1.), var det ikke flere problemer med dysen.

Oljen i oljebeholderen ble hele tiden holdt på omtrent det samme nivået. I forsøkene med høye konsentrasjoner ble olje fylt på hver morgen.

2.2.3. AEROSOLTLIFØRSEL TIL KAMMERET

Fra oljetåkegeneratoren ble tåken ført via en plastslange og inn i kammeret. Det var nødvendig å ha en beholder på slangen til oppsamling av olje som rant tilbake mot generatoren, se Figur 2, s. 3.

Under forsøkene med høy aerosolkonsentrasjon ble oppsamlingsbeholderen tømt hver morgen før forsøkene startet.

Det er viktig at slangen faller mot oppsamlingsbeholderen på begge sider av denne slik at oljereservoarer ikke kan dannes i slangen og sperre for tåken.

Ved innførselen av slangen til stålrøret over kammeret ble slangen omgitt av skumgummi som ble skiftet hver kveld. Den hindret oljen i å renne nedover slangen på utsiden.

Hullet der slangen gikk inn i røret, se Figur 2, ble tettet nesten helt med tape. En spalte var åpen for å sikre nødvendig lufttilførsel til kammeret sammen med tåken. Det var ikke mulig å generere PXE aerosol i den høyeste konsentrasjonen uten å tette dette hullet delvis igjen. Tettingen medførte også at det kom mindre mengder oljetåke og damp ut i rommet enn det gjorde med hullet helt åpent. Slangens posisjon i røret forøvrig ble funnet å ha liten betydning. Den ble holdt slik at den stakk inn til ca. midten av stålrøret over kammeret (se Figur 1 og 2, s. 3).

2.2.4. UTSUG FRA KAMMERET

Det ble holdt et svakt undertrykk i kammeret. Dette undertrykket var slik at hanskene akkurat så vidt ble stående vannrett inne i kammeret. Det synes som om dette er en tilstrekkelig nøyaktig målemetode for utsuget, siden endringer i utsuget som er så små at det ikke kan sees på hanskene heller ikke endrer aerosolkonsentrasjonen vesentlig.

Utsuget ble besørget av en støvsuger. Under de innledende forsøkene var det problemer med støvsugerens holdbarhet fordi oljene ødela støvsugeren. Før hovedforsøket ble støvsugeren lakkert innvendig, og det ble lagt inn et filter mellom kammeret og støvsugeren. Dette filteret ble byttet etter behov.

Under hovedforsøkene var det ingen problemer med støvsugeren. Støvsugerne ble i denne perioden ikke slått av om natten fordi det var nødvendig med ventilasjon i kamrene for å tørke dem etter spylingen om kvelden.

2.3. UTSTYR FORØVRIG

For å oppnå like forhold for kontrolldyrene og de oljeeksponerte dyrene, ble kontrolldyrene om dagen plassert i det ene eksponeringskammeret under samme betingelser som de oljetåkeeksponerte dyrene, dvs. at støvsuger og trykkluft var stilt inn på samme måte som i eksponeringskammeret, men oljeholderen var

tom. Stålrøret der plastslangen går inn (se Figur 1 og 2, s. 3) var delvis tettet med tape på samme måte i begge kamrene.

For å unngå at kontrolldyrene ble utsatt for oljedamp fra pelsen til de eksponerte dyrene, ble de om natten plassert i et plasttelt som var montert på et sted i rommet der ventilasjonen var god. Forsøksdyrene sto på tilsvarende måte et annet sted i rommert, men uten plasttelt og slik at luften strømmet fra kontrolldyrene mot forsøksdyrene.

3. METODER

3.1. PRØVETAKING

Til måling av aerosolkonsentrasjonen ble det, som i 1983 (1,2), anvendt plastfilterkassetter uten støtteplate med både glassfiberfilter av typen GF/A 37 mm diameter og Millipore AAWP celluloseacetatfilter med diameter 37 mm og porestørrelse 0,8 μm . Under de innledende forsøkene ble gassvaskeflasker med tetrakloretylen forsøkt benyttet til måling av dampkonsentrasjonen. Denne metoden ble brukt i 1983 (1,2). Under hovedforsøkene ble dampkonsentrasjonen målt med kullrør koplet til filteret.

Pumpe og manifold er beskrevet i rapporten fra 1983 (1).

Luftstrømmen gjennom filtrene ble målt med et digitalt flowmeter med en avlesningsnøyaktighet på 0,01 l/min. Luftstrømmen ble holdt på ca. 1,2 l/min i alle forsøkene. Denne verdien ble anbefalt etter pilotforsøkene i 1983 (1).

Partikkelstørrelsesfordelingen ble målt med en Andersen impaktor som beskrevet tidligere (1). Impaktoren ble lånt fra Industriell Måleteknikk. For å få riktig separasjon av partiklene måtte luftstrømmen gjennom impaktoren være 28,5 l/min. Oljen ble samlet opp på glassfiberfiltre.

Tabell 1. Anvendte prøvetakingstider for ulike typer prøvetakingsutstyr.

