



## 1. SAMMENDRAG

Det er foretatt en interkalibrering av analyser av kullrør og silicagelrør 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. Primært ønsket man ved denne interkalibreringen å se nærmere på kvantitativ bestemmelse av ketoner, og rørene var påsatt følgende komponenter: metyletylketon, metylisobutylketon, cyklohexanon og m-xylen.

## 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 og kontrollanalyser for de laboratoriene som utfører rutineanalyser for Arbeidstilsynet.

Ved siden av de norske laboratoriene deltok også Arbeidsmiljøinstituttet i København, Arbetarskyddsstyrelsen i Stockholm, Regioninstitutene för arbetshygien i Kuopio og Villmanstrand og Yrkesmedicinska kliniken i Lund.

Interkalibreringer utføres 1 gang pr. halvår med en viss progresjon i vanskelighetsgrad. Det blir sendt ut prøver som inneholder forskjellige løsemidler i kjente mengder.

Arbeidet støttes av Nordisk Ministerråd under prosjektet "Samvirke mellom de yrkeshygieniske enhetene: Kvalitetskontroll av kjemiske analyser".

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 analyse-svar kan gi grunnlag for offentlig pålegg.

Ved å anvende statistiske metoder og skjønn på analyseresultatene vil man kunne finne ut:

1. Om metoden som anvendes er tilstrekkelig nøyaktig og presis
2. Om et laboratorium analyserer en eller flere komponenter "galt"
3. Om et laboratorium analyserer mer eller mindre presist enn de andre

4. Ved sammenlikninger finne ut hvor i analyseprosedyren man bør foreta forbedringer, dvs. utnytte erfaringer fra alle de deltagende laboratorier
5. Konkurransenmomentet kan være en spore til ekstra innsats

Ved denne kalibreringen ble prøver sendt ut den 12. januar 1983. Følgende laboratorier har deltatt:

- A: Arbejdsmiljøinstituttet, Baunegårdsvej 73, 2900 Hellerup, København
- C: Arbeidstilsynet 8. distrikt, Postboks 2354, 5012 Solheimsvik
- D: Yrkeshygienisk institutt, Postboks 8149 Dep, Oslo 1
- E: SINTEF, 7034 Trondheim - NTH
- F: Arbeidstilsynet 6. distrikt, Postboks 639, 4601 Kristiansand S.
- G: Arbetarskyddsstyrelsen, Arbetsmedicinska avdelningen, 171 84 Solna, Sverige
- H: Arbeidstilsynet 11. distrikt, Postboks 214, 8501 Narvik
- I: Regioninstituttet för arbetshygien, Kuopio, Finland
- J: Yrkesmedicinska laboratoriet, Lasarettet i Lund, Sverige
- K: Regioninstituttet för arbetshygien, Villmanstrand, Finland

Resultatet er mottatt fra laboratoriene A - K, analysedato er ført opp i tabell 4.2.

### 3. EKSPERIMENTELT

#### 3.1 Preparering av prøvene

Forsøk i laboratoriene ved Arbejdsmiljøinstituttet i København og ved Yrkeshygienisk institutt i Oslo har vist at når det gjelder ketoner, gir desorpsjon av silicagelrør med dimetylformamid (DMF) gode resultater, mens CS<sub>2</sub> er et lite egnet desorpsjonsmiddel i denne sammenheng.

Da flere av de deltagende laboratoriene vanligvis ikke benytter DMF som desorpsjonsmiddel, fikk laboratoriene denne gang på forhånd velge mellom to alternative prøveserier. Disse var:

Alternativ 1: Bare kullrør som ved tidligere interlaboratoriekontroller

Alternativ 2: En kombinasjon av kullrør og silicagel-rør

Alternativ 1 ble valgt av laboratoriene C, E, H, I, J og K.  
Alternativ 2 ble valgt av laboratoriene A, D, F og G.

Prøvene ble fremstilt på samme måte som ved tidligere interkalibreringer ved å tilføre rørene kjente mengder av løsemidler, noe som ikke helt tilsvarer reelle prøver.

De forskjellige komponentene ble påsatt ved å injisere direkte i røret, 1 µl av blandinger av følgende komponenter:

Metyletylketon (MEK)  
Metylisobutylketon (MIBK)  
Cyklohexanon  
M-xylen

For at analysebesvarelsene skulle få en form som tilsvarer rutineanalysene, skulle beregningen av resultatene gjøres som om det var gått 1 liter luft gjennom rørene.

### 3.2 Analysebetingelser

En av hensiktene med interkalibreringen var å sammenlikne analyseprosedyrene ved de forskjellige laboratoriene for å se om de ga samme resultat. Følgelig ble 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 gasskromatografiske betingelsene varierer en del. I tabell 3.2 finnes en oversikt over analysebetingelsene.

## 4. VURDERING AV RESULTATENE

### 4.1 Om behandling av analyseresultatene

Analyseresultatene for de enkelte laboratoriene finnes i vedlegg A1.

