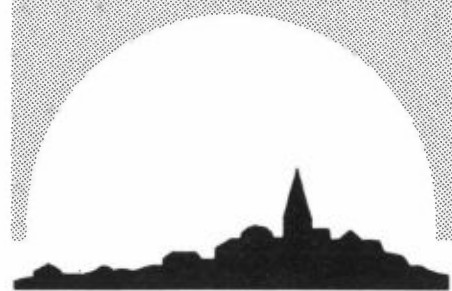


NILU TR: 14/88

NILU TR : 14/88
REFERANSE: E-8808
DATO : SEPTEMBER 1988
ISBN : 82-7247-984-2

KONTROLL AV BLINDVERDIER FOR
OPPARBEIDELSE AV BIOLOGISKE
DIOKSINPRØVER

S. Manø



NILU

NORSK INSTITUTT FOR LUFTFORSKNING
Norwegian Institute For Air Research
POSTBOKS 64 — N-2001 LILLESTRØM — NORWAY

SAMMENDRAG

Blindverdi ble testet på to kolonneoppsatser som brukes til opparbeidelse av biologiske dioksinprøver. Blindverdiene var tilfredsstillende.

INNHOLD

	Side
SAMMENDRAG	1
1 HENSIKT	3
2 UTFØRELSE	3
3 RESULTATER	4
4 KONKLUSJON	4

KONTROLL AV BLINDVERDIER FOR OPPARBEIDELSE AV BIOLOGISKE DIOKSINPRØVER

1 HENSIKT

NILUs oppsats for rensing av biologiske dioksinprøver består av 3 væskerkromatografikolonner som er koblet i serie ved hjelp av teflonslanger. Prøven blandes med pakkematerialet i den første kolonnen og 700 ml metylenklorid/sykloheksan (1:1) tilsettes som eluent.

Dioksiner fra prøven passerer gjennom kolonne 1 og 2 og følger med løsningsmiddelet til kolonne nr. 3 hvor de holdes tilbake. Polare stoffer, som kan gi interferensproblemer ved GC/MS-analysen, blir sittende igjen på pakkematerialet i kolonne nr. 1 og 2. En oppnår dermed å fjerne uønskede stoffer fra råekstraktet. Dioksinene elueres deretter fra kolonne nr. 3 med toluen. Kolonne nr. 1 og 2 pakkes med ny adsorbent (silica) for hver prøve. Kolonne nr. 3 brukes derimot mange ganger og kan få såkalt "memoryeffekt" fra tidligere prøver. Foruten kolonne nr. 3 bør også blindverdi for teflonslanger og glassvegger som er i kontakt med prøven kontrolleres før en ny prøveserie. Se FOG 1/86 for nærmere beskrivelse av metode og utstyr.

2 UTFØRELSE

Oppsats nr 1 og 2 ble tilsatt en blanding av ^{13}C -merkete polyklorerte dibenzodioksiner (PCDD) og polyklorerte dibenzofuraner (PCDF). Blandingen inneholdt konsentrasjoner som med en tenkt prøvemengde på 50 g ville gitt en konsentrasjon i prøven på 4-16 pg/g (ppt) for oppsats nr 1 og 2-8 pg/g for oppsats nr 2. Se tabell 1 for enkeltkonsentrasjoner. Etter opparbeidelse som for reelle biologiske prøver ble blindverdiene målt med GC/MS.

3 RESULTATER

Gjenvinningen av ^{13}C -standardene var 78-112% (tabell 2). Dette regnes som god gjenvinning ved rapportering av reelle prøver.

Blindverdiene økte med kloreringsgrad for både PCDD og PCDF. Blindverdiene for PCDF var høyere enn for PCDD. Dette er et problem som også andre har observert, og som er mest merkbart for hepta- og okta-klorforbindelsene.

TCDD-ekvivalenter for hver av prøvene ble beregnet etter den nordiske modellen. Blindverdiene ble hhv. 0.06 og 0.04 TCDD-ekvivalenter for oppsats 1 og 2. Dette er lavere enn 10% av nivået vi har funnet i torsk fra Nevlunghamn ("bakgrunnsområde" for Frierfjorden) og er tilfredsstillende for våre formål.

4 KONKLUSJON

Blindverdier for oppsats nr 1 og 2 er tilfredsstillende.

Tabell 1: Mengder intern standard tilsatt for kontroll av blindverdi.

