

Afdeling Contaminanten 1983-03-16
VERSLAG 83.24 Pr.nr. 505.0400
De bepaling van individuele chloorbifenylen met capillair gaschromatografie in oliën en vetten. Ringtest van enkele individuele chloorbifenylen in gezuiverde extrakten.
L.G.M.Th. Tuinstra, A.H. Roos, H.J.
Keukens, W.A. Traag en G.A. Werdmuller.

Verzendlijst: directeur, direktie VKA (V.d. Meijs, Mol, Kloet, Klitsie), sektorhoofd (2x), afd. Contaminanten (6x), afd. Additieven, afd. Zware Metalen, afd. Diergeneesmiddelen, afd. Normalisatie (Humme), Projektbeheer, leesportefeuille sektoren/bibliotheek, LAC stuurgroep Zuivelverontreiniging (20x), LAC stuurgroep Visverontreiniging (15x), deelnemers ringtest (zie adressenlijst).

Eind versie 1983-03-16

De bepaling van individuele chloorbifenylen met capillair gaschromatografie in oliën en vetten. Ringtest van enkele individuele chloorbifenylen in gezuiverde extrakten.

L.G.M.Th. Tuinstra, A.H. Roos, H.J. Keukens, W.A. Traag en
G.A. Werdmuller.

Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten
Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen.

Medewerkenden: A. Bremmer, H.C. Compaan, J.W. Dornseiffen, J.J.M. Driessen, J.C. Duinker, G.F. Ernst, P.A. Greve, J.A. Jans, M.A.T. Kerkhoff, A. de Kok, A.J. van Munsteren, L.J. Poortvliet, A.P.J. van de Putte, J. Quirijns, F. Schulting, P. de Voogt.

1. Inleiding

De scheiding van gecompliceerde PCB-mengsels met behulp van capillaire gaschromatografie werd reeds 10 jaar geleden uitgevoerd. De laatste jaren verschijnen er in de literatuur uit verschillende bronnen publicaties waarin de kwantitatieve bepaling van individuele chloorbifenylylcomponenten meer en meer de aandacht krijgt. In mei 1982 werden door het Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT) een 13-tal laboratoria, waarvan bekend was dat zij reeds PCB-bepalingen met behulp van capillaire gaschromatografie uitvoerden dan wel ervaring hadden met capillaire gaschromatografie en geïnteresseerd waren in de bepaling van chloorbifenylen, uitgenodigd deel te nemen aan een ringtest.

Het doel van de ringtest was om na te gaan in hoeverre in gezuiverde extrakten van botervet, slachtkuikenvet en aalvet de individuele chloorbifenylylcomponenten 2,4-4' trichloorbifenylyl (nr. 28), 2,5-2'5' tetrachloorbifenylyl (nr. 52), 2,4,5-2'5' pentachloorbifenylyl (nr. 101), 2,3,4-2'4'5' hexachloorbifenylyl (nr. 138), 2,4,5-2'4'5' hexachloorbifenylyl (nr. 153) en 2,3,4,5-2'4'5' heptachloorbifenylyl (nr. 180) zijn te identificeren en kwantificeren op een apolaire capillaire kolom.

2. Monstermateriaal

Voor het samenstellen van de uiteindelijke monsters werden botervet en palingvet gebruikt, welke van nature met chloorbifenylen verontreinigd waren, benevens het vet van slachtkuikens, waaraan in een voederexperiment het technische PCB-mengsel Aroclor 1254 was gedoseerd. De monsters waren zodanig samengesteld dat een reeks werd verkregen, waarin het totaal PCB-gehalte opliep van ca. 0,05-50 mg/kg op vetbasis.

De monsters werden op het RIKILT gezuiverd volgens de zogenaamde verzepingsmethode (J. Assoc. Off. Anal. Chem. 63 (1980) 952-958). Aan de deelnemende laboratoria werden de volgende ampullen gestuurd:

- A. Testoplossing van PCB-component 138.
- B. Standaardoplossing met de PCB-componenten 28, 52, 101, 138, 153 en 180.
- C. Oefenmonster met gegeven concentratie van de individuele componenten.

D. Oplosmiddel iso-oktaan/pentaaan (4/1).

E. Blanco chemicaliën verzepingsmethode.

F-J.

Extrakten van botervet, een mengmonster botervet en slachtkuikenvet, een slachtkuikenvet en twee verschillende palingvetten.

Alle ekstrakten waren oplossingen in iso-oktaan/pentaaan (4/1).

In de bijlagen 1-4 worden alle gegevens en vragen bestemd voor de deelnemers aan de ringtest gedetailleerd weergegeven.

3. Resultaten

3.1 Algemeen

Van een viertal deelnemers werd een extra rapportage ontvangen namelijk of verkregen op twee verschillende stationaire fasen al dan niet op dezelfde gaschromatograaf of van een andere afdeling van het laboratorium. Vandaar dat in tabel 1 en 2 meer resultaten vermeld worden, terwijl slechts 14 laboratoria genoemd worden.

Voor de gegevensverwerking werd een computerprogramma gebruikt volgens ISO 5725 dd. 1981-04-01, waarmee de herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid bepaald konden worden.

3.2 Testmonsters

De monsters A, C, D en E boden de mogelijkheid om het gaschromatografisch systeem af te regelen en te optimaliseren.

A. Testoplossing van PCB component 138. Om een indruk te krijgen van de kwaliteit van de capillaire kolom werd gevraagd het schotelgetal en de capaciteitsfaktor te bepalen bij 220°C (isotherm).

C. Oefenmonster met gegeven concentratie van de individuele componenten 28, 52, 101, 138, 153 en 180.

D. Oplosmiddel iso-oktaan/pentaaan (4/1).

E. Blanco chemicaliën verzepingsmethode.

Met behulp van de monsters D en E kon men nagaan in hoeverre bij de gaschromatografische bepaling interferenties met de te bepalen chloorbifenylen optraden.

Bij afwijkingen van meer dan 20% in de gegeven concentratie van monster C werd door de deelnemers contact opgenomen met het RIKILT.

Uit de reakties bleek dat er voornamelijk problemen optraden met component 28 en 101 als gevolg van onvoldoende scheiding.

3.3 Gaschromatografische condities

In tabel 1 wordt een overzicht gegeven van de gaschromatografische condities bij de gerapporteerde resultaten. Uit de verstrekte gegevens blijkt dat in sommige gevallen bij afwezigheid van een spit/splitless injector de capaciteitsfaktor en het schotelgetal voor component 138 bij 220°C isotherm niet goed bepaald kunnen worden. Daarom zijn beide grootheden niet in tabel 1 opgenomen.

Bij een goed splitsijsteeem blijven het schotelgetal en de capaciteitsfaktor uiteraard wel geschikt voor het meten en volgen van de kwaliteit van een capillaire kolom.

3.4 Chromatogrammen

Uit de door de deelnemers bijgeleverde chromatogrammen is gebleken dat in een aantal gevallen het scheidend vermogen van de kolom dusdanig slecht was dat bepaalde scheidingen niet gerealiseerd konden worden. In enkele gevallen zijn geen verdunningen gemaakt van de geconcentreerde monsters maar is de versterkerstand aangepast. In enkele andere gevallen werd het onverzwakte signaal door een integratiesysteem verwerkt. In beide gevallen wordt een lineair gedrag van de electron capture detector voor de chloorbifenylen over een groot bereik verondersteld.

Berekeningen uitgevoerd met behulp van elektronisch gemeten oppervlak of piekhoogte kunnen aanleiding zijn tot afwijkende resultaten. In het algemeen kan opgemerkt worden dat teveel vertrouwen in het integratiesysteem wordt gesteld.

3.5 Gerapporteerde data

In tabel 2 zijn alle gerapporteerde data voor de monsters F-J vermeld. De resultaten van monster E, de blanco chemicaliën van de verzepingsmethode zijn door het voorkomen van storende componenten met dezelfde retentietijd als de te bepalen chloorbifenylen (interferenties) en een groot verschil in gerapporteerde concentraties, resulterend in een grote variëteit van detectiegrenzen niet statistisch verwerkt en tevens niet opgenomen in tabel 2.

Aan de hand van een visuele inspectie van de gerapporteerde data (tabel 2) en de meegeleverde chromatogrammen werden voor de gegevensverwerking met de computer een aantal data geëlimineerd onder andere op grond van rapportage in enkelvoud, een verkeerde identificatie en onvoldoende scheiding. In tabel 3 zijn de voor de computerverwerking gebruikte data voor de monsters F-J vermeld.

De resultaten van lab. nr. 2 zijn voor alle monsters en voor lab. nr. 12 voor monster F verwijderd vanwege een enkelvoudige rapportage. Het betrof een eigen RIKILT analyse ter controle van mededelingen verkregen naar aanleiding van oefenmonster C.

Hieronder worden door middel van een bespreking per component de beweegreden voor de samenstelling van tabel 3 weergegeven.