Prøvetakingsutstyr	Måleobjekt	Kons.	Prøvetakingstid min.			
			Innledende forsøk		Hovedforsøk	
			PXE	T3570	PXE	T3570
Filter	Tåke	Lav	25-60	10-30	15-20 ^a	10-15
Filter	Tåke	Høy	5-60	1-30	5	4-5
Impinger ^b	Damp	Lav	40-60	15-30	-	-
Impinger ^b	Damp	Høy	30-60	5-30	-	-
Kullrør ^b	Damp	Lav	30	10-15	25-45 ^c	10-15
Kullrør ^b	Damp	Høy	-	2-30	25-45	4-5
Sierra imp.	Partikkelstørrelse	Lav	60	10-30	-	-
Sierra imp.	Partikkelstørrelse	Høy	5-15	5	-	-
Andersen imp.	Partikkelstørrelse	Lav	-	5-10	15	1
Andersen imp.	Partikkelstørrelse	Høy	-	1-5	1-1,75	1

^a For to målinger var prøvetakingstiden henholdsvis 40 og 60 min.

^b Med filter foran.

- Ikke målt.

^c For én måling var prøvetakingstiden 60 min.

Under de innledende forsøkene ble også en impaktor fra Sierra Instruments Inc., Model 298 benyttet. I denne impaktoren ble oljen samlet opp på substrater av typen 34 mm Mylar media, og luftstrømmen gjennom impaktoren ble holdt på ca. 1,2 l/min.

Under de innledende forsøkene med PXE ble det brukt ulike prøvetakingstider (se Tabell 1, forrige side).

Ved lav PXE-konsentrasjon inneholdt filtrene etter ca. 15 min. oppsamlingstid en passende mengde olje til analysen, mens 45 min. oppsamlingstid ga en passende mengde PXE i kullrøret.

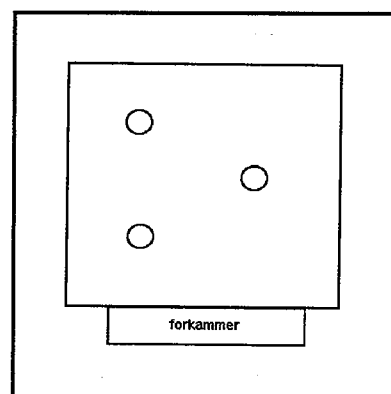
Ved høy PXE konsentrasjon var 5 min. en egnet prøvetakingstid for aerosolfasen. 45 min. som ville vært ønskelig for måling av dampfasen, ga svært mye olje på filtrene. Ca. 20 min. er den korteste prøvetakingstiden som kan benyttes til dampmålinger av PXE. Kortere tider gir for lite olje i kullrøret til analysen.

For T3570 ble 10 - 15 min. funnet å være en passende tid for oppsamling av både aerosol og dampfase ved lav konsentrasjon, mens ca. 5 min. var tilstrekkelig ved høy oljekonsentrasjon.

I hovedforsøkene med T3570 ble dampkonsentrasjonen målt med kullrør hver gang aerosolkonsentrasjonen ble målt. Med lav PXE aerosol konsentrasjon ble dampkonsentrasjonen målt med kullrør minst en gang daglig, mens det ved høy konsentrasjon bare ble tatt enkelte stikkprøver.

Under de innledende forsøkene ble det foretatt inntil 5 parallelle målinger. Med den oppstillingen av kammer og oljetåkegenereringsdel som er beskrevet, var konsentrasjonsvariasjonen i kammeret betydelig (se diskusjon s. 13). Under hovedforsøkene ble det vanligvis tatt 3 parallelle målinger, der filtrene var plassert som på Figur 3. Filtrene ble satt på spesielle holdere oppå rotteburene slik at hverken holdere eller slanger kom i kontakt med burene (se Figur 1, s. 3). Kassetten lå horisontalt med åpningen svakt hellende nedover ca. 10 cm over burene.

For at alle rottene skulle få tilnærmet samme oljeeksponering ble burene plassert på et nytt sted i kammeret hver dag slik at alle dyrene oppholdt seg like lenge i hver posisjon i kammeret.



Figur 3. Filtrenes plassering i eksponeringskammeret sett ovenfra.

