

CB.

Lab. Contaminanten

1980-08-14

Verslag 80.25

Pr.Nr. 3.369

Project: Onderzoek monsters landbouw- en visserijproducten op contaminanten.

Onderwerp: Perchlorering van PCB-extracten van paling. Verificatie van Decachloorbifenyyl m.b.v. massa spectrometrie.

Doel:

De gaschromatografische analyse van Decachloorbifenyyl (DCB) wordt meestal uitgevoerd op een korte gepakte kolom, waardoor het mogelijk is een groot aantal monsters in een kort tijdsbestek te analyseren.

Een nadeel van deze gaschromatografische techniek is de mogelijkheid van interferentie vanuit de matrix en/of de gebruikte chemicaliën. Nagegaan wordt of er inderdaad sprake is van interferentie en zo ja in welke mate wordt het gehalte hierdoor beïnvloed.

Samenvatting en conclusie:

Om eventuele interferentie aan te tonen werd de analyse uitgevoerd op een capillaire kolom met hoog scheidend vermogen.

Bij de E.C.-detectie bleek dat na de DCB piek nog één component elueerde welke bij gebruik van gepakte "korte" kolommen samenvalt met DCB.

Bij de MS-detectie bleek dat deze na DCB eluerende component geen electroninvangende atomen bezit waardoor deze component bij de EC-detectie vele malen ongevoeliger is dan DCB zelf.

Uit het onderzoek kunnen de drie volgende punten worden geconcludeerd:

1. bij de DCB-bepaling treedt er bij gebruik van korte gepakte kolommen interferentie op
 2. de mate van deze interferentie zal afhankelijk zijn van de matrix
 3. de verkregen DCB-gehalten en de daaruit berekende PCB-gehalten zullen te hoog zijn.
-

Verantwoordelijk: ir L.G.M.Th. Tuinstra. *sb*

Medewerker(s) : W.A. Traag, R.J. v. Maziik.

R

3369.0

Perchlorering van PCB-extracten van palingen.

Het door perchlorering van PCB's verkregen DCB-extract van paling wordt normaliter geanalyseerd op een korte (0,5 m) gepakte OV 210 kolom (analysetijd 5 min.). Van een dergelijke kolom mag nauwelijks méér verwacht worden dan een scheiding tussen oplosmiddel en DCB, echter geen (goede) scheiding tussen DCB en eventueel andere aanwezige componenten. Dit is wel belangrijk als men bedenkt dat in de literatuur meerdere auteurs geattendeerd hebben op interferenties afkomstig uit de gebruikte chemicaliën (1). Bedenkt men dat er van diverse zijden aanwijzingen komen dat ook vanuit de matrix interferenties mogelijk zijn (2) dan moet men hogere eisen stellen aan de scheiding dus aan (GC)². Bovendien is het nuttig om bij (GC)² ook nog de DCB-piek zelf m.b.v. de GC-MS te onderzoeken om eventuele onzuiverheden in de DCB zichtbaar te maken.

Daartoe werd een DCB-extract afkomstig van paling eerst m.b.v. (GC)² - EC(a) en daarna met (GC)² - MS(b) onderzocht.

- a. De (GC)² - EC analyse op een CP-Sil 7 kolom. Inderdaad wordt met RRT 1.27 t.o.v. DCB een minder intensieve piek gedetecteerd die bij de analyse op de voornoemde gepakte kolom min of meer zal samen vallen met de DCB-piek. Eerder in het chromatogram wordt op de capillair een verzameling van pieken gevonden die bij analyse op een gepakte kolom waarschijnlijk in de oplospiek zou vallen.
- b. De analyse met de (GC)² - MS vertoont eenzelfde beeld als de (GC)² - EC analyse. Echter de piek met RRT 1.27 is nu zeer veel intensiever dan de DCB-piek (50 - 100x). Dit kan verklaard worden doordat de MS min of meer eenzelfde respons geeft als een FID terwijl bij EC-detectie vooral de elektroneninvangende eigenschappen van de componenten een rol spelen.

Het spectrum van de piek met RRT 1.27 is opgenomen maar door de computer niet te identificeren.

Als men de spectra opneemt van de eerder eluerende pieken dan komt daar een grote verscheidenheid aan componenten naar voren. Het merkwaardige hierbij is dat deze componenten ook aanwezig zijn wanneer Aroclor 1260 geperchloreerd wordt naar DCB en vervolgens met (GC)² - MS onderzocht wordt.

De eerste indruk die daardoor ontstaat is dan dat de perchlorering een groot aantal chemische reacties tot gevolg heeft die tot deze verscheidenheid aan stoffen aanleiding geeft.

Literatuur:

1. W.J. Trother, S.J.V. Young: JAOAC 58 (1975) 466-468
2. Brinkman U.A.Th.: KNCV Congres 1980 Utrecht.

cc: Van Doesburgh, adj.direkteur, sektorcheffs(3x), direktie VKA,
Afdeling Contaminanten (5x), leesportefeuille (4x), Humme,
Projectbeheer.

Tu/W