

RAPPORT 85.102

1985-11-21

Pr.nr. 404.0400

Het gehalte aan individuele chloorbifenylen  
in volledige zuigelingenvoeding.

L.G.M.Th. Tuinstra\*), G.F. Ernst \*\*), A.H.  
Roos\*), R.J. van Mazijk\*), F. Spanjersberg\*\*)

\*) Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten,  
Wageningen

\*\*) Keuringsdienst van Waren, Utrecht

- LAC Stuurgroep Zuivelverontreiniging (20x)
- Min. van Landbouw en Visserij, direktie VKA (drs C.C.J.M. v.d. Meijs, H.J. Mol en drs D.G. Kloet).
- Hoofdinspekteur van de Volksgezondheid, belast met het toezicht en keuring van waren.
- Dr P. Anema, Reg. Insp. West.
- Mr. G.H. Schipper, Direktie Voedings- en Veterinaire aangelegenheden en Produktveiligheid.
- Ir A.J. Pieters, plv. Hoofdinspekteur.
- Drs L.J. Schuddeboom, Inspekteur i.a.h., hoofd.
- ir J. v.d. Kolk, Insp. i.a.d.
- Drs F.W. v.d. Kreek, Insp. i.a.d.
- Ir J.A. Jans, Zuivelcontrole-instituut, Leusden.
- Regionale Inspektoren Noord/Oost en Zuid (2x).
- Direktoren Keuringsdiensten van Waren (15x).
- Secr. College van Direktoren.
- Gezondheidsraad, Commissie Moedermelk (10x).
- Secr. van de Werkgroep Residuen in Voedingsmiddelen.
- Secr. van de Werkgroep "Mens en Voeding".
- Leden van de Werkgroep "Ontwikkeling en Verbetering van Residu-analysemethoden" (6x).
- RIVO, IJmuiden.
- Dr D. de Waard, NIZO Ede.
- Hoofdinspektie van de Volksgezondheid, belast met het toezicht op de hygiëne van het milieu.
- Plantenziektenkundige Dienst, Wageningen.
- Landbouwhogeschool Wageningen (prof. J.H. Koeman en prof. W. Pilnik).
- Redaktie "De Ware(n)-Chemicus".

### 1. Samenvatting

De chloorbifenylobesmetting in de volledige zuigelingenvoedingen ligt in de meeste gevallen in de orde van de detectiegrens van 0,1 resp. 0,2 µg/kg op produkt (poeder) en is te relateren aan de verwerkte hoeveelheid dierlijk vet. Maximaal 1,1 µg/kg chloorbifenylnyl werd gemeten. Via plantaardig vet is er niet of nauwelijks spraken van een PCB besmetting.

Uit het aan deze monsters uitgevoerde vergelijkend onderzoek uitgevoerd door de Keuringsdienst van Waren Utrecht en het RIKILT, is gebleken dat beide instituten bij toepassing van de verzepingsmethode tot vergelijkbare resultaten komen.

### 2. Inleiding

Binnen de Gezondheidsraad bestond gezien de negatieve publiciteit m.b.t. PCB's in moedermelk de behoefte om in volledige zuigelingenvoeding na te laten gaan hoe de PCB contaminatie was. Volledige zuigelingenvoeding wordt toegepast ter vervanging van de moedermelk gedurende de eerste vier maanden na de geboorte.

Via verschillende kanalen werd onderzocht in hoeverre de Keuringsdienst van Waren (KvW) Utrecht en het RIKILT onderzoek zouden kunnen verrichten.

Mede gezien de problemen die gerezen waren na het verschijnen van het KvW Utrecht rapport IR 48/85/R121, waarin ten opzichte van andere laboratoria afwijkende chloorbifenylnyl-identifikaties en -gehalten werden gerapporteerd, was er bij beide instituten de behoefte om een vergelijkend onderzoek uit te voeren. Besloten werd om op de zuigelingenvoedingen de in de regeling normen PCB's (Warenwet) gepubliceerde verzepingsmethode (Ned. Staatscourant nr. 239, 6 december 1984) toe te passen, waarbij geprobeerd werd een detectiegrens van 0,1 µg/kg op produkt te bereiken. Weliswaar is bovengenoemde methode hiervoor in eerste instantie niet bedoeld, maar met enkele modifikaties wel toepasbaar voor dit onderzoek.