3.2. ANALYSE

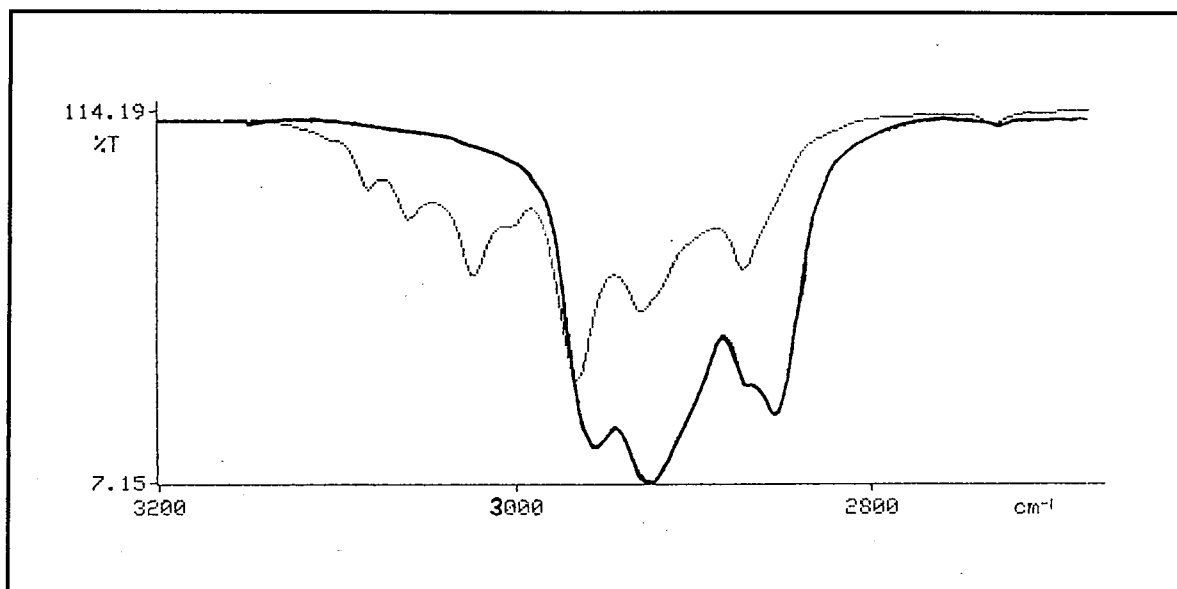
3.2.1. AEROSOL OG DAMP

Etter eksponering ble filtrene tatt ut av kassetten, plassert i 10 ml tetrakloretylen og behandlet i 10 min. med ultralyd. For å få en homogen løsning var det

nødvendig å riste glassene godt før løsningen ble overført til 10 cm lange kvartskvetter og analysert med IR spektroskopi.

Kullrørene ble behandlet på samme måte som filterne, men før analyse ble løsningene filtrert gjennom glassvatt for å fjerne kullet.

Spektrene ble registrert i området $3300 - 2600 \text{ cm}^{-1}$. Figur 4 viser spekteret av PXE og T3570 i dette området.



Figur 4. ---- IR spekter av PXE
 ___ IR spekter av T3570

PXE har betydelig svakere bånd enn T3570. For PXE ble transmisjonen lest av ved ca. $3080, 3060, 3030, 2970, 2930$ og 2870 cm^{-1} , mens for T3570 ble båndene ved ca. $2960, 2930$ og 2860 cm^{-1} benyttet.

Det ble laget standardkurver (løsningens konsentrasjon som funksjon av absorbansen ved et bestemt bølgetall). Flere parallelle fortynningsserier ble benyttet til konstruksjon av standardkurvene. Det ble laget en kurve for hvert av de aktuelle båndene (6 for PXE og 3 for T3570). Kurvene var lineære i det aktuelle konsentrasjonsområdet. Vinkelkoeffisient og skjæringspunkter med aksene ble beregnet med lineær regresjon for 25 målepunkter.

De samme standardkurvene ble benyttet til både aerosol og damp. For PXE er det rimelig å anta at både damp og aerosol har samme sammensetning som utgangsoljen. For T3570 vil de flyktigste komponentene være anriktet i dampen, mens aerosolen vil inneholde mindre av de flyktige komponentene. IR spektrene av dampen og aerosolen fra T3570 er forholdsvis like i spektralområdet $2600 - 3200 \text{ cm}^{-1}$. Dampen vil inneholde en høyere konsentrasjon av korte hydrokarbonkjeder, men også mindre av de tyngre tilsetningsstoffene. Både de korte hydrokarbonkjedene og tilsetningsstoffene bidrar mindre til IR absorbansen ved de bølgetallene der vi måler, enn de lange hydrokarbonkjedene. Senere forsøk (4) har vist at for mange mineraloljer vil utgangsoljen gi omtrent den samme

standardkurven som hydrokarbonkjeder med den lengden man vil forvente å finne i dampen.

Tidligere (1,2) har oljemengden på filtrene vært bestemt ved veiing av filtrene før og etter eksponering. Denne metoden ble ikke benyttet nå. Filtrene går lett i stykker når de tas ut av filterkassetten etter eksponering, og små biter har lett for å bli sittende igjen i kassetten. IR ble derfor antatt å være en nøyaktigere analysemetode.

3.2.2. PARTIKKELSTØRRELSSESFORDELING

Substratene og filtrene fra impaktorene ble veid før og etter eksponering. Etter veiing ble de behandlet på samme måte som filtrene brukt til aerosoloppsamling og analysert med IR. Det var god overensstemmelse mellom de to analysemetodene.

Filtrene benyttet i Andersen impaktoren er store og enkle å behandle. De egner seg derfor godt til veiing.

4. RESULTATER

4.1. INNLEDENDE FORSØK

Under de innledende forsøkene ble det først og fremst lagt vekt på å finne fram til den luftstrømmen inn til dysen og gjennom kammeret, som ga den ønskede konsentrasjonen av aerosol i eksponeringskammeret.

Det ble gjort flest innledende forsøk med PXE, og det er data for denne oljen som er vist i de fleste eksemplene.

Tabell 2 viser tidsplanen for de innledene forsøkene.

Tabell 2. Tidsplan for de innledende forsøkene 22/10-90 - 4/4-91 .

Tidsrom	Olje	Konsentrasjon
22/10 - 13/12	PXE	lav
19/12 - 6/3	PXE	høy
11/3 - 21/3	T3570	lav
22/3 - 4/4	T3570	høy

4.1.1. AEROSOLFASEN

Aerosolkonsentrasjonen varierte med forskjellige innstillinger av støvsuger og trykkluftstrøm, se f. eks. Tabell 3 (neste side) som viser data for PXE. Tilsvarende variasjoner ble også observert for T3570. Det synes som om denne oljen er noe lettere å forstøve, fordi den samme innstillingen av trykkluften og støvsugeren ga høyere aerosolkonsentrasjon av T3570 enn av PXE.

