

Afdeling Contaminanten 1982-09-03
Verslag 82.72 pr.nr. 505.0400

Onderwerp: Ringtest individuele chloor-
bifenylen in gezuiverde ex-
trakten (1/1982)

Verzendlijst: directeur, direktie V.K.A., sektorhoofd (3x), afdeling
Contaminanten (4x), afd. Normalisatie (Humme), projekt-
beheer, projekteleider

Projekt: Ontwikkeling methoden voor het aantonen en bepalen van
diverse organische contaminanten.

Onderwerp: Ringtest individuele chloorbifenylen in gezuiverde ekstrak-
ten (1/1982)

Doel:

Nagaan in hoeverre in gezuiverde extracten van een sojaolie met
toevoeging van verschillende chloorbifenylnmengsels de individuele
chloorbifenylcomponenten 28 (2,4-4'), 52 (2,5-2'5), 101 (2,4,5-2'5'),
138 (2,3,4-2'4'5), 153 (2,4,5-2'4'5') en 180 (2,3,4,5-2'4'5') zijn te
identificeren en kwantificeren op een apolaire capillaire kolom.

Samenvatting:

In de tabellen 1 en 2 worden de resultaten van de sojaolie extracten
gespiked met Aroclor mengsels en de variatiecoëfficiënt in en tussen
instituten gegeven.

De variatiecoëfficiënt binnen de instituten ligt in de range 2-24% en
tussen de instituten in de range 14-41%.

In tabel 3 wordt een samenvatting van gemiddelden en variatiecoëffi-
ciënten gegeven.

Conclusie:

In relatie tot het niveau van de chloorbifenylen in de extracten
(ppb-niveau) mogen de resultaten niet onbevredigend genoemd worden.
Naar aanleiding van de ervaringen zullen in een grote ringtest enkele
punten toegevoegd worden.

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

Medewerker(s)/samensteller(s): A.J. van Munsteren, A.H. Roos en mw G.A.

Werdmuller *AM* *RO*

Projectleider: ir L.G.M.Th. Tuinstra

Inleiding:

Ter oriëntatie op een grote ringtest met chloorbifenylen was het zinvol om in een kleiner verband enige ervaring op te doen met de organisatie van een ringtest.

Monstermateriaal:

Voor het samenstellen van de verschillende monsters werd een hoeveelheid sojaolie volgens Intern Voorschrift F 26 (verzepingsmethode) opgewerkt. Per deelnemend laboratorium werd de volgende set monsters verstrekt:

1. drie ampullen met 0,4 g gezuiverd sojaolie-extrakt/ml (zgn. blanco's)
2. drie ampullen met 0,4 g gezuiverd sojaolie-extrakt/ml gespiked op het 0,5 mg/kg niveau met Aroclor 1242 en op het 0,25 mg/kg niveau met Aroclor 1254 (serie 1)
3. drie ampullen met 0,4 g gezuiverd sojaolie-extrakt/ml gespiked op het 0,75 mg/kg niveau met Aroclor 1232 en op het 0,25 mg/kg niveau met Aroclor 1260 (serie 2)
4. twee ampullen met standaardoplossingen van de componenten 28, 52, 101, 138, 153 en 180 elk met concentratie van 0,1 ng/ μ l.

Werkwijze:

Elke eerste ampul was bedoeld ter oriëntering voor de onderzoekende analist. In de 2e en 3e ampul werd op dezelfde dag door dezelfde analist (zgn. duplobepaling) in de sojaolie-extrakten m.b.v. de 2e standaardampul de concentratie bepaald.

Resultaten:

In de blanco-extrakten treden bij de gaschromatografische bepaling enkele storingen op die interfereren bij de componenten 28 en 52. In hoeverre dit een gevolg is van verontreinigingen in het oplosmiddel of een gevolg van de programmering zal in de te volgen grote ringtest nagegaan worden.

In tabel 1 wordt een overzicht gegeven van de resultaten van het sojaolie-extrakt gespiked met Aroclor 1242 en Aroclor 1254. Tevens wordt de variatiecoëfficiënt binnen de instituten (V_P) en tussen de instituten (V_R) gegeven per chloorbifenyl (serie 1).

In tabel 2 wordt een overzicht gegeven van de resultaten van het sojaolie-extrakt gespiked met Aroclor 1232 en Aroclor 1260, Vr en VR per chloorbifenyl (serie 2).