### 3. Monstermateriaal

Op de Nederlandse markt worden door een 4-tal producenten volledige zuigelingenvoedingen aangeboden. Via het Zuivelcontrole-instituut te Leusden werd van elk produkt een monster uit de markt genomen en

en ingestuurd voor onderzoek naar het RIKILT. Na homogeniseren werden een 2-tal submonsters samengesteld resp. voor de KvW Utrecht en RIKILT onderzoek.

#### 4. Analysemethode

De monsters werden geanalyseerd volgens het volgende principe. Na extractie van het vet en verzeeping met alcoholische loog werden de reactieproducten opgenomen in pentaan. Na uitwassen met water, drogen over natriumsulfaat en vervolgens indampen van de pentaanfase volgde een cleanup over aluminiumoxide, waarna de chloorbifenylen gaschromatografisch bepaald werden met een capillaire kolom en electron capture detectie.

Voor de extractie van het vet werd na reconstitutie van het poeder tot melk, de methode beschreven in het Pesticide Analytical Manual, section 211.13 van de Food and Drug Administration toegepast.

Om in de verzeepingsprocedure conform de regeling normen PCB's (Warenwet) de gewenste detectiegrens te kunnen bereiken werd al het te gebruiken glaswerk intensief gereinigd om achtergrond interferenties zoveel mogelijk te elimineren. In plaats van 2 g vet werd uitgegaan van 5 g vet en werd een schaalvergroting in de methode toegepast.

In verband met negatieve pieken in het gaschromatogram werd een aliquot van het eindextract behandeld met geconcentreerd zwavelzuur om deze te elimineren.

De detectiegrens van de methode lag in de orde van 0,2 µg/kg produkt voor de lagere chloorbifenylen 28, 52 en 101 en in de orde van 0,1 µg/kg produkt voor de hogere chloorbifenylen 118, 138, 153 en 180. De recovery van chloorbifenylen toegevoegd aan een volledige zuigelingenvoeding op het 10 µg/kg niveau, bedroeg 82 tot 93%.

De methode is uitvoerig in bijlage 1 beschreven.

#### 5. Resultaten/discussie

De individuele chloorbifenyolgehalten in de volledige zuigelingenvoedingen verkregen door laboratorium 1 (RIKILT) en 2 (KvW Utrecht) alsmede het door de producent op het etiket vermelde vetgehalte cq. samenstelling zijn gegeven in tabel 1. De chloorbifenylnresultaten werden niet gecorrigeerd voor de blanco resp. recovery en werden verkregen op een glazen capillaire kolom (CP Sil 7). De verkregen resultaten werden op het RIKILT geconfirmeerd op een CP Sil 5 kolom en bij de KvW Utrecht op een SE 52 kolom.



Tabel 1. Resultaten vergelijkend onderzoek in volledige zuigelingenvoedingen ( $\mu\text{g/kg}$  op produkt)

| Monster<br>nummer | Vetgehalte (%) |        | CB 28 |       | CB 52 |       | CB 101 |       | CB 118 |       | CB 153 |       | CB 138 |       | CB 180 |       |
|-------------------|----------------|--------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|
|                   | plant.         | dierl. | lab 1 | lab 2 | lab 1 | lab 2 | lab 1  | lab 2 | lab 1  | lab 2 | lab 1  | lab 2 | lab 1  | lab 2 | lab 1  | lab 2 |
| 5/4/              |                |        |       |       |       |       |        |       |        |       |        |       |        |       |        |       |
| 577               | 25,5           | 2,8    | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 |
| 578               | 25,5           | 2,8    | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | 0,1    | < 0,1 | 0,3    | 0,2   | 0,2    | 0,1   | 0,1    | 0,1   |
| 579               | 25,5           | 2,8    | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | 0,1    | < 0,1 | 0,2    | 0,2   | 0,2    | 0,1   | 0,1    | 0,1   |
| 580               | 28,3           | *)     | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 |
| 581               | 23,3           | 2,6    | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | < 0,1  | < 0,1 | 0,1    | 0,2   | 0,1    | 0,2   | 0,1    | 0,2   |
| 582               | 23,3           | 2,6    | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | 0,1    | < 0,1 | 0,2    | 0,2   | 0,2    | 0,2   | 0,1    | 0,2   |
| 583               | 27,4           | *)     | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 |
| 584               | 27,6           | *)     | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 |
| 585               | 27,6           | *)     | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 | < 0,1  | < 0,1 |
| 586               | 27,0           | *)     | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | < 0,1  | 0,1   | 0,2    | 0,2   | 0,2    | 0,1   | 0,1    | 0,1   |
| 587               | 3,5            | 17,6   | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2 | < 0,2  | < 0,2 | 0,5    | 0,6   | 1,1    | 1,0   | 0,8    | 0,6   | 0,5    | 0,6   |

\*) = niet vermeld door de producent.