Tabell 3 viser også at små endringer i trykkluftstrømmen har stor betydning for aerosolkonsentrasjonen i kammeret.

Forsøkene fra 4/12 synes å vise at det ble generert mest aerosol når oljenivået i beholderen var forholdsvis lavt. Under hovedforsøkene ble oljenivået hele tiden holdt konstant, dvs. at olje ble fylt på hver morgen.

Større luftstrøm gjennom kammeret reduserer aerosolkonsentrasjonen. Da et filter ble plassert foran støvsugeren, ble luftstrømmen vesentlig redusert.

En sammenlikning av øverste og nederste del av Tabell 3, viser at aerosolkonsentrasjonen varierte mer inne i kammeret etter at røret over kammeret ble delvis tettet (se også Figur 1 og 2, s. 3). Slangen for aerosoltilførselen ble forsøkt plassert i ulike avstander inn i stålrøret uten at dette syntes å ha noen innvirkning på aerosolkonsentrasjonsvariasjonen i kammeret (dette er ikke vist i Tabell 3).

Tabell 3. Innledende forsøk med PXE i lav konsentrasjon. Aerosolkonsentrasjonens avhengighet av trykkluft og støvsuger.

Tabellen er delt i to, før og etter 28/2. I perioden etter 28/2 (tabellens nederste del) er et filter satt inn mellom eksponeringskammeret og støvsugeren, og røret med slange for aerosoltilførselen er delvis tettet med tape.

Dato	Oljestand i beholder	Relativ trykkluft innstilling	Støvsuger flowmeter % av fullt utslag	Konsentrasjon mg/m ³	
				min	max
27/11	høy	$\frac{3}{2}\Omega = 2,5^a$	80	96	104
28/11	↓ ^b	- "-	- "-	114	126
- "-	↓	- "-	- "-	112	115
- "-	↓	- "-	- "-	116	117
29/11	↓	- "-	- "-	115	125
3/12	↓	- "-	60	171	180
- "-	↓	- "-	70	140	159
- "-	↓	- "-	80	130	151
4/12	↓	2,49	72	114	121
- "-	lav	2,3	- "-	66	69
- "-	høy	- "-	- "-	48	53
6/12	høy	2,45	- "-	75	82
28/2	høy	$\frac{2}{1}\Omega = 1,5^a$	30	4	5
- "-	- "-	1,8	30	111	149
1/3	- "-	1,55	15	2	3
4/3	- "-	1,6	- "-	37	53
- "-	- "-	1,8	- "-	104	131
- "-	- "-	1,7	- "-	69	92
5/3	- "-	- "-	- "-	102	124
- "-	- "-	1,6	- "-	50	72
6/3	- "-	- "-	- "-	30	72

^a Kulens posisjon i flowmeteret, tallet angir posisjonen til kulens midtpunkt.

^b ↓, olje er ikke fylt på etter 27/11.

Konsentrasjonen varierte betydelig fra målepunkt til målepunkt i kammeret som vist i Tabell 4. Alle målingene i denne tabellen er tatt med innsugingsrøret delvis tettet, og med et filter foran støvsugerens.

De ulike måleposisjonene er vist i Figur 5.

Tabell 4. PXE aerosol - konsentrasjonsvariasjon i kammeret.

Dato	Tid ^a	Middelkons. ^b mg/m ³	I ^c % ^d	II %	III %	IV %	V %
12/2	0 min	264	-31	-39	42	9	19
12/2	5 min	713	33	-27	-24	27	-9
12/2	30 min	924	6	4	-13	6	-3
12/2	4 t	913	<1	-26	7	9	9
13/2	1 t	922	-1	-10	6	<1	5
13/2	6,5 t	860	13	-20	1	18	-12
14/2	1 t	978	3	-10	5	11	-8
14/2	6,5 t	673	-9	-6	8	14	-7

^a Tid fra oljegerereringen startet. Prøvetakingstiden er 5 min.

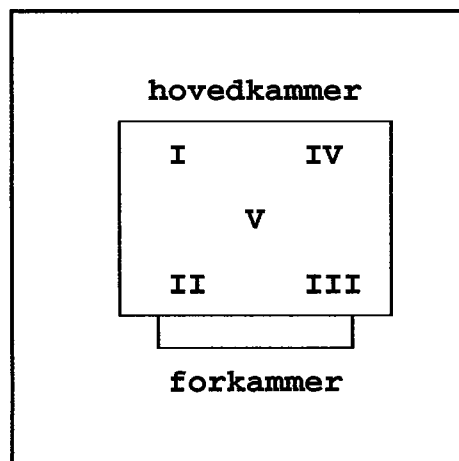
^b Aritmetisk middelværdi av konsentrasjonene målt i posisjon I - V i kammeret.

^c Måleposisjon i kammeret i henhold til Figur 5.

^d Avviket fra middelværdien er angitt i %.

Den laveste aerosolkonsentrasjonen ble hyppigst funnet i posisjon II, mens de høyeste ble registrert i posisjon III og IV.