TABELL 3.2

Interkalibrering VII

Oversikt over eluerings- og analysebetingelser for de deltagende laboratorier

Laboratorium	GC	Detektor	Kolonner	Temp.	Elueringsmiddel
A	HP 5880A	FID	Forkolonne: 1,5m 12% TCEP på Chrom P 60/80 mesh Analysekolonne: 2 m 12% TCEP på Chrom P 60/80 mesh	99°C	DMF
C	Sigma 4	FID	10% FFAP Carbowax 20M	80°C 125°C	CS <sub>2</sub> 2,5% isopropanol
D	HP 5880 Carlo Erba	FID	2m 10% TCEP 10% TCEP + 10% DNP	90°C 90°C	DMF
E	Perkin Elmer 3920	FID	10% SP 1000 på 80/100 Supelcoport 20% SP 2100/0,1% CW 1500 på 100/120 Supelcoport	80°C 160°C 8°C/min.	CS <sub>2</sub>
F	Sigma 3B	FID	10% TCEP på Chrom P AW 100/120 mesh	120°C	DMF
G	-	FID	Carbowax 400 Fraktonitriil	70°C 80°C	CS <sub>2</sub> Dietyleter
H	-	FID	PEG 400 SP 2100	90°C 100°C	CS <sub>2</sub>
I	Micromat/Orion Analytica	FID	Kapillarkolonne 25 m UCON		CS <sub>2</sub>
J	GC 3700	FID	Kapillarkolonne fused silica 50M Carbowax 20M	100°C	CS <sub>0</sub>
K		FID	10% Carbowax 20M + 3% NaOH på Chromosorb W AW, 80/100 mesh, silanisert	70°C-80°C	DMF

#### 4.2 Samlet vurdering av resultatene

Det er ikke skrevet noen vurdering spesielt for hvert laboratorium utover det som går frem av fig. 4.1, som viser gjenfinning for hver komponent og adsorbsjonsmedium for hvert laboratorium.

Av figuren går det klart frem at desorbsjon av alle de fire komponentene er uproblematisk for silikagel.

For kullrørene er bildet annerledes. Alle laboratoriene finner M-xylene og MIBK i akseptable mengder, mens syklohexanon tapes i stor grad og MEK noe mindre.

Resultatene demonstrerer vansker med å bruke kull som generelt adsorbsjonsmedium for ketoner og tyder på at silikagel kan være et brukbart alternativ.







TABELL 4.2

Oversikt over analysedato

Laboratorium	Analysert dato
A	17.1
C	13.1
D	17.1
E	22.2
F	19.1
G	23/24.1
H	24.1
I	februar
J	14.2
K	?

VEDLEGG A1

ANALYSERESULTATER

TABELL A 1.1

Laboratorium	PRØVE 1			PRØVE 2			PRØVE 3		
	Kull ppm	Silica ppm	Fasit ppm	Kull ppm	Silica ppm	Fasit ppm	Kull ppm	Silica ppm	Fasit ppm
MEK	93.1	106	96.7	108	124	113	87.8	98.3	88.9
MIBK	21.2	21.7	20.0	38.3	39.2	35.8	37.7	39.2	35.5
M-XYLEN	97.6	97.8	87.8	47.5	48.6	43.9	65.8	69.3	61.6
CYKLOHEXANON	14.3	27.3	23.9	41.7	50.6	43.0	35.4	50.7	43.0

TABELL A 1.2

Laboratorium C	PRØVE 1				PRØVE 2				PRØVE 3						
	Kull A ppm	%	Kull B ppm	%	Fasit ppm	Kull A ppm	%	Kull B ppm	%	Fasit ppm	Kull A ppm	%	Kull B ppm	%	Fasit ppm
MEK	87.6	90.6	85.0	87.9	96.7	103	91.2	105	92.9	113	77.3	87.0	83.4	93.8	88.9
MIBK	19.4	97.0	19.1	95.5	20.0	34.0	95.0	34.8	97.2	35.8	33.2	93.5	34.4	96.9	35.5
M-XYLEN	87.0	99.1	84.9	96.7	87.8	43.3	98.6	44.2	101	43.9	59.8	97.1	60.1	97.6	61.6
CYKLOHEXANON	15.2	63.6	15.1	63.2	23.9	29.8	69.3	29.7	69.1	43.0	35.0	81.4	30.5	70.9	43.0

TABELL A 1.3

Laboratorium D	PRØVE 1				PRØVE 2				PRØVE 3						
	Kull ppm	%	Silica ppm	%	Fasit ppm	Kull ppm	%	Silica ppm	%	Fasit ppm	Kull ppm	%	Silica ppm	%	Fasit ppm
MEK	94.6	97.8	105	108	96.7	110	97.1	119	106	113	90.4	102	92.2	104	88.9
MIBK	20.0	100	20.3	102	20.0	35.9	100	36.2	101	35.8	36.6	103	35.4	99.7	35.5
M-XYLEN	91.8	105	93.6	107	87.8	45.0	103	45.8	104	43.9	64.9	105	63.4	103	61.6
CYKLOHEXANON	17.3	72.4	22.6	94.6	23.9	34.7	80.7	45.5	106	43.0	40.6	94.4	45.1	105	43.0