Bij bovenstaande resultaten moet bedacht worden dat ondanks alle voorzorgsmaatregelen in de blanco interferenties optraden op de retentietijd van de chloorbifenylen. Uitgedrukt op het produkt betekenden deze interferenties ca.  $0,05 \mu\text{g/kg}$ . Met uitzondering van monsternummer 5/4/587 werd dus in de monsters op detectiegrensniveau gemeten.

Er is in alle gevallen sprake van een zeer goede overeenkomst tussen de resultaten van de KvW Utrecht en het RIKILT.

Uit de gemeten resultaten blijkt dat alleen in die monsters waarin dierlijk vet is verwerkt chloorbifenylen aangetoond kunnen worden. Via plantaardig vet is er niet of nauwelijks sprake van een PCB besmetting. De chloorbifenylobesmetting in de monsters met een laag dierlijk vetgehalte (ca. 3%) ligt een faktor 5 lager dan de chloorbesmetting in het monster met het hoogste dierlijk vetgehalte (ca. 18%) (monsternummer 5/4/587).

Onder aanname dat het chloorbifenyolgehalte in monster 5/4/587 volledig wordt veroorzaakt door de verwerkte hoeveelheid (dierlijk)vet, kunnen de gemeten chloorbifenyolgehalten in de volledige zuigelingenvoeding uitgedrukt worden op vetbasis.

De gehalten voor de hoger gechlloreerde bifenylen bedragen op vetbasis gemiddeld resp.  $3 \mu\text{g/kg}$  voor CB 118,  $6 \mu\text{g/kg}$  voor CB 153,  $4 \mu\text{g/kg}$  voor CB 138 en  $3 \mu\text{g/kg}$  voor CB 180. Deze resultaten zijn in overeenstemming met chloorbifenyolgehalten die in melkvet worden gemeten door het Zuivelcontrole-instituut te Leusden.

INTERN ANALYSEVOORSCHRIFT NR. A 432

1e oplage (1985-11-14)

VOLLEDIGE ZUIGELINGENVOEDING - BEPALING VAN ENKELE AFZONDERLIJKE  
CHLOORBIFENYLEN - CAPILLAIRE GASCHROMATOGRAFIE, ELECTRON CAPTURE  
DETECTIE

INTERN ANALYSEVOORSCHRIFT NR. A 432

1e oplage (1985-11-14)

Volledige zuigelingenvoeding - Bepaling van enkele afzonderlijke chloorbifenylen - Capillaire gaschromatografie, electron capture detectie

---

1 Doel en toepasbaarheid

Het bepalen van de afzonderlijke chloorbifenylen 28 (2,4-4' trichloorbifenyl), 52 (2,5-2'5' tetrachloorbifenyl), 101 (2,4,5-2'5' pentachloorbifenyl), 118 (2,4,5-3'4' pentachloorbifenyl), 138 (2,3,4-2'4'5' hexachloorbifenyl), 153 (2,4,5-2'4'5' hexachloorbifenyl) en 180 (2,3,4,5-2'4'5' heptachloorbifenyl) in volledige zuigelingenvoedingen. De methode is in het melkpoeder toepasbaar tot een niveau van 0,1-0,2 µg/kg.

De recovery op het 10 µg/kg niveau bedraagt meer dan 80%.

2 Principe

Na extractie van het vet en verzeping met alcoholische loog worden de reactieprodukten opgenomen in pentaan. Na uitwassen met water, drogen over natriumsulfaat en vervolgens indampen van de pentaanfase volgt er een clean-up over aluminiumoxide waarna de chloorbifenylen bepaald kunnen worden m.b.v. een gaschromatograaf uitgerust met een capillaire kolom en een electron-capture detector.

3 Reagentia

De gebruikte reagentia moeten van een zodanige kwaliteit zijn dat bij een blancobepaling volgens dit voorschrift geen interferenties optreden met de te bepalen componenten.

3.1 Natriumoxalaat, p.a.

3.2 Ethanol, p.a.

3.3 Diethylether, p.a.

3.4 Petroleum-ether, p.a. (kooktrajekt 40-60°C), gedestilleerd.

3.5 Natriumchloride, p.a.

3.6 Natriumsulfaat, p.a. (verhit gedurende één nacht bij 150°C).

3.7 Kaliumhydroxide (KOH), p.a.

3.8 Alcoholische loog.

Los 35 gr. KOH op in 20 ml gedemineraliseerd water en vul met ethanol aan tot 1000 ml.