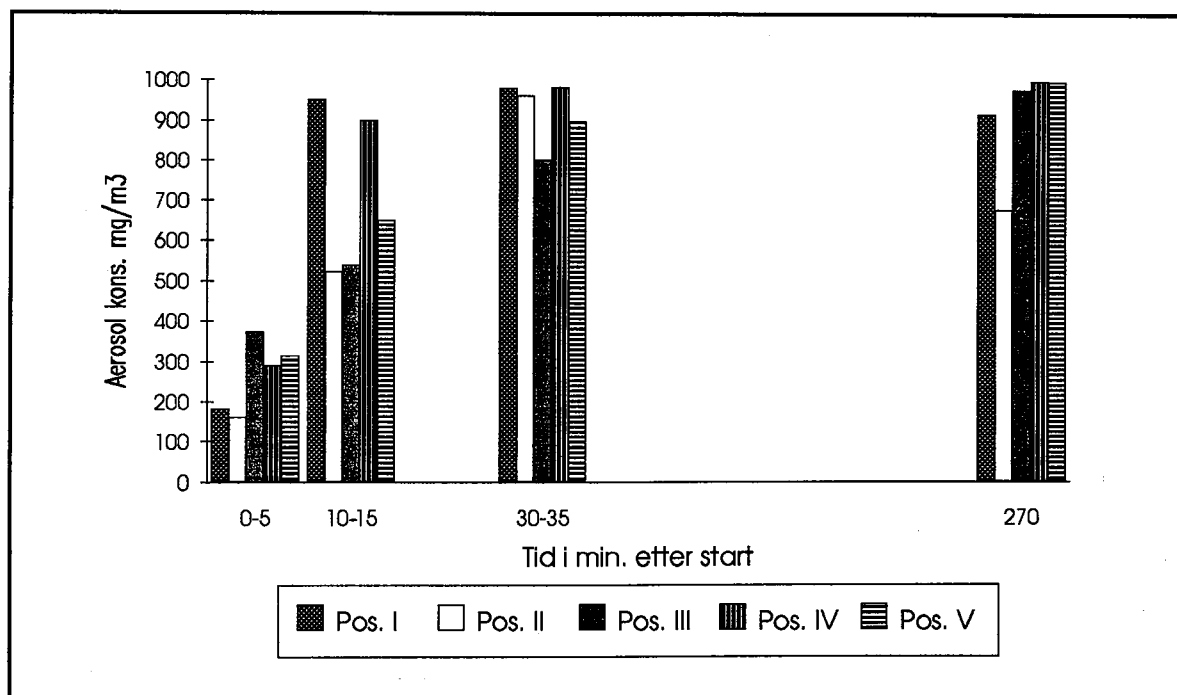
Figur 6 (neste side) viser hvordan aerosolkonsentrasjonen varierte i kammeret fra oljetåkegenereringen ble startet. Den første målingen er foretatt umiddelbart etter at oljetåkegenereringen ble satt igang. Alle målingene hadde en prøvetakingstid på 5 min. Allerede etter 5 min. var det en betydelig aerosolkonsentrasjon i kammeret. Visuelt ble det observert at tåken kom først til posisjon III, og sist til posisjon II. Tåken falt ned i kammeret i posisjon III med det samme genereringen startet. Etter 10 min. hadde aerosolkonsentrasjonen nådd maksimum i punkt I og IV, og etter en halv time hadde konsentrasjonen stabilisert seg i hele kammeret. I posisjon II var konsentrasjonen lav på slutten av dagen.



Figur 5. Målepunkter i kammeret sett ovenfra.

Ved evt. senere forsøk av denne typen, bør det arbeides mer med å få en jevn aerosolkonsentrasjon i hele kammeret. Det bør være mulig å tette innførselsrøret (se Figur 1 og 2, s. 3) på en slik måte at det ikke påvirker fordelingen av aerosol i kammeret.

Med en skjev tåkefordeling som i dette tilfellet, er det ved dyreforsøk nødvendig å flytte dyreburene systematisk rundt i kammeret hvis hvert enkelt dyr skal få omtrent den samme gjennomsnittseksposeringen.



Figur 6. PXE - aerosolkonsentrasjon i ulike posisjoner i kammeret i forhold til tid etter start.

4.1.2. DAMPFASEN

De innledende dampmålingene med PXE ble alle utført med impinger. Med denne metoden ble dampkonsentrasjonen målt til ca. 5 mg/m³ både ved høy og lav aerosolkonsentrasjon. Dette viser at luften i kammeret hele tiden var mettet med PXE damp.

Impingermålinger med og uten filter foran ble sammenliknet med filtermålinger uten impinger. I alle forsøkene der impinger ble benyttet uten filter foran, ble det registrert lavere PXE konsentrasjon i impingeren enn det som skulle forventes. Eksempler er vist i Tabell 5 (neste side).

Totalkonsentrasjonen av PXE (tåke og damp) målt med impinger uten filter foran, var i alle tilfellene lavere enn tåkekonsentrasjonen alene målt med filter (se Tabell 5). Oppsamlingen av PXE-partikler i impingeren må derfor være ufullstendig. Tilsvarende ble også funnet for T3570.

Tetrakloretylen ble benyttet som løsemiddel i impingeren. Dette er det løsemiddelet som er kjent og som i dette tilfellet egner seg best for analysere med

IR spektroskopi. Freon som kan benyttes ved analysen, er for flyktig til å kunne benyttes i impingeren.