De variatiecoëfficiënt binnen de instituten ligt in de range 2-24% en tussen de instituten in de range 14-41%.

In tabel 3 worden gemiddelden en variatiecoëfficiënten samengevat.

Conclusie:

De resultaten van ringtest 1/1982 zijn zeker in relatie tot het niveau van de chloorbifenylen in de extrakten (ppb-niveau) niet onbevredigend te noemen. Naar aanleiding van de ervaringen met deze ringtest zullen in de grote ringtest enkele punten toegevoegd worden nl. blanco oplosmiddelen ter controle van interferenties, controle door middel van alleen programmering, geen korrekties voor blanco toepassen en berekening gehalten m.b.v. piekhoogte voor een uniformere benadering.

Tabel 1

Analyseresultaten sojaolie-extrakten gespiked met Aroclor 1242 en Aroclor 1254 (mg/kg). Variatiecoëfficiënt binnen (V_r) en tussen de instituten (V_R)

PCB- component	RIKILT	RIVO	RIV	KCS- Friesland	KvW Enschede	KvW Haarlem	V_r	V_R
28	0,056 - 0,050	0,054 - 0,058	0,066 - 0,070	0,070 - 0,072	0,082 - 0,082	0,092 - 0,088 - 0,092	3,6	21
52	0,026 - 0,024	0,032 - 0,031	0,024 - 0,027	0,026 - 0,028	0,028 - 0,028	0,050 - 0,045 - 0,045	6,0	29
101	0,030 - 0,027	0,034 - 0,033	0,025 - 0,027	0,026 - 0,028	0,028 - 0,028	0,030 - 0,048 - 0,022	24	24
153	0,014 - 0,013	0,015 - 0,016	0,015 - 0,015	0,015 - 0,015	0,018 - 0,018	0,020 - 0,012 - 0,015	14	14
138	0,021 - 0,022	0,024 - 0,024	0,023 - 0,026	0,024 - 0,024	0,022 - 0,022	0,028 - 0,025 - 0,020	9,9	20
180	0,003 - 0,003	0,004 - 0,003	0,007 - 0,007	0,004 - 0,004	0,008 - 0,005	< 0,005	21	41

Tabel 2

Analyseresultaten sojaolie-extrakten gespiked met Aroclor 1232 en Aroclor 1260 (mg/kg). Variatiecoëfficiënt binnen (V_r) en tussen de instituten (V_R)

PCE- component	RIKILT	RIVO	RIV	KCS- Friesland	KvW Enschede	KvW Haarlem	V_r	V_R
28	0,028 - 0,028	0,028 - 0,031	0,042 - 0,044	0,035 - 0,036	0,050 - 0,050	0,055 - 0,045 - 0,052	7,2	26
52	0,015 - 0,016	0,018 - 0,020	0,027 - 0,027	0,016 - 0,017	0,018 - 0,018	0,032 - 0,025 - 0,030	9,5	29
101	0,016 - 0,016	0,017 - 0,018	0,028 - 0,028	0,016 - 0,016	0,015 - 0,015	0,015 - 0,010 - 0,015	9,0	31
153	0,027 - 0,027	0,027 - 0,028	0,042 - 0,043	0,028 - 0,024	0,028 - 0,028	0,030 - 0,028 - 0,028	4,3	20
138	0,020 - 0,022	0,024 - 0,024	0,045 - 0,045	0,027 - 0,026	0,025 - 0,025	0,025 - 0,025 - 0,025	2,2	30
180	0,033 - 0,038	0,036 - 0,038	0,053 - 0,055	0,036 - 0,033	0,035 - 0,035	0,040 - 0,038 - 0,040	4,7	19

Tabel 3.

Samenvatting gemiddelde (mg/kg) en variatiecoëfficiënten in en tussen de instituten resp. V_r en V_R (%) ringtest PCB 1/1982

PCB-component	Serie 1			Serie 2		
	\bar{x}	V_r	V_R	\bar{x}	V_r	V_R
28	0,072	3,6	21	0,040	7,2	26
52	0,032	6,0	29	0,021	9,5	29
101	0,030	24	24	0,017	9,0	31
153	0,015	14	14	0,030	4,3	20
138	0,023	9,9	20	0,028	2,2	30
180	0,005	21	41	0,039	4,7	19

Aantal instituten: 6

Aantal bepalingen per monster: 2 (5 instituten), 3 (1 instituut)

Aantal monsters: 2