Component 28

- Van analyses van individuele componenten op CP-Sil 5 en CP-Sil 7 of vergelijkbare kolommen is de interferentie van component 28 (2,4-4' trichloorbifenyyl) met component 31 (2,5-4' trichloorbifenyyl) bekend. Afhankelijk van de kwaliteit van de kolom is er geen of slechts een matige scheiding.
- In monster F zijn alle data geëlimineerd, omdat uit de chromatogrammen en de ingezonden data blijkt dat de opgegeven gehalten op detectiegrensniveau liggen.
- In monster G en H is component 28 eenduidig daar betreffende monsters afkomstig zijn uit overdrachtsproeven met dieren, waarbij de minder persistente component 31 door metabolisering verdwijnt.
- In monster I zijn de resultaten voor lab. nr. 10, 11, 12 en 14 geëlimineerd. Voor lab. nr. 10 en 14 werd geen scheiding waargenomen. Lab. nr. 11 heeft een hoge detectiegrens die volgens eigen toelichting veroorzaakt wordt door de toepassing van de "solid probe" en tevens onvoldoende scheiding. Lab. nr. 12 heeft door variatie in retentietijd met behulp van het integratiesysteem de verkeerde component gemeten.
- In monster J zijn de resultaten van lab. nr. 6, 7, 10, 11, 12 en 14 geëlimineerd. Voor lab. nr. 10, 11, 12 en 14 gelden de opmerkingen als gegeven bij monster I. Voor lab. nr. 6 geldt dat ondanks een juiste identificatie er een groot verschil tussen de duplo-waarden is. Bij bestudering van de chromatogrammen blijkt dit veroorzaakt te worden door een brede stoorpiek onder aan component 28. Daar voor de berekening het met de integrator berekende piekoppervlak gebruikt is resulteert dit in een foutief resultaat.

Voor lab. nr. 7 geldt, dat het scheidend vermogen van de kolom bij de duplo-analyse niet konstant bleek, waardoor voor component 28 door wisselende interferentie slechte duplo-waarden werden gevonden.

Component 52

- In monster F zijn alle data geëlimineerd omdat uit de chromatogrammen en de ingezonden data blijkt dat het gehalte op of onder de detectiegrens ligt.
- In monster G zijn door lab. nr. 4 en 5 in verband met interferenties geen resultaten gerapporteerd. In verband met negatieve pieken in de chromatogrammen bij component 52 zijn de resultaten voor lab. nr. 7 geëlimineerd.
- In monster H was een te groot verschil tussen de duplo's voor lab. nr. 11 aanwezig. Uit de chromatogrammen bleek dat dit veroorzaakt werd door een foutieve piekhoogtemeting. Na telefonisch contact is een en ander gecorrigeerd. Deze verbeterde resultaten zijn opgenomen in de tabellen.

Component 101

De resultaten van lab. nr. 9 in monster G zijn in verband met enkelvoudige rapportage geëlimineerd.

- In monster F zijn alle data geëlimineerd omdat uit de chromatogrammen en de ingezonden data blijkt dat het gehalte op of onder de detectiegrens ligt.
- Bij bestudering van de chromatogrammen is gebleken dat er verschillen optreden tussen apolaire en meer polaire capillaire kolommen. Dit effect trad vooral op in de extrakten van de monsters I en J (palingvetextrakten) en was tevens oorzaak van de problemen met component 101 in het testmonster C, dat eveneens het extrakt van een palingvet was. Op een apolaire CP-Sil 5 kolom is rond component 101 een cluster aanwezig bestaande uit 2 grote en een aantal kleinere pieken. Op de polaire kolommen CP-Sil 7 en SE-54 is een cluster aanwezig bestaande uit 3 grote en een aantal kleinere pieken (zie figuur 1). De resultaten voor de monsters I en J vallen daardoor uiteen in twee groepen. De lab.nr. 1, 4, 5, 7, 9, 10, 11, 12, 13, 14 en 16 hebben een apolaire kolom toegepast en vinden met uitzondering van lab. nr. 7 daardoor te hoge waarden voor component 101.

Bij de statistische verwerking is voor component 101 naast een verwerking van alle resultaten een opsplitsing gemaakt in de resultaten van de laboratoria met een apolaire kolom (CP-Sil 5, OV 1 en OV 101) en de resultaten van de laboratoria met een polairdere kolom (CP-Sil 7 en SE-54).

Opmerkelijk is dat lab. nr. 7 ondanks het gebruik van een apolaire kolom toch een goede scheiding voor component 101 heeft, waarschijnlijk door middel van een geschikte getrapte temperatuurprogrammering. De resultaten van lab. nr. 7 zijn dan ook meegenomen met de resultaten verkregen op een polairdere kolom.

Component 153

Uit de visuele controle van de chromatogrammen is gebleken dat component 153 eenduidig bepaald kan worden bij gebruik van een goede capillaire kolom.

De interferentie met andere chloorbifenylen op kolommen van slechte kwaliteit is minder dan 10 procent van de respons voor component 153 en heeft dus slechts een geringe invloed op het resultaat.

Component 138

Uit de visuele controle van de chromatogrammen is gebleken dat component 138 eenduidig bepaald kan worden vrijwel onafhankelijk van de kwaliteit van de capillaire kolom.

Component 180

Uit de chromatogrammen van lab. nr. 2, 3, 6 en 8 blijkt dat op apolaire kolommen een geringe interferentie (minder dan 10 procent) aanwezig is met component 180. De resultaten zullen hierdoor nauwelijks beïnvloed worden.

4. Dataverwerking

De in tabel 3 gegeven resultaten zijn volgens ISO 5725 per component en per monster met de computer verwerkt. Met de Cochran test zijn de duploverschillen en met de Dixon test de duplogemiddelden van de laboratoria getoetst.

Het programma meldt bij de Dixon en de Cochran test "stragglers" en uitbijters.

De kans dat een straggler ten onrechte als een afwijkende waarde wordt beschouwd is 1 tot 5%. Bij een uitbijter is deze kans < 1%. Alleen de uitbijters zijn vermeld.

Alleen voor component 180 in monster F is volgens de Cochran test het duploverschil van lab. nr. 10 als te groot (uitbijter) aangewezen. In tabel 3 is deze aangegeven met behulp van **.

Er zijn vele factoren, die de spreiding van een analysemethode beïnvloeden b.v. chemicaliën, glaswerk, instrumenten, omgeving analisten enz. Bij de herhaalbaarheid worden al deze factoren constant gehouden terwijl ze bij de reproduceerbaarheid variëren.

De herhaalbaarheid (r) is gebaseerd op de kleinst mogelijke spreiding, de reproduceerbaarheid (R) op de grootst mogelijke spreiding van de analysemethode.

Definities

De herhaalbaarheid, r, is de waarde, waaronder met een kans van 95% het absolute verschil tussen twee enkelvoudige bepalingen in identiek materiaal door een analist in een laboratorium, met dezelfde uitrusting volgens de genormaliseerde analysemethode binnen een kort tijdsinterval verricht, kan worden verwacht te liggen

De reproduceerbaarheid, R, is de waarde, waaronder met een kans van 95% het absolute verschil tussen twee enkelvoudige bepalingen in identiek materiaal door analisten in verschillende laboratoria volgens de genormaliseerde analysemethode verricht, kan worden verwacht te liggen.

De variantie van een analysemethode kan men opgebouwd denken uit

$$\sigma_L^2 + \sigma_r^2$$

σ_r^2 = de variantie veroorzaakt door een analist in een laboratorium met dezelfde uitrusting binnen een kort tijdsinterval (herhaalbaarheids variantie)

σ_L^2 = de variantie tussen laboratoria, deze variantie bevat tevens de varianties tussen analisten, uitrusting, chemicaliën enz.

$$\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2 \text{ (reproduceerbaarheidsvariantie)}$$

$$\text{De herhaalbaarheid } r = 2 \sqrt{\sigma_r^2 + \sigma_R^2} = 2,83 \sigma_r.$$

$$\text{De reproduceerbaarheid } R = 2 \sqrt{\sigma_R^2 + \sigma_r^2} = 2,83 \sigma_R.$$

$$\text{De reproduceerbaarheids variatiecoëfficiënt (VC) is } \frac{\sigma_R \times 100\%}{\text{gemiddeld gehalte}}$$

In tabel 4 wordt per component een overzicht gegeven van het gemiddelde, de herhaalbaarheid (r) en de reproduceerbaarheid (R). Bovendien wordt de reproduceerbaarheids variatiecoëfficiënt gegeven (VC). Voor component 101 is tevens een onderverdeling gemaakt in resultaten van apolaire kolommen (CP-Sil 5, OV 101) en polairdere kolommen (inclusief lab. nr. 7) (CP-Sil 7, SE-54) (zie tabel 5).

4.1 Resultaten dataverwerking

Component 28

In de monsters G-J zijn geen uitbijters. Gezien de uiteenlopende resultaten is dit logisch, echter het zal resulteren in een grote VC.

Component 52

In de monster G-J geen uitbijters.

Component 101

In de monsters G-J geen uitbijters. Laboratoria met een betere scheiding in de cluster rond component 101 vinden in de monsters I en J gemiddeld een lagere gemiddelde waarde en een lagere VC dan de laboratoria op de apolaire kolommen. Een en ander is aangegeven in tabel 5.

Component 138 en 153

In de monsters F-J geen uitbijters.

Component 180

In de monsters F-J wordt alleen in monster F voor lab. nr. 10 een uitbijter gevonden.

De variatiecoëfficiënt wordt vrijwel niet beïnvloed door het gehalte aan chloorbifenylen. Vooral bij de lager gechloreerde bifenylen is dit waarneembaar.

Voor alle componenten kan gesteld worden dat boven het 10 µg/kg niveau de VC in de orde van 25% ligt. Op het 5 µg/kg niveau is de VC groter dan 30%.

