

Afdeling Contaminanten.

1980-04-14.
Pr.nr. 3-372.

Verslag. 80.80

Project: Onderzoek van monsters vlees en vleeswaren - met
grondstoffen - op pesticiden.

Onderwerp: Interne Niveaucontrole I.
De bepaling van organochloorbestrijdingsmiddelen
in rundvet, kalfsvet en varkensvet (periode januari-
december 1979).

Voorgaande verslagen: Pr.nr. 3.372F d.d. 1978-02-07.
Pr.nr. 3.372F d.d. 1979-01-05.

Doel:

Het verkrijgen van een inzicht in de recovery van organochloorbestrijdings-
middelen en de spreiding van deze recovery's in rund-, kalfs- en varkens-
vetten.

Samenvatting / Conclusie:

De recoverybepalingen werden uitgevoerd op het 0,08 - 0,8 mg/kg niveau,
door toevoeging van standaardoplossing aan vet.

De gemiddelde recovery van β -HCH en σ,p' -DDT is resp. 91 en 88%, terwijl
het gemiddelde van de andere organochloorbestrijdingsmiddelen in de orde
van 100% ligt.

De standaardafwijking van de recoverycijfers varieert van 5,4 - 13,1%.
In vergelijking met de vorige verslagperiode is deze vrijwel constant ge-
bleven.

Verantwoordelijk : ir L.G.M.Th. Tuinstra,
Medewerkers/Samenstellers: A.H. Roos, H.M. van der Struys-van de Putte,
A.J. van Munsteren, G.A. Werdmuller, J.J.M.
Driessen.

Conclusie:

- De standaardafwijking van de recoverycijfers varieert van 5,4 -13,1%. In vergelijking met het resultaat van 1978 is de standaardafwijking nagenoeg constant gebleven.
- De gemiddelde recovery's van β -HCH en o,p'-DDT zijn resp. 91 en 88%, terwijl de andere in de orde van 100% liggen.

Opmerkingen:

1. Het indampen van het eluaat gebeurt met de Kontes Tubeheater, daar volgens deze methode de kans op verliezen van organochloorbestrijdingsmiddelen aanzienlijk kleiner is dan bij indampen op een zandbad. (zie verslag: Pr.nr. 3.377 d.d. 1979-11-12).
2. Het gemiddelde voor de 8 recoverywaarden van β -HCH en p,p'-DDE samen bedraagt 100%.
De standaardafwijking is 17,7%.
Vanwege het geringe aantal cijfers en de waarde hiervan zijn het gemiddelde en de standaardafwijking niet getabelleerd.
3. Er wordt gestreefd naar een dusdanige activiteit van het aluminiumoxide dat het vetresidu kleiner is dan 4% en de recovery van β -HCH groter is dan 85% (zie intern voorschrift F11, 2e oplage, 1975-05-28).
Een gemiddelde vetresidu waarde van 1,4% is dus alleszins acceptabel. Wil men echter dezelfde bepalingen uitvoeren op een capillaire kolom dan moet de tolerantie van 4% vetresidu teruggebracht worden.
Een vetresidu van 1% lijkt dan wel acceptabel. Gezien de huidige experimenteel vastgestelde vetresidugehalten is dat percentage zeer wel haalbaar.

c.c. Afd. Contaminanten (4x),
Werdmuller,
V.d. Struys-v.d. Putte,
Van Doesburgh,
Buizer,
Circulatie.

Inleiding:

Conform de afspraken in Intern Voorschrift Fo en verslag Pr.nr. 3.372F d.d. 1979-01-05 werd de niveaucontrole in vetten uitgevoerd op het 0,08 - 0,8 mg/kg niveau met de volgende organochloorbestrijdingsmiddelen: HCB, α -HCH, β -HCH, γ -HCH, β -heptachloorepoxide, p,p'-DDE, Dieldrin, o,p'-DDT, p,p'-TDE en p,p'-DDT.

Resultaten Discussie:

- De resultaten zijn vermeld in tabel I. Per serie vetten werd aan twee monsters standaardoplossing toegevoegd op de volgende wijze:
In een maatcilinder van 25 ml werd aan 0,5 gram vet 1,0 ml standaardoplossing toegevoegd. Deze standaardoplossing bevatte per ml 0,04 μ g HCB, α -HCH en γ -HCH, 0,10 μ g β -heptachloorepoxide, 0,20 μ g β -HCH, p,p'-DDE, Dieldrin, o,p'-DDT en p,p'-TDE, 0,40 μ g p,p'-DDT.
De maatcilinder werd aangevuld met pentaan tot 20,0 ml.
Hieruit werd 2,0 ml gepipetteerd op een aluminiumoxidekolom en daarna geëlueerd met 25 ml pentaan.
Het eluaat werd in een Kontes Tubeheater ingedampt tot 2,0 ml (opm.1).
- De gaschromatografische bepaling werd uitgevoerd op een 3% OV225-kolom, m.u.v. de laatste bepaling die op een 3% OV210 + OV17 mengkolom (4:1) werd verricht.
Op 3% OV225-kolom vallen p,p'-TDE en p,p'-DDT samen en in 8 geyallen ook β -HCH en p,p'-DDE (opm.2).
Het laatste treedt op als de kolom nieuw is.
- In de maand augustus werd men geconfronteerd met een slecht werkende electron capture detector, waarbij voor de componenten HCB, α -HCH en γ -HCH een verschillende response werd verkregen bij injectie van dezelfde standaardoplossing. Hierdoor zijn de recoverywaarden van deze pesticiden niet in de berekeningen verwerkt.
- Voor de gehalten aan organochloorbestrijdingsmiddelen in het monster werd gecorrigeerd.
- Het vetresidu in de periode januari - december bedroeg gemiddeld 1,4% (opm.3) met een standaardafwijking van 1,9.
Het aantal vetresidubepalingen was 23.

Tabel I

Recovery standaard organochloorbestrijdingsmiddelen toegevoegd aan vetten (Aluminiumoxide-methode).

Organochloorbestrijdings- middelen	Aantal bepalingen	Gemiddeld(%)	Standaardaf- wijking (%)
HCB	26	96	13,1
α -HCH	26	95	9,9
β -HCH	21	91	6,4
γ -HCH	26	96	7,7
β -Heptachloorepoxide	29	96	6,4
p,p'-DDE	21	101	6,5
Dieldrin	29	96	5,4
o,p'-DDT	29	88	7,7
p,p'-TDE + p,p'-DDT *	28	97	9,5

* zie tekst.