Til tross for at tetrakloretylenen hadde Uvasol kvalitet, var det problemer med løsemiddelets renhetsgrad. Det var nødvendig å boble luft gjennom tetrakloretylenen før den kunne benyttes. Tetrakloretylen har forskjellig IR absorpsjon i det aktuelle spektralområdet før og etter gjennombobling av luft.

Tabell 5. Sammenlikning av oppsamling av PXE i impinger og på filter.

Dato	Posisjon i kammeret	Måleutstyr	Aerosol mg/m ³	Damp mg/m ³	Totalt mg/m ³	
30/10	I	Impinger med filter	124	5	129	
	II	Impinger uten filter	116		116	
	III	Filter alene	124		>124	
	IV	Filter alene	128		>128	
	V	Impinger med filter	126		4	130
29/11	II	Impinger med filter	115	5	120	
	IV	Impinger med filter	125	5	130	
	V	Impinger uten filter	85		85	
6/12	II	Impinger med filter	75	5	80	
	III	Filter alene	82		>82	
	IV	Impinger med filter	76		5	81
	V	Impinger uten filter	73			73

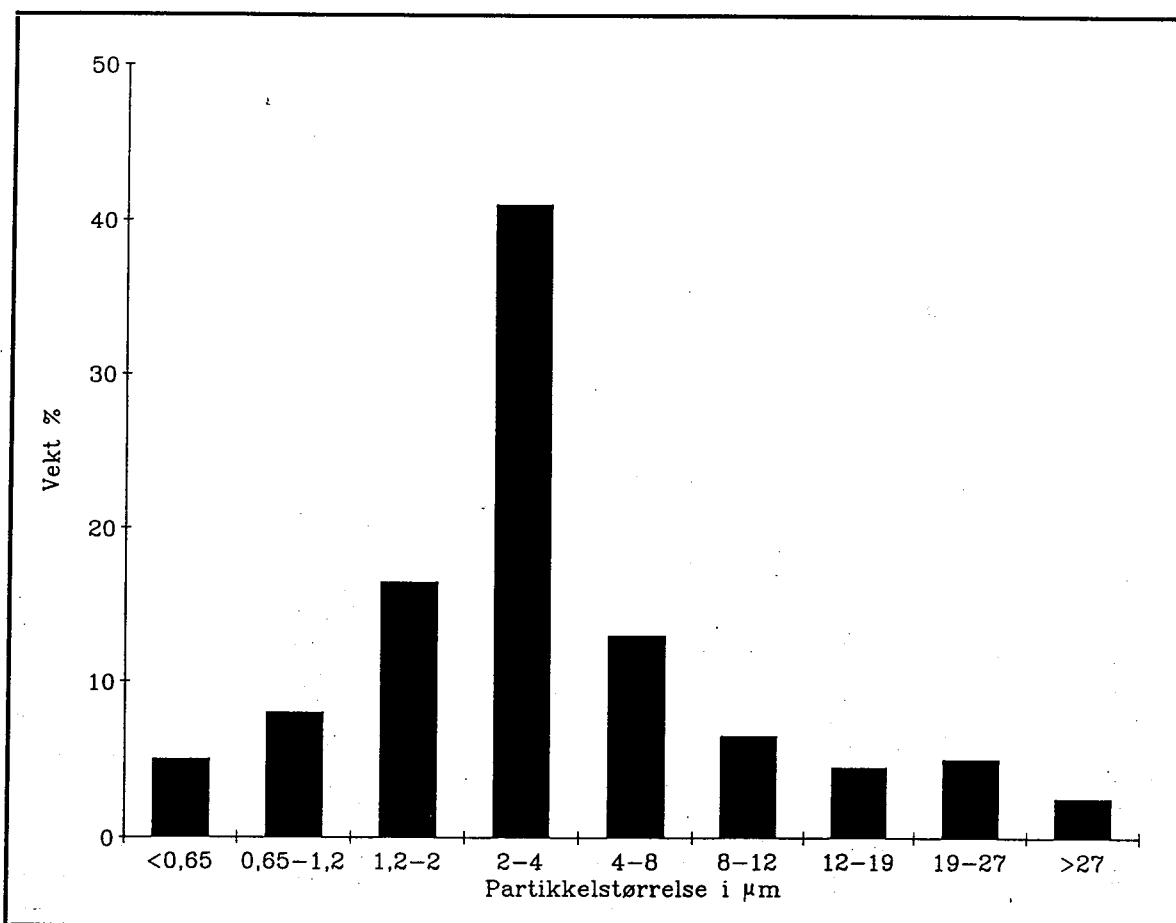
Det har tidligere (5) vært angitt at kullrør kan benyttes til oppsamling av dampfasen ved aerosol/dampblandinger av olje.

Et forsøk ble gjort med parallelle kullrør og impingermålinger for T3570. Både kullrøret og impingeren hadde filter foran. Den høyeste dampkonsentrasjonen ble målt med kullrøret. Det ble ikke funnet olje i kullrørets kontrolldel. Oppsamlingseffektiviteten av oljedamp synes derfor å være like god eller bedre for kullrør enn for impinger.

4.1.3. PARTIKKELSTØRRELSE

4.1.3.1. Sierra impaktor

Figur 7 (neste side) viser partikkelstørrelsesfordelingen av PXE aerosol. Resultatene er basert på veiing av substratene fra 5 parallelle målinger. Alle målingene basert på veiing gir nesten samme resultat. Med IR analyse finnes omtrent den samme fordelingen, se Tabell 6 (neste side).