TABELL A 1.5

Laboratorium	PRØVE 1				PRØVE 2				PRØVE 3						
	Kull ppm	%	Silica ppm	%	Fasit ppm	Kull ppm	%	Silica ppm	%	Fasit ppm	Kull ppm	%	Silica ppm	%	Fasit ppm
F															
MEK	78.2	80.9	93.7	96.9	96.7	94.2	83.4	108	95.8	113	74.4	83.7	85.6	96.3	88.9
MIBK	20.3	102	20.3	102	20.0	35.2	98.3	35.7	99.7	35.8	35.4	99.7	35.6	100	35.5
M-XYLEN	85.4	97.3	86.5	98.5	87.8	42.1	95.9	42.8	97.5	43.9	60.0	97.4	61.2	99.4	61.6
CYKLOHEXANON	12.0	50.2	24.0	100	23.9	25.2	58.6	44.1	103	43.0	23.8	55.3	44.1	103	43.0

TABELL A 1.6

Laboratorium	PRØVE 1						PRØVE 2						PRØVE 3						
	Kull		Silica		Fasit		Kull		Silica		Fasit		Kull		Silica		Fasit		
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	
G																			
MEK	84.4	87.3	81.6	84.4	96.7		105	92.9	98.3	87.0	113		72.7	81.8	79.2	89.1		88.9	
MIBK	20.5	103	17.3	86.5	20.0		38.0	106	30.5	85.2	35.8		34.6	97.5	31.3	88.2		35.5	
M-XYLEN	87.2	99.3	83.5	95.1	87.8		50.7	116	42.4	96.6	43.9		67.0	109	62.6	102		61.6	
CYKLOHEXANON	13.5	56.5	21.0	87.9	23.9		27.7	64.4	38.0	88.4	43.0		32.6	75.8	41.5	96.5		43.0	



TABELL A. 1.7

Laboratorium	PRØVE 1				PRØVE 2				PRØVE 3								
	Kull A		Kull B		Kull A		Kull B		Kull A		Kull B		Fasit				
	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%	ppm	%			
MEK	107	111	104	108	96.7		110	97.3	119	105	113		98.7	111	98.6	111	88.9
MIBK*	21.8	109	23.5	118	20.0		38.7	108	39.6	111	35.8		43.0	121	41.3	116	35.5
M-XYLEN	96.9	110	99.0	113	87.8		47.4	108	52.5	120	43.9		68.6	111	68.2	111	61.6
CYKLOHEXANON	7.80	32.6	10.0	41.8	23.9		20.6	47.9	18.5	43.0	43.0		19.7	45.8	20.4	47.4	43.0

\* Korrigeret etter henvendelse fra YHI.

TABELL A 1.8

Laboratorium	PRØVE 1				PRØVE 2				PRØVE 3						
	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm
MEK	73.8	76.3	61.9	64.0	96.7	97.7	86.5	93.1	82.4	113	72.9	82.0	72.0	81.0	88.9
MIBK	25.0	125	24.6	123	20.0	45.6	127	45.6	127	35.8	45.2	127	45.9	129	35.5
M-XYLEN	102	116	103	129	87.8	51.4	117	51.8	118	43.9	72.1	117	75.1	122	61.6
CYKLOHEXANON	-	-	-	-	23.9	8.51	19.8	2.60	6.05	43.0	4.73	11.0	3.85	8.95	43.0

TABELL A 1.9

Laboratorium J	PRØVE 1				PRØVE 2				PRØVE 3						
	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm
MEK	87.9	90.9	85.9	88.8	96.7	103	91.2	97.6	88.4	113	78.3	88.1	82.1	92.4	88.9
MIBK	19.6	98.0	19.1	95.5	20.0	33.9	94.7	34.4	96.1	35.8	34.6	97.5	35.1	98.9	35.5
M-XYLEN	91.6	104	92.1	105	87.8	44.7	102	45.1	103	43.9	64.2	104	63.5	103	61.6
CYKLOHEXANON	13.9	58.2	15.5	64.9	23.9	42.8	99.5	47.8	111	43.0	38.5	89.5	34.5	80.2	43.0

TABELL A 1.10

Laboratorium K	PRØVE 1				PRØVE 2				PRØVE 3						
	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm	Kull A ppm	Kull A %	Kull B ppm	Kull B %	Fasit ppm
MEK	62.5	64.6	60.6	62.7	96.7	74.2	65.7	75.8	67.1	113	55.8	62.8	56.5	63.6	88.9
MIBK	16.2	81.0	16.0	80.0	20.0	33.4	93.3	33.8	94.4	35.8	33.6	94.6	34.4	96.9	35.5
M-XYLEN	79.0	90.0	77.5	88.3	87.8	37.8	86.1	39.1	89.1	43.9	54.9	89.1	55.2	89.6	61.6
CYKLOHEXANON	5.44	22.8	5.54	23.2	23.9	10.3	24.0	10.3	24.0	43.0	11.0	25.6	11.8	27.4	43.0