Maak voor elke serie te verzepen monsters een verse oplossing.

3.9 Pentaan, gedestilleerd.

3.10 Aluminiumoxide basisch (Woelm) aktiviteit 1.

Desaktiveer de aluminiumoxide met 5% water (w/w) (zie opm. 8.1).

3.11 Iso-octaan, p.a.

3.12 Kwartswol, minimaal 24 uur uitgestookt bij 135°C in een droogstoof ter verwijdering van E.C.-storende bestanddelen.

3.13 Interne standaardoplossing A.

4-chloorbifenyyl (4-PCB) en hexabroombenzeen (HBB) concentraties resp. 2 en 0,2 µg/ml in iso-octaan.

3.14 Interne standaardoplossing B.

Dichloorbenzylether-tetradecaan (DCBE-C14) 0,5 µg/ml in iso-octaan.

3.15 Basisoplossing afzonderlijke chloorbifenylen in iso-octaan.



PCB    structuur  
nr.

|     |                |                     |
|-----|----------------|---------------------|
| 28  | 2,4-4'         | trichloorbifenyyl   |
| 52  | 2,5-2'5'       | tetrachloorbifenyyl |
| 101 | 2,4,5-2'5'     | pentachloorbifenyyl |
| 118 | 2,4,5-3'4'     | pentachloorbifenyyl |
| 138 | 2,3,4-2'4'5'   | hexachloorbifenyyl  |
| 153 | 2,4,5-2'4'5'   | hexachloorbifenyyl  |
| 180 | 2,3,4,5-2'4'5' | heptachloorbifenyyl |

concentratie 0,05 µg/ml in iso-octaan per component.

3.16 Werkoplossing chloorbifenylen met interne standaarden.

Verdun 2,0 ml basisoplossing afzonderlijke chloorbifenylen (3.15), 2,0 ml interne standaardoplossing A, 1,0 ml interne standaardoplossing B en 2,0 ml pentaan tot 10,0 ml met iso-octaan.

Deze oplossing is geschikt voor injectie in de gaschromatograaf onder de gegeven werkomstandigheden.

3.17 Water gedemineraliseerd. In het voorschrift aangeduid met water. Indien andere kwaliteit water gebruikt moet worden dan staat dit uitdrukkelijk aangegeven.

3.18 Biotex oplossing.

Los ca. 5 g op in 1 liter water.

3.19 Zwavelzuur 96%.

#### 4 Apparatuur

4.1 Waterbad.

4.2 Chromatografiebuizen, inwendige diameter 0,65 - 0,70 cm, voorzien van een vloeistofreservoir.

4.3 Centrifuge.

#### 4.4 Roterende verdamper.

#### 4.5 Kontes tubeheater.

#### 4.6 Gaschromatograaf b.v. Tracor 550 bestaande uit een "splitless" injectiesysteem en een $\text{Ni}^{63}$ EC-detector.

De geadviseerde instellingen van de parameters zijn onderling afhankelijk, de gebruiker dient steeds te overwegen of en zo ja welke parameters aangepast dienen te worden.

##### Temperatuur-instellingen:

Injektor : 240°C

Detektor : 300°C

Temperatuurprogramma: 4 min 100°C-10°C/min-220°C.

##### Gas-instelling:

Draaggas : Helium

Lineaire gassnelheid : 30 cm/s

"Make up" argon/methaan: 40 ml/min.

##### Kolom

Fase : CP Sil 7 (bevestiging op apolaire kolom, b.v. CP Sil 5)

Laagdikte : 0,4  $\mu\text{m}$

Lengte : ca. 25 m

Inwendige diameter: ca. 0,25 mm.

#### 5 Werkwijze

Al het glaswerk dient voor gebruik grondig gespoeld te worden met achtereenvolgens water, alcohol, ether en pentaan. Dit om een eventuele chloorbifenyyl-contaminatie te voorkomen. Glaswerk dat sterk besmet is geweest met chloorbifenylen wordt eerst gespoeld met een Biotex-oplossing. Gebruik bij filtreren alleen kwartswol en geen papieren filters, daar deze chloorbifenylen kunnen bevatten.

Voer bij elke serie monsters de volgende controlebepalingen uit:

- 1) Blanco bepaling.
- 2) Recovery van de chloorbifeny1 standaardoplossing toegevoegd aan een monster.