5. Conclusie en aanbevelingen

- a) Metingen op detectiegrensniveau (ca. 1 µg/kg) als uitgevoerd in het botervetextract (monster F) voor de componenten 28, 52 en 101 zijn door de verschillen in signaal-ruisverhouding bij de diverse deelnemers niet reproduceerbaar (VC > 75%).
- b) De bepaling van component 28 en 101 blijkt de meeste problemen op te leveren. Ligt de belangstelling vnl. in onderzoek van monsters afkomstig van warmbloedige dieren dan dient voor een goede scheiding van component 101 de voorkeur uitgesproken te worden voor een polairdere CP Sil 7 kolom. Voor de analyse van bv. verpakkingsmateriaal gaat de voorkeur uit naar de CP-Sil 5 kolom, waar de scheiding tussen component 28 en 31 beter is.
Een capillaire kolom met een lengte van 50 m biedt in de meeste gevallen geen voordelen boven een 25 m kolom.
- c) Door het ontbreken van een split/splitless injector op diverse apparaten blijken de capaciteitsfaktor en het schotelgetal geen goede parameters te zijn voor vergelijking van de kwaliteit van een kolom tussen laboratoria. Binnen een laboratorium kan men uiteraard deze parameters wel toepassen als maatstaf voor de kwaliteit van een kolom.
- d) Van alle componenten (28, 52, 101, 153, 138 en 180) kan gesteld worden dat de VC boven 10 µg/kg niveau in de orde van 25% ligt. Op het 5 µg/kg niveau is de VC groter dan 30%.
- e) De verhouding r/R is te laag ten gevolge van een te optimistische r verkregen door duplo injecties uit hetzelfde monsterextract.
- f) De resultaten van deze ringtest zijn het resultaat van een bepaling in gezuiverde extracten en zou een te gunstig beeld kunnen geven. Men zou kunnen overwegen nog een ringtest met opwerking in één matrix (b.v. palingvet) op verschillende niveau's op een CP-Sil 7 of SE-54 kolom te organiseren.

6. Dankbetuiging

De volgende personen verleenden hun medewerking aan deze ringtest.

A. Bremmer, Keuringsdienst van Waren, Enschede.

H.C. Compaan, TNO afd. Milieutechniek, Delft.

J.W. Dornseiffen, Keuringsdienst van Waren, Amsterdam.

J.J.M. Driessen en A.J. van Munsteren, RIKILT, Wageningen.

J.C. Duinker, Nederlands Instituut voor Onderzoek der Zee, Den Burg Texel.

G.F. Ernst, Keuringsdienst van Waren, Utrecht.

P.A. Greve, Rijksinstituut voor de Volksgezondheid, Bilthoven.

J.A. Jans, Zuivelcontrole-instituut, Leusden.

M.A.T. Kerkhoff, Rijksinstituut van Visserijonderzoek, IJmuiden.

A. de Kok en P. de Voogt, Vrije Universiteit, Amsterdam.

L.J. Poortvliet, Kaascontrolestation "Friesland", Leeuwarden.

A.P.J. van de Putte, Keuringsdienst van Waren, Haarlem.

J. Quirijns, Centraal Instituut voor Voedingsonderzoek TNO, Zeist.

F. Schulting, Instituut voor Milieuhygiëne en Gezondheidstechniek TNO, Delft.

Verder F. Douma van het Rekencentrum te Wageningen voor het operationeel maken van het ISO 5725 programma op onze eigen DEC 11/44 en aan L. Maas voor het uitvoeren van de computerwerkzaamheden.

Tabel 1 Overzicht (GC)² condities

Lab. nr.	Type GC	Detektor/lineariteit	Kolom fase	lengte (m)	i.d. (μ m)	laagdikte (μ m)	Temperatuur programma kolom	Gassen u(cm/sec) type	Injektie
1	Tracor 550	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 5 CB	25	0,24	0,45	4 min 100°C-40°C/min - 220°C	26 helium	splitloos 5 μ l vlg. Grob/autom.
2	Tracor 550	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 7	25	0,25	0,45	4 min 100°C-40°C/min - 220°C	33 helium	splitloos 5 μ l vlg. Grob/autom.
3	Packard Becker 419	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 7	25	0,26	0,45	3 min 83°C-33°C/min - 215°C	26 helium	splitloos 1 μ l vlg. Grob/autom.
4	HP 5713	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 5 CB	25	0,24	0,13	3 min 100°C-20°C/min - 200°C	15 argon/methaan	splitloos 1 μ l vlg. Grob/autom.
5	HP 5713	Ni 63/lin. getest	OV 101	25	0,3	0,17	3 min 100°C-20°C/min - 200°C	15 argon/methaan	splitloos 1 μ l vlg. Grob/autom.
6	HP 5730A	Ni 63/lin. <u>niet</u> getest	SE-54	50	0,32	0,17	100°C- 4°C/min - 200°C	n.b. argon/methaan	2 μ l/handinj.
7	HP 5880A	Ni 63/lin. <u>niet</u> getest	OV 1	50	0,32	0,17	50°C-10°C/min - 160°C 1,5°C/min - 235°C	n.b. helium	splitloos 2,5 μ l vlg. Grob/autom.
8	HP 5880	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 7	25	0,25	0,45	3 min 110°C-30°C/min - 220°C	14 stikstof	splitloos 3 μ l vlg. Grob/autom.
9	Varian 6000	Ni 63/lin. <u>niet</u> getest	CP-Sil 5	50	0,32	0,14	2 min 50°C-25°C/min - 175°C (0,5 min) - 6°C/min - 250°C	12,5 stikstof	splitloos 1 μ l vlg. Grob/autom.
10	Sigma 2 B	Ni 63/lin. <u>niet</u> getest	CP-Sil 5	22,5	0,24	0,14	4 min 100°C-40°C/min - 220°C (8 min) - 10°C/min - 230°C	24,5 helium	splitloos 2 μ l vlg. Grob/handinj.
11	Pye GCV	Ni 63/	CP-Sil 5	25	0,24	0,13	4 min 80°C-40°C/min - 200°C	n.b. stikstof	solid injector 1 μ l/handinj.
12	Packard Becker 430	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 5	25	0,24	0,14	2 min 60°C-30°C/min - 150°C (3 min) - 5°C/min - 220°C	n.b. helium	splitloos 1 μ l vlg. Grob/handinj.
13	HP 5840	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 5	50	0,25	0,16	3 min 130°C-30°C/min - 235°C	n.b. stikstof	splitloos 1 μ l vlg. Grob/handinj.
14	Sigma 2	Ni 63/lin. <u>niet</u> getest	CP-Sil 5	25	0,23	0,13	4 min 100°C-40°C/min - 220°C	23 stikstof	splitloos 5 μ l vlg. Grob/handinj.
15	HP 5880A	Ni 63/lin. getest	SE-54	30	0,25	0,25	2 min 60°C-10°C/min - 180°C (8 min) - 4°C/min - 220°C	23 helium	splitloos 1 μ l vlg. Grob/autom.
16	Sigma 1 B	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 5	50	0,33	0,16	2 min 50°C-40°C/min - 130°C 2°C/min - 240°C	45 helium	splitloos 1 μ l vlg. Grob/autom.
17	Carlo Erba 2960	Ni 63/lin. getest	SE-54 CB	25	0,32	0,13	80°C - 27°C/min - 130°C (1 min) 6,5°C/min - 240°C	45 waterstof	on column inj. 2 μ l vlg. Grob/handinj.
18	Varian	Ni 63/lin. getest	CP-Sil 7	50	0,25	0,45	isotherm 220°C	15 helium	1 à 2 μ l vallende mald

n.b. = niet bepaald

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN $\mu\text{g/kg}$. MONSTER F.
=====

Lab.nr.	Comp. 28		Comp. 52		Comp. 101		Comp. 153		Comp. 138		Comp. 180	
1	0.25 *	0.25 *	0.25 *	0.25 *	0.25 *	0.50	4.40	4.70	3.80	3.60	1.50	1.70
2	0.25 *	0.00	0.25 *	0.00	0.25 *	0.00	6.70	0.00	5.80	0.00	2.90	0.00
3	0.80	0.90	0.60	0.60	0.70	0.70	7.00	7.10	6.10	6.00	3.60	3.40
4	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00	2.00	9.00	9.00	8.00	7.00	4.00	4.00
5	0.00	0.00	0.00	0.00	3.00	2.00	8.00	7.00	7.00	7.00	6.00	6.00
6	2.50 *	2.50 *	2.50 *	2.50 *	2.50 *	2.50 *	2.50 *	6.00	5.00	5.00	2.50 *	4.00
7	2.50 *	2.50 *	7.00	2.50 *	2.00	2.50 *	6.00	8.00	4.00	6.00	3.00	3.00
8	0.80	0.60	4.00	3.60	0.80	0.60	7.00	5.20	6.00	4.90	3.50	2.80
9	1.60	2.00	2.00	1.20	0.80	0.70	5.20	5.00	4.20	4.00	2.30	2.30
10	3.50	4.40	1.20	5.10	1.80	5.00	8.80	11.60	6.80	10.20	3.30	6.30
11	2.60	2.90	0.25 *	0.25 *	2.00	0.70	5.50	6.60	4.70	5.50	2.90	3.20
12	0.30 *	0.00	0.55 *	0.00	0.45 *	0.00	6.20	0.00	5.50	0.00	2.90	0.00
13	0.10 *	0.20	1.30	1.10	0.00	0.00	4.30	5.00	3.90	3.40	2.40	2.10
14	5.20	6.30	3.10	2.50	2.00	2.00	7.40	8.80	6.10	7.10	2.20	2.20
15	4.30	2.30	1.90	0.10 *	0.10 *	0.10 *	7.20	8.50	5.20	7.20	3.50	4.50
16	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	5.60	5.60	4.50	4.40	2.80	2.60
17	2.00	2.00	1.00	1.00	0.05 *	0.40	5.60	5.60	4.40	4.60	2.60	2.70
18	0.50 *	0.50 *	0.50 *	0.50 *	0.50 *	0.50 *	4.00	5.00	3.00	4.00	2.00	3.00

NB. 0= Geen data ingezonden.
 *= Van de opgegeven detectiesrens is de helft van deze waarde ingevoerd.