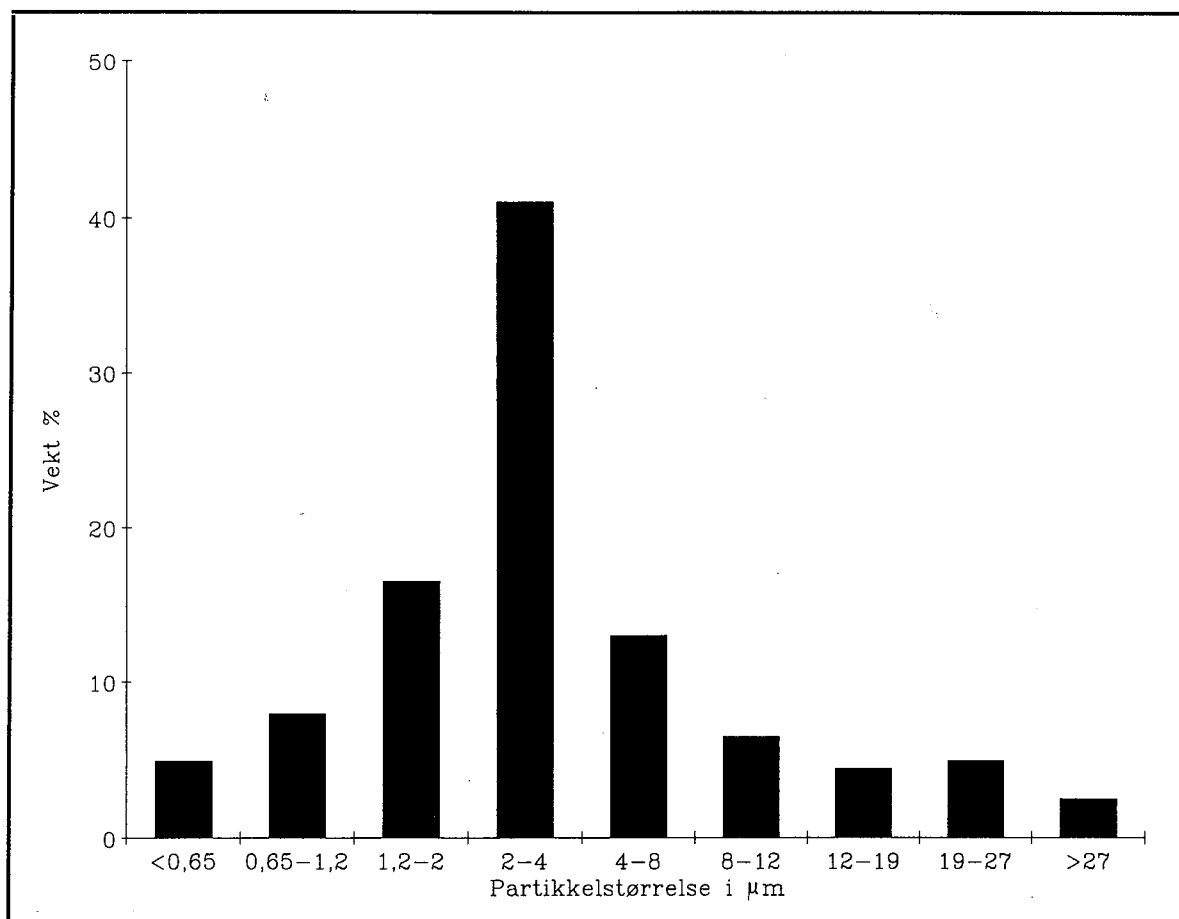
Figur 7. Partikkelmålinger med Sierra impaktoren av PXE aerosol i høy konsentrasjon. Vekt % på de ulike trinn.

Tabell 6. Sammenlikning av analysemetoder for partikkelstørrelsesmålinger med Sierra impaktoren. Resultatene er angitt som vekt % olje på de enkelte trinn.

Olje	Kons.	Analyse	<0,65 µm	0,65- 1,2µm	1,2- 2µm	2- 4µm	4- 8µm	8- 12µm	12 19µm	19- 27µm	>27 µm
PXE	høy	veiling	5	8	16,5	41	13	6,5	4,5	5	2,5
		IR	1	9	21	45	12	7	2	1	1
	lav	impaktor ^a	1	7	50	25	7	2	2,5 ^b	2,5 ^b	6
		veiling	8	6	12	43	12	5	5	4	5
		IR	7	6	20	41	17	5	2	1	1
T3570	høy	veiling	17	16	16	32	9	5	0	2	2
		IR	15	15	19	34	10	4	1	0	2
	lav	veiling	14	9	10	37	10	10	6	2	0,5
		IR	17	13	17	43	8	1	0,1	0	0

^a Impaktordelene (uten substrat) er desorbent i tetrakloretylen og analysert med IR spektroskopi.

^b Trinnene er slått sammen.



Figur 7. Partikkelmålinger med Sierra impaktoren av PXE aerosol i høy konsentrasjon. Vekt % på de ulike trinn.

Tabell 6. Sammenlikning av analysemetoder for partikkelstørrelsesmålinger med Sierra impaktoren. Resultatene er angitt som vekt % olje på de enkelte trinn.