### 5.1 Vetextraktie

Weeg 50,0 gram melkpoeder af in een 500ml monsterfles voorzien van een maatverdeling. Voeg tot een volume van 200 ml water toe en verwarm tot 40-50°C. Schud tot een homogene oplossing is verkregen. Voeg toe 2 g natriumoxalaat en 100 ml ethanol. Meng. Voeg 50 ml ether toe en schud krachtig; voeg daarna 50 ml petroleumether toe en schud krachtig. Verdeel de oplossing over twee centrifugebuizen van 250 ml. Centrifugeer ca. 15 min bij 2000 g. Breng de vloeistoflaag van beide centrifugebuizen over een in scheitrechter van 1 l waarin al 250 ml water en 25 ml verzadigde natriumchloride-oplossing aanwezig is. Meng zeer voorzichtig en verwijder via scheiding de onderstaande vloeistoflaag. Was de achterblijvende etherfraktie tweemaal met 50 ml water. Laat de waterlaag af. Filtreer de etherlaag over natriumsulfaat. Damp het filtraat bij een temperatuur van 40°C onder licht vacuum aan een roterende verdamper droog. Weeg 5,0 g vet af in een wijdmondse platbodempkolf van 100 ml en verzeep volgens 5.2.

### 5.2 Verzeepen

Voeg aan het monster 1,0 ml interne standaardoplossing A en 50 ml alcoholische loog toe. Plaats een koeler op de kolf. Verzeep bij een temperatuur van 70°C in de kolf onder af en toe omzwenken gedurende 45 min. Voeg na het verzeepen enkele druppels water toe en meng. Is de oplossing nu niet helder, dan moet de verzeeping nog enige tijd worden voortgezet. Koel het mengsel af, breng het met 60 ml pentaan over in een scheitrechter van 250 ml. Voeg 40 ml water toe en schud ca. 30 s. Isoleer de waterfase, breng de pentaanfase over in een erlenmeyer, breng de waterfase opnieuw in de scheitrechter, nu met 25 ml pentaan, en schud wederom ca. 30 s. Herhaal dit alles nog tweemaal met 25 ml pentaan. Breng de verzamelde pentaanfracties over in de lege scheitrechter.

Voeg 10 ml leidingwater toe. Laat de fasen scheiden. Verwerp de waterfase. Voeg 20 ml water toe en schud ca. 30 s. Verwerp de waterfase.



Herhaal dit minstens driemaal. Controleer de pH van de laatste te verwerpen waterfase door hieraan enige druppels fenolftaleïne toe te voegen. Kleurt de waterfase rose, schud dan de pentaanfase opnieuw uit met 20 ml water en controleer opnieuw de pH van de waterfase. Kleurt de waterfase na toevoeging van fenolftaleïne niet meer rose, filtreer dan de pentaanfase over natriumsulfaat. Damp het verkregen extract aan de roterende verdamper bij een temperatuur van 30°C onder licht vacuum in tot ca. 2 ml.

### 5.3 Clean-up

Vul een chromatografiebuis waarin zich een propje kwartswol bevindt met 2,0 g gedesactiveerde aluminiumoxide 5% H<sub>2</sub>O, elueer met 5 ml pentaan en verwerp deze fractie. Plaats een gecalibreerde Kontes tubeheater buis onder de kolom, breng het extract (2 ml) op de kolom en spoel kwantitatief over met resp. 2 en 8 ml pentaan en breng deze telkens op de kolom als het vloeistoffront de bovenzijde van de aluminiumoxide juist bereikt heeft.

Damp het eluaat in tot ca. 1 ml in de Kontes tubeheater.

Voeg 0,5 ml van interne standaardoplossing B (3.15) toe en vul aan met iso-octaan tot 5,0 ml.

### 5.4 Blanco + Recoverybepaling

5.4.1 Volg voor een blanco bepaling dit voorschrift (vanaf 5.1). Controleer indien nodig alle gebruikte chemicaliën afzonderlijk.

5.4.2 Recovery van toegevoegd aan een monster.

Volg het voorschrift vanaf 5.2. Voeg aan het monster 1,0 ml basisoplossing chloorbifenylen (3.15) en 1,0 ml interne standaardoplossing A en 50 ml alcoholische loog toe. Volg daarna de methode als beschreven vanaf: Plaats een koeler enz.

## 6 Gaschromatografie

De gaschromatografische bepaling geschiedt m.b.v. een capillaire kolom waarbij 5,0 ul splitloos geïnjecteerd wordt op een "koude" kolom, waardoor de te scheiden componenten condenseren in een smalle plug.