Komponent	Oppsats 1 pg/g		Oppsats 2 pg/g	
Antall g/prøve antatt	50		50	
2378-tetra-CDF	4.0		2.0	
Σ tetra-CDF				
12378/12348-penta-CDF	4.0		2.0	
23478-penta-CDF				
Σ penta-CDF				
123478/123479-hexa-CDF	8.0		4.0	
123678-hexa-CDF				
123789-hexa-CDF				
234678-hexa-CDF				
Σ hexa-CDF				
1234678-hepta-CDF	12.0		6.0	
Σ hepta-CDF				
Octa-CDF				
Σ total				
2378-tetra-CDD	4.0		2.0	
Σ tetra CDD				
12378-penta-CDD	6.4		3.2	
Σ penta CDD				
123478-hexa-CDD				
123678-hexa-CDD	9.6		4.8	
123789-hexa-CDD				
Σ hexa-CDD				
1234678-hepta-CDD	14.4		7.2	
Σ hepta-CDD				
Octa-CDD	16.0		8.0	
Σ total				
2378-TCDD-ekvivalenter*				

* Nordisk modell.

G : Gjenvinning av de tilsatte ¹³ C-merkete standarder.

I.p.: Ikke påvist, deteksjonsgrense ved signal/støyforhold < 3:1.

Tabell 2: Blindverdier for ^{12}C -komponenter og gjenvinning av ^{13}C -merket intern standard.

Komponent	Oppsats 1		Oppsats 2	
	pg/g	G	pg/g	G
50 g/prøve				
2378-tetra-CDF	0.024	78	0.044	107
Σ tetra-CDF				
12378/12348-penta-CDF	0.044	86	0.011	104
23478-penta-CDF	0.031		0.027	
Σ penta-CDF				
123478/123479-hexa-CDF	0.043	95	0.073	105
123678-hexa-CDF	0.079		0.13	
123789-hexa-CDF	I.p.		I.p.	
234678-hexa-CDF	0.055		0.088	
Σ hexa-CDF				
1234678-hepta-CDF	0.14	86	0.24	96
Σ hepta-CDF				
Octa-CDF	1.2		2.07	
Σ total				
2378-tetra-CDD	I.p.	112	I.p.	109
Σ tetra CDD				
12378-penta-CDD	0.022	89	I.p.	98
Σ penta CDD				
123478-hexa-CDD	0.012		I.p.	
123678-hexa-CDD	0.033	91	I.p.	111
123789-hexa-CDD	I.p.		I.p.	
Σ hexa-CDD				
1234678-hepta-CDD	0.083	86	0.14	96
Σ hepta-CDD				
Octa-CDD	0.33	80	0.59	83
Σ total				
2378-TCDD-ekvivalenter*	0.06		0.04	

* Nordisk modell.

G : Gjenvinning av de tilsatte ^{13}C -merkete standarder.

I.p.: Ikke påvist, deteksjonsgrense ved signal/støyforhold < 3:1.

NORSK INSTITUTT FOR LUFTFORSKNING (NILU)
 NORWEGIAN INSTITUTE FOR AIR RESEARCH
 POSTBOKS 64, N-2001 LILLESTRØM

RAPPORTTYPE TEKNISK RAPPORT	RAPPORTNR. TR 14/88	ISBN-82-7247-984-2	
DATO SEPTEMBER 1988	ANSV. SIGN. <i>J. Schjoldager</i>	ANT. SIDER 6	PRIS NOK 15.-
TITTEL Kontroll av blindverdier for opparbeidelse av biologiske dioksinprøver.		PROSJEKTLEDER M. Oehme	
		NILU PROSJEKT NR. E-8808	
FORFATTER(E) S. Manø		TILGJENGELIGHET A	
		OPPDRAGSGIVERS REF.	
OPPDRAGSGIVER (NAVN OG ADRESSE) Norsk institutt for luftforskning (NILU) Postboks 64 2001 Lillestrøm			
3 STIKKORD (å maks. 20 anslag) Dioksinanalyse Væskekromatografi Kvalitetskontroll			
REFERAT (maks. 300 anslag, 7 linjer) Blindverdi ble testet på to kolonneoppsatser som brukes til opparbeidelse av biologiske dioksinprøver. Blindverdiene var tilfredsstillende.			

TITLE Control of blank values from clean up of biological dioxin samples.
ABSTRACT (max. 300 characters, 7 lines) Blank values were tested on two liquid chromatography column setups. The blank values were satisfactory.

* Kategorier: Åpen - kan bestilles fra NILU A
 Må bestilles gjennom oppdragsgiver B
 Kan ikke utleveres C