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN $\mu\text{g}/\text{kg}$. MONSTER G.
=====

Lab.nr.	Comp. 28		Comp. 52		Comp. 101		Comp. 153		Comp. 138		Comp. 180	
1	10.0	11.5	1.6	1.9	3.4	3.9	30.8	35.6	45.4	39.1	5.2	6.5
2	10.0	0.0	2.3	0.0	3.8	0.0	33.0	0.0	48.0	0.0	7.2	0.0
3	13.3	13.9	6.4	2.5	4.9	4.8	37.8	38.4	49.6	48.7	10.5	9.5
4	16.0	13.0	0.0	0.0	8.0	9.0	50.0	69.0	36.0	47.0	15.0	17.0
5	11.0	11.0	0.0	0.0	5.0	5.0	38.0	38.0	52.0	52.0	12.0	12.0
6	11.0	12.0	2.5 *	2.5 *	2.5 *	2.5 *	25.0	39.0	41.0	55.0	8.0	13.0
7	12.0	9.0	13.0	8.0	5.0	5.0	27.0	24.0	28.0	27.0	7.0	7.0
8	11.4	10.0	2.7	2.4	5.4	4.4	37.2	33.3	46.8	41.4	9.3	7.7
9	10.0	9.5	2.9	3.8	4.1	0.0	23.9	25.0	30.0	31.0	6.1	5.1
10	15.1	13.7	8.0	6.8	6.8	6.4	47.0	46.0	52.0	51.0	9.3	9.9
11	13.9	12.6	0.5 *	0.5 *	6.3	6.8	29.2	35.4	38.7	46.7	8.1	8.9
12	9.6	14.4	5.6	4.3	5.6	5.7	24.6	37.4	30.4	57.4	4.6	8.8
13	9.1	7.8	1.7	1.5	3.1	4.8	25.8	20.8	33.3	25.4	8.8	8.7
14	20.0	16.0	5.8	3.9	7.3	6.0	61.0	53.0	80.0	72.0	6.1	6.4
15	15.7	15.1	5.1	3.2	6.4	6.0	40.1	44.3	54.1	60.2	10.3	11.7
16	11.0	12.0	3.0	2.8	4.4	4.3	32.0	32.0	38.0	38.0	7.5	7.7
17	11.1	11.3	3.2	2.8	4.1	4.1	33.5	33.2	45.0	45.1	8.2	8.3
18	9.0	11.0	2.0	2.0	4.0	4.0	30.0	33.0	40.0	41.0	8.0	8.0

NB.

0= Geen data ingezonden.

*= Van de opgegeven detectiegrens is de helft van deze waarde ingevoerd.

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN $\mu\text{g}/\text{kg}$. MONSTER H.
=====

Lab.nr.	Comp. 28		Comp. 52		Comp. 101		Comp. 153		Comp. 138		Comp. 180	
1	102.0	78.7	43.7	46.2	87.8	86.9	523.0	568.0	817.0	730.0	98.7	112.0
2	98.0	0.0	44.0	0.0	88.0	0.0	540.0	0.0	830.0	0.0	99.0	0.0
3	91.9	97.9	55.9	44.4	78.8	82.3	491.0	477.0	681.0	649.0	120.0	120.0
4	105.0	100.0	45.0	45.0	110.0	90.0	520.0	540.0	800.0	800.0	100.0	100.0
5	125.0	105.0	50.0	50.0	120.0	100.0	590.0	590.0	870.0	860.0	140.0	145.0
6	103.0	106.0	30.0	30.0	88.0	90.0	502.0	569.0	738.0	863.0	108.0	150.0
7	80.0	112.0	33.0	48.0	87.0	89.0	318.0	396.0	323.0	448.0	75.0	105.0
8	80.2	73.2	41.0	37.4	74.0	65.8	556.0	498.0	765.0	685.0	97.5	85.8
9	93.9	68.0	37.7	41.6	78.1	65.4	436.0	387.0	568.0	486.0	86.0	71.0
10	105.0	100.0	70.0	65.0	95.0	100.0	600.0	640.0	685.0	770.0	100.0	95.0
11	171.0	131.0	67.9	48.9	113.0	117.0	493.0	528.0	684.0	703.0	114.0	118.0
12	67.9	76.8	47.9	38.5	64.3	60.8	466.0	472.0	794.0	917.0	47.6	66.8
13	75.0	80.0	43.5	40.0	45.0	65.0	460.0	400.0	680.0	635.0	105.0	105.0
14	162.0	171.0	78.0	78.0	137.0	146.0	512.0	571.0	723.0	816.0	109.0	128.0
15	104.1	111.2	52.6	53.5	104.9	113.6	573.9	650.8	850.6	992.8	123.2	145.2
16	109.0	108.0	55.0	59.0	91.0	83.0	547.0	562.0	773.0	813.0	113.0	112.0
17	94.6	83.8	56.0	50.9	86.5	80.0	495.0	466.0	643.0	591.0	114.0	105.0
18	80.0	75.0	35.0	30.0	85.0	75.0	500.0	465.0	785.0	720.0	100.0	95.0

NB.

0= Geen data ingezonden.

*= Van de opgegeven detectiegrens is de helft van deze waarde ingevoerd.

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN ug/kg. MONSTER I.
=====

Lab.nr.	Comp. 28		Comp. 52		Comp. 101		Comp. 153		Comp. 138		Comp. 180	
1	320	259	1070	1070	2120	2020	3440	3660	2840	2670	1260	1420
2	279	0	1270	0	2050	0	3910	0	2650	0	1470	0
3	253	273	1010	1040	1640	1770	2840	2910	2280	2280	1320	1410
4	460	490	1300	1340	2690	2670	3400	3270	2950	2870	1500	1450
5	330	350	1090	1090	2040	2170	2800	3070	2520	2700	1400	1560
6	199	206	731	771	1122	1198	1868	1925	1534	1637	1023	978
7	132	214	643	800	1177	1235	1340	1877	1053	1497	605	851
8	294	318	1050	1110	1650	1750	2720	2960	2360	2560	1440	1580
9	523	484	939	987	1780	1870	2640	2570	2020	2000	1040	1010
10	1060	1150	1120	1140	2020	1910	4300	3770	2770	2620	1570	1390
11	324 *	149 *	1300	1250	1810	2010	2780	3240	2400	2700	1240	1450
12	1050	355	1150	995	1570	1450	3320	2850	2460	2500	750	709
13	140	150	710	760	1140	780	1700	1700	1890	1490	880	950
14	1380	1240	1790	1610	1970	1820	2850	2610	2380	2190	1110	1090
15	284	318	1209	1231	1903	2069	3432	3959	2885	3382	1562	1903
16	436	500	1600	1440	2210	2200	3510	3390	3000	2840	1640	1480
17	240	239	1160	1160	1660	1610	2850	2770	2390	2300	1500	1440
18	290	310	1140	1250	2110	2340	4940	5400	4220	4420	2060	2260

NB.

0= Geen data ingezonden.

*= Van de opgegeven detectiegrens is de helft van deze waarde ingevoerd.

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN ug/kg. MONSTER J.

=====

Lab.nr.	Comp. 28		Comp. 52		Comp. 101		Comp. 153		Comp. 138		Comp. 180	
1	720	667	2650	2810	4290	4290	5240	5680	4220	4180	2200	2070
2	590	0	2860	0	3230	0	4740	0	3280	0	2150	0
3	527	681	2440	2830	2960	3530	4550	5330	3690	4500	1900	1500
4	800	800	2800	2680	5840	6760	5560	5320	4520	4640	2000	2080
5	0	0	2600	2480	4960	4720	5160	5120	4840	4680	2760	2760
6	1342	380	2206	1558	2223	1930	3222	2698	2600	2306	1680	1208
7	1163	742	1619	2132	2674	3033	2933	3797	2984	3064	1289	1694
8	708	778	2740	3010	3220	3620	4630	5140	3940	4440	2220	2540
9	612	645	1960	2080	3610	3750	3610	3650	2800	2870	1400	1310
10	1920	1800	2680	2760	4280	4120	5800	6120	3720	4240	1920	2000
11	570 *	340 *	4110	3220	4250	3860	4450	4280	4000	3680	2070	1970
12	1120	652	2640	2290	2960	2560	4840	4790	3600	4580	1320	1500
13	300	376	1960	2040	1840	2560	3840	3280	2960	3480	1440	1200
14	2940	2830	3370	3320	6000	6000	6050	6210	5250	5370	2160	2520
15	669	729	3156	3197	3705	4111	6049	6655	5052	5927	2689	3161
16	800	867	3240	3300	5170	5070	5580	5480	4730	4790	2260	2190
17	581	596	2560	2670	2900	2970	5260	4600	4210	3880	2330	2250
18	560	600	2560	2820	3080	3320	4960	5160	3840	4120	2280	2600

NB. 0= Geen data ingezonden.

*= Van de opgegeven detectiegrens is de helft van deze waarde ingevoerd.