Na enige tijd (3 min) wordt de splitter geopend om eventueel op het septum en aan de binnenzijde van het glazen injectiestuk geadsorbeerde hoogkokende verbindingen (resten "vet" e.d.) af te blazen.

Na 4 minuten wordt de oventemperatuur snel op zijn optimale waarde gebracht om de te analyseren componenten te chromatograferen.

Indien in het chromatogram veel negatieve pieken voorkomen op de retentietijd van de te meten chloorbifenylen is een extra reiniging van het extrakt noodzakelijk om deze interferenties te elimineren. De werkwijze is als volgt. Breng in een maatscilinder van 5 ml 2 ml extrakt en 1 ml 96% zwavelzuur en schud zeer krachtig gedurende ca. 1 min. Injekteer na scheiding van de vloeistoflagen 5 µl uit de bovenstaande vloeistof.

## 7. Identificatie en berekening

### 7.1 Identificatie

Identificeer de in een chromatogram van een monster waargenomen pieken aan de hand van de relatieve retentietijden ten opzichte van de interne standaarden. Bereken voor de snelst chromatograferende componenten de relatieve retentietijd berekend ten opzichte van 4-PCB en voor de overige ten opzichte van HBB. Bij een positieve identificatie wordt de concentratie van een component in het monster berekend zonder correctie voor de recovery.

$$\text{Formule: } \frac{4\text{-PCB m}}{\text{HBB m}} \times \frac{\text{HBB st}}{4\text{-PCB st}} \times 100\% (\%)$$

4-PCB m = piekhoogte 4-PCB in het monster (mm)

HBB m = piekhoogte HBB in het monster (mm)

4-PCB st = piekhoogte 4-PCB in de standaard (mm)

HBB st = piekhoogte HBB in de standaard (mm)

De verhouding tussen 4-PCB en HBB dient in elk monster groter te zijn dan 80%, zo niet dan zijn er verliezen aan 4-PCB (de vluchtigste interne standaard) bij het indampen opgetreden. In dat geval dienen de analyses opnieuw uitgevoerd te worden.

### 7.3 Berekening (opm. 8.2)

Bij een positieve identificatie wordt de concentratie in het monster berekend door vergelijken van de piekhoogte van het monster met die van de standaard.

#### Formule:

$$\frac{H_m}{H_{st}} \times \frac{M_{st}}{D_m} \times \frac{C_{st}}{f} \times \frac{V_m}{G_m} \quad (\text{mg/kg})$$

$H_m$  = piekhoogte chloorbifenylylcomponent in monster (mm)

$H_{st}$  = piekhoogte chloorbifenylylcomponent in standaard (mm)

$D_{st}$  = piekhoogte methoxychloor in standaard (mm)

$D_m$  = piekhoogte methoxychloor in monster (mm)

$C_{st}$  = concentratie chloorbifenylylcomponent in basisoplossing (= 0,05 µg/ml)

$f$  = verdunningsfaktor standaard (= 5)

$V_m$  = volume monsterextract (= 5 ml)

$G_m$  = aantal g monster in eindextract (= 5 g).

### 8 Opmerkingen

8.1 Bij de verzeping blijven de chloorbifenylen, HCB, Dieldrin, Endrin en pp'-DDE onveranderd; pp'-DDT wordt omgezet in pp'-DDE; pp'-TDE in zijn olefine, de HCH's en β-Heptachloorepoxide worden omgezet in verbindingen die de bepaling van de chloorbifenylen niet stoort. Clean-up van extracten over aluminiumoxide gedesactiveerd met 5% water met 10 ml pentaan geeft in het eluaat de chloorbifenylen, HCB, pp'-DDE en de olefine van pp'-TDE. Dieldrin en endrin blijven achter op de kolom. (Alvorens een nieuwe batch aluminiumoxide in gebruik genomen wordt, dient deze gecontroleerd te worden op een selectieve elutie.)

Onder de omstandigheden beschreven onder 5.3 mag in het eluaat geen dieldrin aanwezig zijn en moet de elutie van het chloorbifenylyl mengsel volledig zijn.

HCB, pp'-DDE en de olefine van pp'-TDE storen de chloorbifenylyl bepaling niet.

8.2 Correctie van de piekhoogte is mogelijk m.b.v. de interne standaard DCBE C14 doordat er zowel in de monsters als in de standaardoplossing gelijke concentraties aanwezig zijn.