Olje	Kons.	Analyse	<0,65 μm	0,65-1,2 μm	1,2-2 μm	2-4 μm	4-8 μm	8-12 μm	12-19 μm	19-27 μm	>27 μm
PXE	høy	veiling	5	8	16,5	41	13	6,5	4,5	5	2,5
		IR	1	9	21	45	12	7	2	1	1
	lav	impaktor ^a	1	7	50	25	7	2	2,5 ^b	2,5 ^b	6
		veiling	8	6	12	43	12	5	5	4	5
T3570	høy	IR	7	6	20	41	17	5	2	1	1
		veiling	17	16	16	32	9	5	0	2	2
	lav	IR	15	15	19	34	10	4	1	0	2
		veiling	14	9	10	37	10	10	6	2	0,5
		IR	17	13	17	43	8	1	0,1	0	0

^a Impaktordelene (uten substrat) er desorbent i tetrakloretylen og analysert med IR spektroskopi.

^b Trinnene er slått sammen.

Selv om alle målingene med Sierra impaktoren gir tilnærmet den samme partikkelfordelingen, er oppsamlingen av aerosol på substratene lite effektiv. I Tabell 7 er total mengde aerosol på substratene sammenliknet med aerosolmengden på et filter som var plassert like ved siden av impaktoren. I impaktoren gjenfinnes ca. 60 % av den mengden som ble funnet på filteret.

I to tilfelle ble de enkelte metalltrinnene i impaktoren lagt i tetrakloretylen etter eksponering. Løsningen ble deretter analysert med IR spektroskopi. Det meste av det som ikke ble samlet opp på substratene, ble funnet igjen på impaktorens metalleder (se Tabell 7). Tabell 6 viser at fordelingen av olje på de enkelte metalledene passer med fordelingen på substratene. Mest olje finnes på metalleden som ligger mellom substratet for partikler med størrelse 1,2 - 2 μm og 2 - 4 μm .

Tabell 7. Partikkelstørrelsesmålinger av PXE med Sierra impaktor. Sammenlikning med filtermålinger.

Filter måling Aerosol mg/m^3	Aerosolkons. beregnet som summen over alle impaktorens substrater mg/m^3	Olje på impaktorens metalleder mg/m^3	% aerosol oppsamlet på impaktor- substratene
1161	622	387	54
949	557	366	59
855	498	-	58
797	336	-	42
685	515	-	75
119	70	-	59

- Ikke målt.

Sierra impaktoren er ikke egnet for prøvetaking av så store aerosolmengder som forekommer under disse forsøkene.

4.1.3.2. Andersen impaktor

Glassfiberfiltrene fra Andersen impaktoren ble veid før og etter eksponering, og de ble også desorbent i tetrakloretylen og analysert med IR spektroskopi. I Tabell 8 (neste side) er de to analysemetodene sammenliknet. Begge analysemetodene ga samme partikkelstørrelsesfordeling. Det er også god overensstemmelse mellom målinger med filter ellers i kammeret og impaktormålingene (se Tabell 8) unntatt i ett enkelt tilfelle der IR metoden ga for lav totalkonsentrasjon.

Andersen impaktoren er godt egnet for store partikkelmengder. Denne impaktoren gir en litt annen inndeling av partikkelstørrelsen enn Sierra impaktoren.

Tabell 8. Partikkelstørrelsesmålinger av T3570 angitt i vekt % utført med Andersen impaktoren. Sammenlikning med filtermålinger.

Analyse metode	Filter ^a mg/m ³	Sum alle trinn ^b mg/m ³	Impaktorens trinn							
			<0,7 µm %	0,7- 1,1 µm %	1,1- 2,1 µm %	2,1- 3,3 µm %	3,3- 4,7 µm %	4,7- 5,8 µm %	5,8- 9,0 µm %	>9 µm %
veiling		104	0	2	15	26	23	14	15	4
IR	105	71	1	3	15	25	23	14	14	4
veiling		628	1	6	20	26	21	7	13	6
IR	623	629	1	6	20	26	21	7	13	6

^a Aerosolkonsentrasjonen i kammeret målt med filterkasett.

^b Aerosolkonsentrasjonen beregnet som summen over alle impaktorens trinn.

I Tabell 9 er Sierra impaktoren sammenliknet med Andersen impaktoren. Med begge impaktorene ble det funnet flest partikler i området 2 - 4,7 µm. Med Sierra impaktoren forskyves fordelingen noe mot små partikler sammenliknet med målinger med Andersen impaktoren.

Tabell 9. Sammenlikning av partikkelstørrelsesmålinger i vekt % med Andersen og Sierra impaktoren.

Impaktor	Olje	Kons.	<0,65 (<0,7) ^a µm	0,65-1,2 (0,7-1,2) µm	1,2-2 (1,1-2,1) µm	2-4 (2,1-4,7) µm	>4 (>4,7) µm
Sierra	PXE	høy	5	8	16	41	31
Andersen			1	1	9	61	28
Sierra	PXE	lav	14,5	5	11,5	48	21
Andersen			1	1	9	55	34
Sierra	T3570	høy	17	16	16	32	18
Andersen			1	7	23	46	23
Sierra	T3570	lav	14	9	10	37	30
Andersen			0,5	3	16	50	31

^a <0,65µm (<0,7µm) Det første tallet viser Sierra impaktorens inndeling. Tallet i parentes gjelder Andersen impaktoren.

Under hovedforsøkene ble bare Andersen impaktoren benyttet.