TABEL 3: RESULTATEN PCB RINGTEST, NA VISUELE BEOORDELING CHROMATOGRAMMEN; GEHALTEN IN $\mu\text{g}/\text{kg}$. MONSTER F.
=====

Lab.nr.	Comp. 28	Comp. 52	Comp. 101	Comp. 153	Comp. 138	Comp. 180
1				4.40	4.70	3.80 3.60 1.50 1.70
2						
3				7.00	7.10	6.10 6.00 3.60 3.40
4				9.00	9.00	8.00 7.00 4.00 4.00
5				8.00	7.00	7.00 7.00 6.00 6.00
6				2.50	6.00	5.00 5.00 2.50 4.00
7				6.00	8.00	4.00 6.00 3.00 3.00
8				7.00	5.20	6.00 4.90 3.50 2.80
9				5.20	5.00	4.20 4.00 2.30 2.30
10				8.80	11.60	6.80 10.20 3.30 6.30**
11				5.50	6.60	4.70 5.50 2.90 3.20
12				6.20	0.00	5.50 0.00 2.90 0.00
13				4.30	5.00	3.90 3.40 2.40 2.10
14				7.40	8.80	6.10 7.10 2.20 2.20
15				7.20	8.50	5.20 7.20 3.50 4.50
16				5.60	5.60	4.50 4.40 2.80 2.60
17				5.60	5.60	4.40 4.60 2.60 2.70
18				4.00	5.00	3.00 4.00 2.00 3.00

$\bar{x}$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

VC (R) (%)

n

6,4

29,5

16

5,4

29,6

16

3,2

37,5

16

** = Uitbouter.

TABEL 3: RESULTATEN PCB RINGTEST, NA VISUELE BEOORDELING CHROMATOGRAMMEN; GEHALTEN IN $\mu\text{g}/\text{kg}$. MONSTER G.
=====

Lab.nr.	Comp. 28		Comp. 52		Comp. 101		Comp. 153		Comp. 138		Comp. 180	
1	10.0	11.5	1.6	1.9	3.4	3.9	30.8	35.6	45.4	39.1	5.2	6.5
2												
3	13.3	13.9	6.4	2.5	4.9	4.8	37.8	38.4	49.6	48.7	10.5	9.5
4	16.0	13.0			8.0	9.0	50.0	69.0	36.0	47.0	15.0	17.0
5	11.0	11.0			5.0	5.0	38.0	38.0	52.0	52.0	12.0	12.0
6	11.0	12.0	2.5	2.5	2.5	2.5	25.0	39.0	41.0	55.0	8.0	13.0
7	12.0	9.0			5.0	5.0	27.0	24.0	28.0	27.0	7.0	7.0
8	11.4	10.0	2.7	2.4	5.4	4.4	37.2	33.3	46.8	41.4	9.3	7.7
9	10.0	9.5	2.9	3.8			23.9	25.0	30.0	31.0	6.1	5.1
10	15.1	13.7	8.0	6.8	6.8	6.4	47.0	46.0	52.0	51.0	9.3	9.9
11	13.9	12.6	0.5	0.5	6.3	6.8	29.2	35.4	38.7	46.7	8.1	8.9
12	9.6	14.4	5.6	4.3	5.6	5.7	24.6	37.4	30.4	57.4	4.6	8.8
13	9.1	7.8	1.7	1.5	3.1	4.8	25.8	20.8	33.3	25.4	8.8	8.7
14	20.0	16.0	5.8	3.9	7.3	6.0	61.0	53.0	80.0	72.0	6.1	6.4
15	15.7	15.1	5.1	3.2	6.4	6.0	40.1	44.3	54.1	60.2	10.3	11.7
16	11.0	12.0	3.0	2.8	4.4	4.3	32.0	32.0	38.0	38.0	7.5	7.7
17	11.1	11.3	3.2	2.8	4.1	4.1	33.5	33.2	45.0	45.1	8.2	8.3
18	9.0	11.0	2.0	2.0	4.0	4.0	30.0	33.0	40.0	41.0	8.0	8.0
$\bar{x}$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	12,1		3,2		5,2		36,2		44,7		8,8	
VC (R) (%)	21,5		57,5		29,4		29,9		29,6		31,0	
n	17		14		16		17		17		17	

Year	1990	1991	1992	1993	1994	1995	1996	1997	1998	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	2023	2024	2025	2026	2027	2028	2029	2030	2031	2032	2033	2034	2035	2036	2037	2038	2039	2040	2041	2042	2043	2044	2045	2046	2047	2048	2049	2050	2051	2052	2053	2054	2055	2056	2057	2058	2059	2060	2061	2062	2063	2064	2065	2066	2067	2068	2069	2070	2071	2072	2073	2074	2075	2076	2077	2078	2079	2080	2081	2082	2083	2084	2085	2086	2087	2088	2089	2090	2091	2092	2093	2094	2095	2096	2097	2098	2099
1990	1991	1992	1993	1994	1995	1996	1997	1998	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	2023	2024	2025	2026	2027	2028	2029	2030	2031	2032	2033	2034	2035	2036	2037	2038	2039	2040	2041	2042	2043	2044	2045	2046	2047	2048	2049	2050	2051	2052	2053	2054	2055	2056	2057	2058	2059	2060	2061	2062	2063	2064	2065	2066	2067	2068	2069	2070	2071	2072	2073	2074	2075	2076	2077	2078	2079	2080	2081	2082	2083	2084	2085	2086	2087	2088	2089	2090	2091	2092	2093	2094	2095	2096	2097	2098	2099	

Lab.nr.	Comp. 28		Comp. 52		Comp. 101		Comp. 153		Comp. 138		Comp. 180	
1	320	259	1070	1070	2120	2020	3440	3660	2840	2670	1260	1420
2												
3	253	273	1010	1040	1640	1770	2840	2910	2280	2280	1320	1410
4	460	490	1300	1340	2690	2670	3400	3270	2950	2870	1500	1450
5	330	350	1090	1090	2040	2170	2800	3070	2520	2700	1400	1560
6	199	206	731	771	1122	1198	1868	1925	1534	1637	1023	978
7	132	214	643	800	1177	1235	1340	1877	1053	1497	605	851
8	294	318	1050	1110	1650	1750	2720	2960	2360	2560	1440	1580
9	523	484	939	987	1780	1870	2640	2570	2020	2000	1040	1010
10	1060	1150	1120	1140	2020	1910	4300	3770	2770	2620	1570	1390
11	324	149	1300	1250	1810	2010	2780	3240	2400	2700	1240	1450
12	1050	355	1150	995	1570	1450	3320	2850	2460	2500	750	709
13	140	150	710	760	1140	780	1700	1700	1890	1490	880	950
14			1790	1610	1970	1820	2850	2610	2380	2190	1110	1090
15	284	318	1209	1231	1903	2069	3432	3959	2885	3382	1562	1903
16	436	500	1600	1440	2210	2200	3510	3390	3000	2840	1640	1480
17	240	239	1160	1160	1660	1610	2850	2770	2390	2300	1500	1440
18	290	310	1140	1250	2110	2340	4940	5400	4220	4420	2060	2260
$\bar{x}$ (µg/kg)	308,2		1119,3		1808,4		3019,4		2488,5		1318,6	
VC (R) (%)	37,5		23,4		24,3		14,4		27,9		28,5	
n	13		17		17		17		17		17	

Country	Year	Value	Unit	Source
China	2010	1.2	1000	China
India	2010	1.2	1000	India
USA	2010	1.2	1000	USA

[illegible]

Tabel 4 Samenvatting resultaten na dataverwerking volgens ISO 5725

	x (µg/kg)	r (µg/kg)	R (µg/kg)	V.C.(R) (%)	n
A) Component 28 Monster					
G	12,1	4,16	7,41	21,5	17
H	100,8	33,46	75,68	26,5	17
I	308,2	78,53	327,06	37,5	13
J	650,8	138,86	409,40	22,2	10
B) Component 52 Monster					
G	3,2	2,76	5,34	57,5	14
H	48,0	11,74	34,73	25,6	17
I	1119,3	178,00	739,44	23,4	17
J	2663,2	690,53	1546,04	20,5	17
C) Component 101 Monster					
G	5,2	1,36	4,30	29,4	16
H	89,8	20,95	61,70	24,3	17
I	1808,4	296,28	1235,62	24,3	17
J	3828,4	799,50	3471,26	32,0	17
D) Component 153 Monster					
F	6,4	2,95	5,37	29,5	16
G	36,2	14,75	30,64	29,9	17
H	510,6	93,44	208,28	14,4	17
I	3019,4	646,86	2495,48	14,4	17
J	4854,2	903,56	2866,65	20,9	17
E) Component 138 Monster					
F	5,4	2,49	4,52	29,6	16
G	44,7	12,43	34,46	29,6	17
H	725,2	164,64	386,48	18,8	17
I	2488,5	471,98	1968,52	27,9	17
J	4050,1	922,90	2415,42	21,0	17
F) Component 180 Monster					
F	3,2	1,87	3,38	37,5	** 16
F	3,1	1,16	3,07	35,3	15
G	8,8	3,62	7,76	31,0	17
H	106,2	32,68	63,34	21,0	17
I	1318,6	312,03	1064,95	28,5	17
J	2013,9	543,00	1452,44	25,4	17

** incl. uitbijter.

Tabel 5 Uitsplitsing van de resultaten voor component 101 in analyses op een apolaire en polairdere kolommen

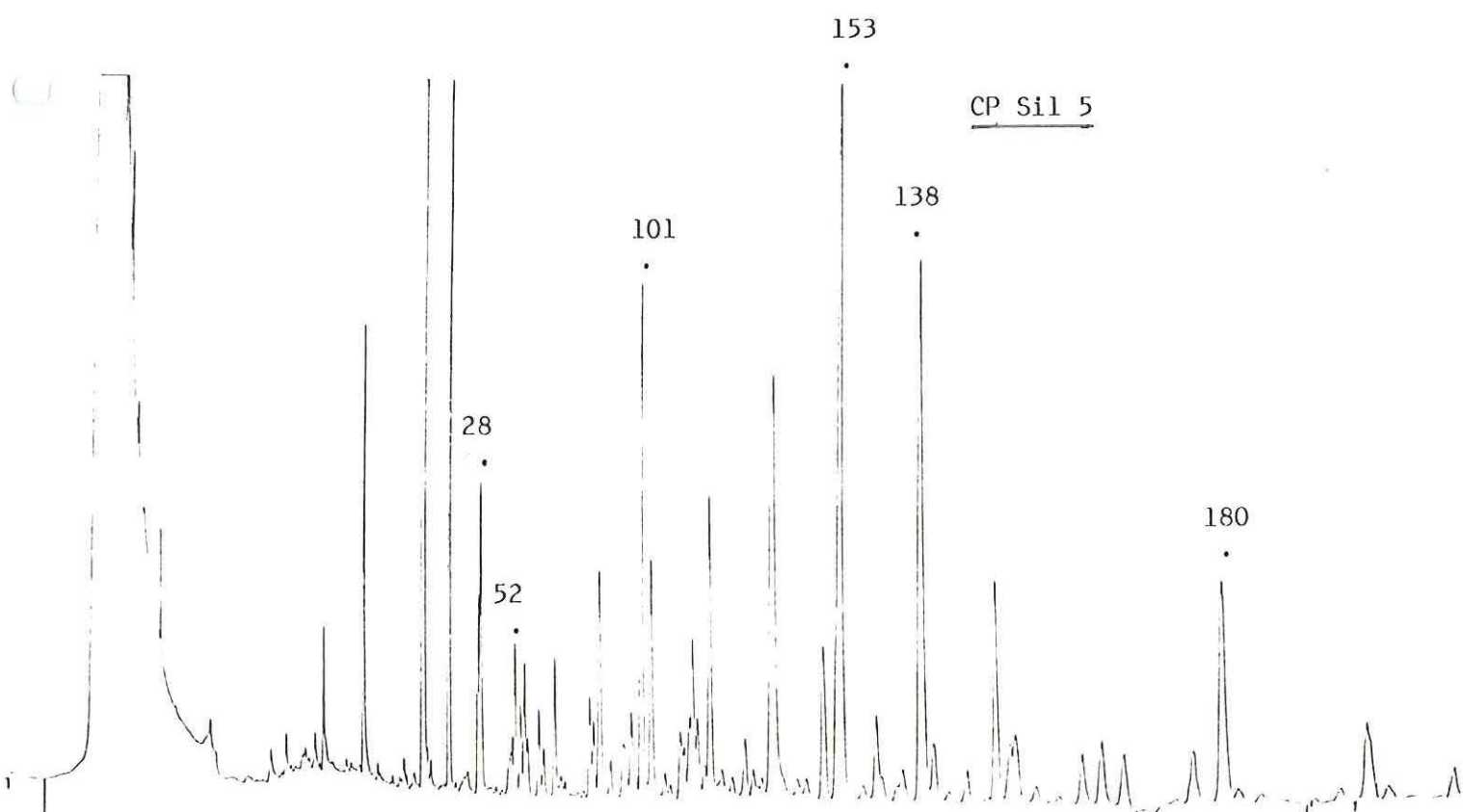
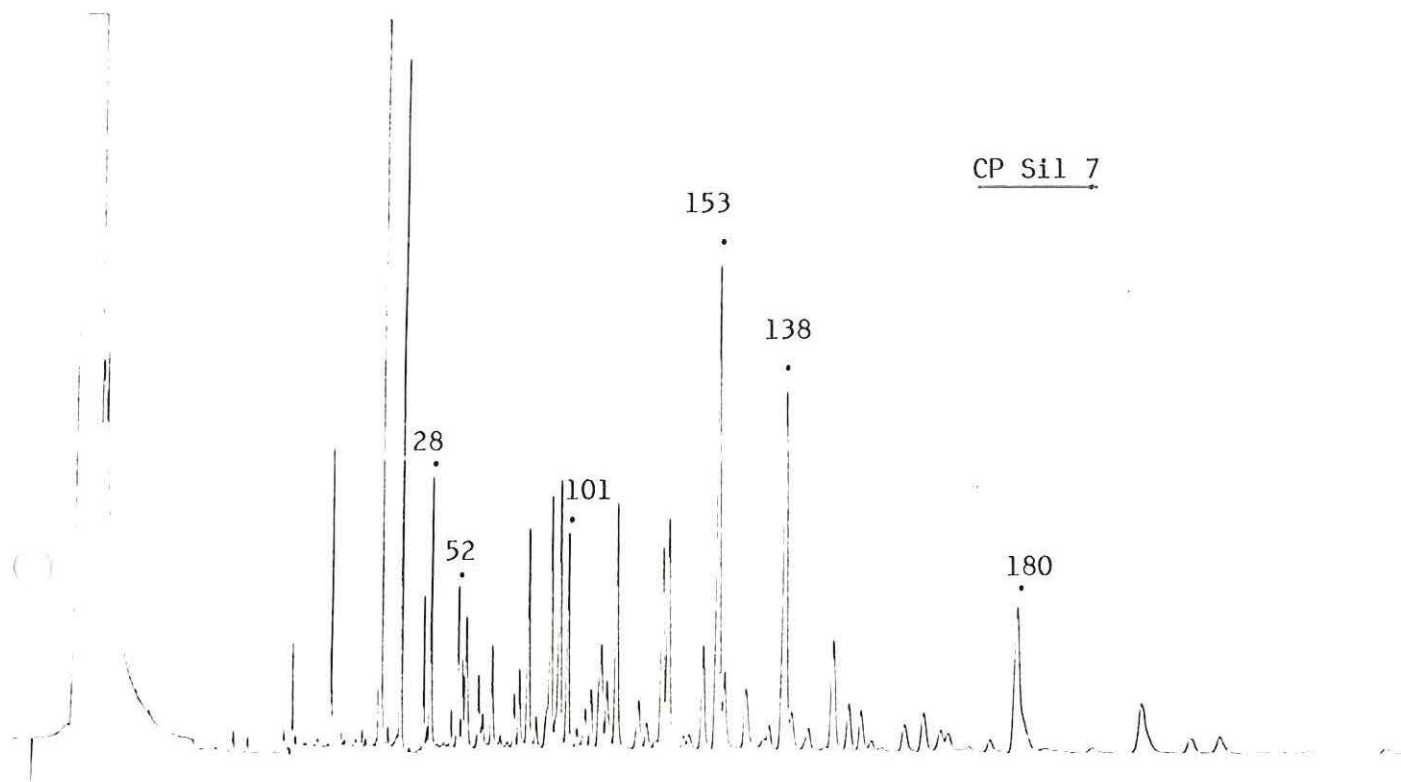
A) Analyse op apolaire kolommen

Monster	x	r	R	V.C.(R)	n
I	1912,5	318,81	1290,52	23,8	10
J	4344,5	846,10	3708,60	30,1	10

B) Analyse op polairdere kolommen

Monster	x	r	R	V.C.(R)	n
I	1708,4	260,76	1094,92	22,6	7
J	3108,5	727,80	1574,76	17,9	7

Figuur 1 Monster C



Adressenlijst deelnemers PCB-ringtest (2/1982)

Lab.nr.

- 1/2 RIKILT,
 de heer ir L.G.M.Th. Tuinstra,
 Bornsesteeg 45,
 6708 PD WAGENINGEN.
 Telefoon: 08370-19110
- 14 Boter- en Kaascontrolestations
 "Friesland",
 de heer drs L.J. Poortvliet,
 Postbus 343,
 8901 BC LEEUWARDEN.
 Telefoon: 058-124515
- 8 Zuivelcontrole Instituut,
 de heer ir J.A. Jans,
 Postbus 250,
 3830 AG LEUSDEN.
 Telefoon: 033-941094
- 13 Rijksinstituut voor de Volksgezondheid,
 de heer dr P.A. Greve,
 Postbus 1,
 3720 BA BILTHOVEN.
 Telefoon: 030-749111
- 3 Rijksinstituut voor Visserijonderzoek,
 mw drs M.A.T. Kerkhoff,
 Postbus 68,
 1970 AB IJMUIDEN.
 Telefoon: 02550-19131
- 6/7 Keuringsdienst van Waren,
 de heer G.F. Ernst,
 Nijenoord 6,
 3552 AS UTRECHT.
 Telefoon: 030-443843
- 16 CIVO Instituten TNO,
 de heer ir J. Quirijns,
 Postbus 360,
 3700 AJ ZEIST.
 Telefoon: 03404-52244
- 9 TNO-afdeling MT,
 de heer dr H.C. Compaan,
 Postbus 217,
 2600 AE DELFT.
 Telefoon: 015-569330

Vervolg adressenlijst

Lab.nr.

- 15 Nederlands Instituut voor Onderzoek
 der Zee,
 de heer dr J.C. Duinker,
 Postbus 59,
 1790 AB DEN BURG, Texel.
 Telefoon: 02226-541
- 17 Keuringsdienst van Waren,
 de heer A. Bremmer,
 Postbus 777,
 7500 AT ENSCHEDE.
 Telefoon: 053-767555
- 4/5 Keuringsdienst van Waren,
 de heer A.P.J. van de Putte,
 Nieuwe Gracht 5,
 2011 NB HAARLEM.
 Telefoon: 023-319132
- 11 Vrije Universiteit
 Afdeling Analytische Chemie,
 de heer drs A. de Kok,
 De Boelelaan 1083,
 1081 HV AMSTERDAM.
 Telefoon: 020-5489111
- 12 Vrije Universiteit
 Instituut voor Milieuvraagstukken,
 de heer drs P. de Voogt,
 Postbus 7161,
 1007 MC AMSTERDAM.
 Telefoon: 020-5483827
- 10 Keuringsdienst van Waren,
 de heer drs J. Dornseiffen,
 Keizersgracht 732-734,
 AMSTERDAM.
 Telefoon: 020-237525
- 18 Instituut voor Milieuhygiëne en
 Gezondheidstechniek TNO
 de heer ir F. Schulting
 Postbus 214
 2600 AE DELFT.
 Telefoon 015-569330

Projektbeschrijving.

Ringtest individuele chloorbifenylen in gezuiverde extrakten (2/1982)
Pr.nr. 505.0400.

1. Doel.

Nagaan in hoeverre in gezuiverde extrakten van botervet, slachtkuiken-
vet en aalvet de individuele chloorbifenylencomponenten 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.

Tevens wordt geïnventariseerd welke praktische problemen optreden bij
de (GC)² analyse.

2. Monsters.

Alle extrakten en standaarden zijn oplossingen in iso-oktaan/pentaaan
(4:1). Ieder laboratorium ontvangt 10 ampullen voorzien van een code
(A t/m J) en het gewicht van de ampul (g). Na ontvangst dient de ampul
gewogen te worden ter controle van het gewicht. Bij afwijking van meer
dan 1% kunnen m.b.v. de bevestigingsbrief voor ontvangst nieuwe
monsters aangevraagd worden.

Elke ampul bevat ca. 5 ml oplossing. Bij het maken van verdunningen
dient u een aliquot van de oplossing voor verdunning in bewerking te
nemen.

A: Testoplossing van component 138 (1 µg/ml) voor de bepaling van k'
en schotelgetal onder isotherme omstandigheden bij 220°C met
splitter open.

$$\text{Formules: } N = 5,54 \left(\frac{t_r}{w_{1/2}} \right)^2$$

$$k^1 = \frac{t_r}{t_o} - 1$$

t_r = retentietijd vanaf injectie (s)

$w_{1/2}$ = piekbreedte op halve hoogte (s)

t_o = tijd tot verschijnen van oplospiek (s).

- B: Standaardoplossing met de componenten 28, 52, 101, 138, 153 en 180 elk met een concentratie van 0,1 µg/ml. De elutievolgorde op een CP Sil 5, CP Sil 7 of vergelijkbare kolom is 28, 52, 101, 153, 138 en 180.
- C: Oefenmonster ter controle van het gaschromatografisch systeem. Dit extrakt bevat .85. ng/ml 28, .71. ng/ml 52, .20.3 ng/ml 101, .179. ng/ml 138, .241. ng/ml 153 en .22. ng/ml 180.
- D: Oplosmiddel iso-oktaan/pentaaan (4:1)
- E: Blanco chemicalien verzepingsmethode
- F: Extrakt van een botervet (1 g/ml)
- G: Extrakt van een mengmonster botervet en slachtkuikenvet (1 g/ml)
- H: Extrakt van een slachtkuikenvet (0,2 g/ml)
- I: Extrakt van een palingvet (0,1 g/ml)
- J: Extrakt van een palingvet (0,025 g/ml).

3. Werkwijze.

Alvorens te beginnen met injectie van de extrakten van de ringtest dient gecontroleerd te zijn of een nieuw septum geplaatst moet worden en, indien toegepast, of het inlaatbuisje schoon is.

Alle extrakten worden in duplo geïnjecteerd op verschillende dagen.

Bepaal de voor uw omstandigheden werkbare verdunning.

Injecteer dan standaardoplossing (B) en oefenmonster (C). Bij afwijkingen van meer dan 20% t.o.v. de gegeven concentraties wordt u verzocht voor u verder gaat contact op te nemen met het RIKILT (telefoon 08370-19110, Tuinstra of Roos).

Kwantificering moet uitgevoerd worden m.b.v. de piekhoogte.

Bepaal 2x m.b.v. component 138 (A) k' en schotelgetal isotherm bij 220°C met de splitter geopend. De overige injecties (ampullen B t/m J) volgens Grob of on-column met temperatuurprogrammering en bij toepassing van een vallende naald isotherm.

Indien bij injectie van ampul D blijkt dat veel interferentie op de plaats van de chloorbifenylen optreedt, moet u zelf nagaan in hoeverre dit een gevolg is van bleeding van het septum, storingen in het oplosmiddel of van de programmering.

4. Berekening/Rapportage.

De berekening moet uitgevoerd worden m.b.v. de piekhoogte e.e.a. in verband met uniformiteit van de gerapporteerde resultaten. Indien in ampul D en E interferenties optreden op de plaats van chloorbifenylen dan dienen deze uitgedrukt te worden in ng/ml als die chloorbifenyl. De resultaten van de ampullen F t/m J in mg/kg voor elk van de componenten. Voor het omrekenen in mg/kg zie de gegevens onder punt 2. Voor de blanco geen correctie toepassen.

Indien de gehalten minder zijn dan de detectiegrens dient dit aangegeven te worden d.m.v. een getal (b.v. $< 0,01$ mg/kg of ng/ml). In verband met de statistische verwerking van de resultaten wordt u verzocht de volgende notatie te hanteren en te rapporteren op de bijgeleverde formulieren

$< 0,0001$ mg/kg of ng/ml rapporteer $< 0,0001$ mg/kg of ng/ml

$0,0001 - < 0,0010$ mg/kg of ng/ml rapporteer 1 cijfer b.v. 0,0005

$0,0010 - < 0,0100$ mg/kg of ng/ml rapporteer 2 cijfers b.v. 0,0067

$> 0,0100$ mg/kg of ng/ml rapporteer 3 cijfers b.v. 0,891 of 1,23.

5. Inzendtermijn/Diversen.

Stuur alle chromatogrammen en testchromatogrammen tezamen met de resultaten op naar het RIKILT voor 1982-08-01. Geef in de chromatogrammen d.m.v. pijl aan welke component 28, 52, 101 etc. is.

Vermeld alle (GC)² omstandigheden op het bijgeleverde formulier.

Geef duidelijk op de chromatogrammen aan welke verdunningsfaktor is toegepast en het aantal geïnjecteerde microliters.

Aanvulling projektbeschrijving (bijlage 1 bij brief nr. 1485)

1. Het gewicht op de ampul is incl. het etiket.
2. Essentieel voor de (GC)² analyse is o.a. instelling van de optimale flow door de kolom.

Gebruik bij voorkeur als draaggas helium.

De lineaire gassnelheid (U) in optimum voor WCOT narrow bore kolom (0,25 mm) is voor helium ca. 25 cm/sec, voor stikstof 10-15 cm/sec.

$$U = \frac{\text{lengte kolom (cm)}}{\text{tijd tot verschijnen van oplospiek (sec)}}$$

3. Door enkele monsters bij lagere programmeersnelheid te analyseren is na te gaan in hoeverre interferentie optreedt bij component 28.

Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land-
en tuinbouwprodukten,
t.a.v. de heer ir L.G.M.Th. Tuinstra,
Postbus 230,
6700 AE WAGENINGEN.

Ringtest individuele chloorbifenylen in gezuiverde extrakten (2/1982).
Pr.nr. 505.0400.

Hierbij bevestigt ondergetekende de ontvangst van de set monsters voor
de ringtest.

De ampullen zijn wel/niet * in goede staat ontvangen.

Hierbij verzoek ik U om toezending van de ampullen gecodeerd.....
i.v.m. het in het ongerede raken tijdens het transport.

Datum:

Naam instituut:

handtekening:

* doorhalen wat niet van toepassing is

Ringtest individuele chloorbifenylen in gezuiverde extrakten (2/1982)

Pr.nr. 505.0400.

Rapportage analyseresultaten.

Instituut:

Analysedata:

Codering Ampul	D	E	F	G	H	I	J
PCB- component							
28							
52							
101							
153							
138							
180							

De resultaten van de ampullen D en E zijn gerapporteerd in ng/ml
en van F t/m J in mg/kg en bepaald m.b.v. de piekhoogte in de monsters
t.o.v. standaardoplossing B.

Voor de blanco is geen correctie toegepast.

Ringtest individuele chloorbifenylen in gezuiverde extrakten (2/1982)

(GC)² condities

Gaschromatograaf (type)

ECD (type)

Kolom fase

lengte (m)

inw.diameter (mm)

laagdikte (µm)

Temperatuur (°C) kolom isotherm temp.programma:

injektor

detektor

Draaggas (cm/sec)

type gas

Purge/bypass (ml/min)

type gas

Mv-recorder

Attenuation

Papiersnelheid (cm/min)

Injektievolume (µl)

aut.injectie/handinjectie *

Splitloze injectie volgens Grob

ja/nee *

Ander type injectie

Welke?

Na hoeveel min. wordt de splitter
geopend?min.Is recent de lineariteit getest
en voor welke verbindingen?

ja/nee * wanneer?

k'138 (isotherm bij 220°C)

N 138 (isotherm bij 220°C)

Welke problemen zijn opgetreden bij de (GC)² analyse?

* doorhalen wat niet van toepassing is

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN ug/kg. MONSTER F.
=====

Lab. nr.	Comp. 28	Comp. 52	Comp. 101	Comp. 153	Comp. 138	Comp. 180				
1	0.25 *	0.25 *	0.25 *	0.50	4.40	4.70	3.80	3.60	1.50	1.70
2	0.25 *	0.00	0.25 *	0.00	6.70	0.00	5.80	0.00	2.90	0.00
3	0.80	0.60	0.60	0.70	7.00	7.10	6.10	6.00	3.60	3.40
4	0.00	0.00	1.00	2.00	9.00	9.00	8.00	7.00	4.00	4.00
5	0.00	0.00	3.00	2.00	8.00	7.00	7.00	7.00	6.00 *	6.00
6	2.50 *	2.50 *	2.50 *	2.50 *	2.50 *	6.00	5.00	5.00	2.50 *	4.00
7	2.50 *	2.50 *	2.00	2.50 *	6.00	8.00	4.00	6.00	3.00	3.00
8	0.80	4.00	0.80	0.60	7.00	5.20	6.00	4.90	3.50	2.80
9	1.60	2.00	0.80	0.70	5.20	5.00	4.20	4.00	2.30	2.30
10	3.50	4.40	1.80	5.00	8.80	11.60	6.80	10.20	3.30	6.30
11	2.60	2.90	2.00	0.70	5.30	6.60	4.70	5.50	2.90	3.20
12	0.30 *	0.00	0.45 *	0.00	6.20	0.00	5.50	0.00	2.90	0.00
13	0.10	0.20	0.00	0.00	4.30	5.00	3.90	3.40	2.40	2.10
14	5.20	6.30	2.00	2.00	7.40	8.80	6.10	7.10	2.20	2.20
15	4.30	2.30	0.10 *	0.10 *	7.20	8.50	5.20	7.20	3.50	4.50
16	0.00	0.00	0.00	0.00	5.60	5.60	4.50	4.40	2.80	2.60
17	2.00	2.00	0.05 *	0.40 *	5.60	5.60	4.40	4.60	2.60	2.70
18	0.50 *	0.50 *	0.50 *	0.50 *	4.00	5.00	3.00	4.00	2.00	3.00

NB:
0 = Geen detectie in deze monster.
* = Van de opgegeven detectielimiet is de helft van deze waarde ingevoerd.

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN ug/kg. MONSTER G.
=====

Lab.nr.	Comp. 28	Comp. 52	Comp. 101	Comp. 153	Comp. 138	Comp. 180						
1	10.0	11.5	1.6	1.9	5.4	5.9	50.8	55.6	45.4	59.1	5.2	6.5
2	10.0	0.0	2.7	0.0	5.8	0.0	53.0	0.0	48.0	0.0	7.2	0.0
3	13.3	13.9	6.4	2.5	4.9	4.8	57.8	58.4	49.6	48.7	10.5	9.5
4	16.0	13.0	0.0	0.0	8.0	9.0	50.0	69.0	56.0	47.0	15.0	17.0
5	11.0	11.0	0.0	0.0	5.0	5.0	58.0	58.0	52.0	52.0	12.0	12.0
6	11.0	12.0	2.5 *	2.5 *	2.5 *	2.5 *	25.0	39.0	41.0	55.0	9.0	13.0
7	12.0	9.0	13.0	8.0	5.0	5.0	27.0	24.0	28.0	27.0	7.0	7.0
8	11.4	10.0	2.7	2.4	5.4	4.4	37.2	33.3	46.8	41.4	9.3	7.7
9	10.0	9.5	2.9	3.8	4.1	0.0	23.9	25.0	50.0	31.0	6.1	5.1
10	15.1	13.7	8.0	6.8	6.8	6.4	47.0	46.0	52.0	51.0	9.3	9.9
11	13.9	12.6	0.5 *	0.5 *	6.3	6.8	29.2	35.4	38.7	46.7	8.1	8.9
12	9.6	14.4	5.6	4.3	5.6	5.7	24.6	37.4	30.4	37.4	4.6	8.8
13	9.1	7.8	1.7	1.5	3.1	4.8	25.8	20.8	33.3	25.4	8.8	8.7
14	20.0	16.0	5.8	3.9	7.3	6.0	61.0	53.0	80.0	72.0	6.1	6.4
15	15.7	15.1	5.1	3.2	6.4	6.0	40.1	44.3	54.1	60.2	10.3	11.7
16	11.0	12.0	3.0	2.8	4.4	4.3	32.0	32.0	38.0	38.0	7.5	7.7
17	11.1	11.3	3.2	2.8	4.1	4.1	33.5	33.2	45.0	45.1	8.2	8.3
18	9.0	11.0	2.0	2.0	4.0	4.0	30.0	33.0	40.0	41.0	8.0	8.0

NS, 0= Geen data ingezonden.

*= Van de opgegeven detectiegrens is de
helft van deze waarde ingevoerd.

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN ug/kg, MONSTER H.
=====

Lab.nr.	Comp. 28	Comp. 52	Comp. 101	Comp. 153	Comp. 158	Comp. 180						
1	102.0	78.7	43.7	46.2	87.8	86.9	523.0	568.0	817.0	730.0	98.7	112.0
2	98.0	0.0	44.0	0.0	88.0	0.0	540.0	0.0	830.0	0.0	99.0	0.0
3	91.9	97.9	55.9	44.4	78.8	82.3	491.0	477.0	681.0	649.0	120.0	120.0
4	105.0	100.0	45.0	45.0	110.0	90.0	520.0	540.0	800.0	800.0	100.0	100.0
5	125.0	105.0	50.0	50.0	120.0	100.0	590.0	590.0	870.0	860.0	140.0	145.0
6	103.0	106.0	30.0	30.0	88.0	90.0	502.0	569.0	738.0	863.0	108.0	150.0
7	80.0	112.0	33.0	48.0	87.0	89.0	318.0	396.0	323.0	448.0	75.0	105.0
8	80.2	73.2	41.0	37.4	74.0	65.8	556.0	498.0	765.0	685.0	97.5	85.8
9	93.9	68.0	37.7	41.6	78.1	65.4	436.0	387.0	568.0	486.0	86.0	71.0
10	105.0	100.0	70.0	65.0	95.0	100.0	600.0	640.0	685.0	770.0	100.0	95.0
11	171.0	131.0	67.9	48.9	113.0	117.0	493.0	528.0	684.0	703.0	114.0	118.0
12	67.9	76.8	47.9	38.5	64.3	60.8	466.0	472.0	794.0	917.0	47.6	66.8
13	75.0	80.0	43.5	40.0	45.0	65.0	460.0	400.0	680.0	635.0	105.0	105.0
14	162.0	171.0	78.0	78.0	137.0	146.0	512.0	571.0	723.0	816.0	109.0	128.0
15	104.1	111.2	52.6	53.5	104.9	113.6	573.9	650.8	850.6	992.8	123.2	145.2
16	109.0	108.0	55.0	59.0	91.0	83.0	547.0	562.0	773.0	813.0	113.0	112.0
17	94.6	83.8	56.0	50.9	86.5	80.0	495.0	466.0	643.0	591.0	114.0	105.0
18	80.0	75.0	35.0	30.0	85.0	75.0	500.0	465.0	785.0	720.0	100.0	95.0

NB.

0 = Geen data insezonden.

* = Van de opgegeven detectiesrens is de helft van deze waarde ingevoerd.

TABEL 2: RESULTATEN PCB RINGTEST, GEHALTEN IN µg/kg. MONSTER 1.
=====

Lab. nr.	Comp. 28	Comp. 52	Comp. 101	Comp. 153	Comp. 138	Comp. 180						
1	320	259	1070	1070	2120	2020	3440	3660	2840	2670	1260	1420
2	279	0	1270	0	2050	0	3910	0	2650	0	1470	0
3	253	273	1010	1040	1640	1770	2840	2910	2280	2280	1320	1410
4	460	490	1300	1340	2690	2670	3400	3270	2950	2870	1500	1450
5	330	350	1090	1090	2040	2170	2800	3070	2520	2700	1400	1560
6	199	206	731	771	1122	1198	1868	1925	1534	1637	1023	978
7	132	214	643	800	1177	1235	1340	1877	1053	1497	605	851
8	294	318	1050	1110	1650	1750	2720	2960	2360	2560	1440	1580
9	523	484	939	987	1780	1870	2640	2570	2020	2000	1040	1010
10	1060	1150	1120	1140	2020	1910	4300	3770	2770	2620	1570	1390
11	324 *	149 *	1300	1250	1810	2010	2780	3240	2400	2700	1240	1450
12	1050	355	1150	995	1570	1450	3320	2850	2460	2500	750	709
13	140	150	710	760	1140	780	1700	1700	1890	1490	880	950
14	1380	1240	1790	1610	1970	1820	2850	2610	2380	2190	1110	1090
15	284	318	1209	1231	1903	2069	3432	3959	2885	3382	1562	1903
16	436	500	1600	1440	2210	2200	3510	3390	3000	2840	1640	1480
17	240	239	1160	1160	1660	1610	2850	2770	2390	2300	1500	1440
18	290	310	1140	1250	2110	2340	4940	5400	4220	4420	2060	2260

NB.

0 = Geen data inseizoen.

* = Van de opgesloten detectielimiet is de helft van deze waarde ingevoerd.

Department Technometrics 1983-03-01
REPORT 83.23 Pr.No. 505.0060
Precision of test methods - Determination
of repeatability and reproducibility by
inter-laboratory tests.
Application in development and assessment
of dairy methodology.

Verzendlijst: directeur, sektorhoofd (2x), Direktie VKA, afd.
Technometrie (4x), afd. Normalisatie (Humme),
Projektadministratie, Projektleider (De Ruig) (30x),
dhr. Boelsma, afdelingshoofden.

