

NILU
TEKNISK NOTAT NR 14/75
REF: IO-0-35.72
DATO: OKTOBER 1975

PCB-FORUNDERSØKELSE
EN OVERSIKT OVER METODER FOR PRØVETAKING
OG ANALYSE AV PCB I LUFT OG NEDBØR

AV

K. E. THRANE

NORSK INSTITUTT FOR LUFTFORSKNING
POSTBOKS 115, 2007 KJELLER
NORGE

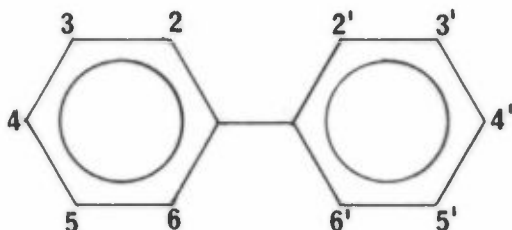
PCB-FORUNDERSØKELSE 03572

EN OVERSIKT OVER METODER FOR PRØVETAKING OG ANALYSE AV PCB
I LUFT OG NEDBØR

1. BESKRIVELSE AV PCB
2. EGENSKAPER OG ANVENDELSE
3. FOREKOMST I NATUREN
4. VIRKNING AV PCB
5. METODER FOR BESTEMMELSE AV PCB
 - A. PRØVETAKING
 - B. FORBEHANDLING
 - C. KVANTIFISERING OG IDENTIFISERING AV PCB
 - D. LITTERATURLISTE

1 BESKRIVELSE AV POLYKLORETERTE BIFENYLER, PCB

PCB har følgende strukturformel:



Molekylet kan inneholde inntil ti kloratomer og dette gir 209 teoretisk mulige forbindelser.

Handelsproduktene er enten klare, viskøse væsker eller krystallinske stoffer, og består av blandinger av forskjellige PCB'er. En liste over produsenter og handelsnavn foreligger i (7). Klorinnholdet er som regel angitt i %. Viskositeten øker med økende klorinnhold.

2 EGENSKAPER OG ANVENDELSE AV PCB

Polykloreterte bifenyler, PCB, har vært fremstillet siden 1920 (1).

PCB er meget anvenbar på grunn av sine kjemiske og fysiske egenskaper. Det er ikke brennbart, har lavt damptrykk og høy dielektrisitetskonstant. PCB brytes langsomt ned og er av de mest bestandige organiske forbindelser en kjenner til. Prisen på PCB er lav.

PCB anvendes til følgende:

1. Isolasjonsmateriale i kondensatorer og transformatorer.
2. Varmevekslere. Til dette brukes tri- og tetrakloreterte bifenyler.
3. I hydrauliske systemer blandet med fosforsyre eller ftalsyreestere.
4. Skjæreolje ved kutting av metall.
5. I vakuumpumper.
6. Mykner i maling, lakk, lim og fugemasse.
7. I stempelputer, blåpapir og annet kopieringspapir.

3 FOREKOMST I NATUREN

Forekomsten av PCB i naturen ble ikke oppdaget før i 1966 (1). Det har siden vist seg at PCB er meget utbredt og kan påvises i vevsprøver fra en rekke forskjellige dyrearter. På grunn av PCB's bestandighet vil de akkumulere i næringskjeden, og de høyeste konsentrasjoner av PCB har en funnet i vev fra rovdyr. Det foreligger analyseresultater av PCB fra alle ledd i økologikjeden.

Spredningen av PCB i luft, nedbør og vann er ikke kartlagt. En kjenner lite til transport og utvasking av PCB og hvilken betydning dette har for innholdet av PCB i jord, vann og hav (22, 24). I Sverige har en studert transport og belastning av PCB og DDT (10, 39), og i Norge har en analysert snøprøver med hensyn på PCB (9). Det kan se ut som PCB har stor affinitet til partikler og transporteres med disse (16, 39). Med hensyn til pestisider er det gjort flere undersøkelser av transport og belastning (12, 13, 14, 15, 17, 18).

PCB konsentrasjonen i luft over Nord-Atlanteren varierer fra 0,05 ng/m³ til 5,3 ng/m³ oppgitt som Aroclor 1254 (11). Konsentrasjonen i luften er omvendt proporsjonal med avstanden fra industrielle kilder.

Analyse av regnprøver fra Scotland viser et nivå på 20 - 40 ng PCB/liter (2), og disse konsentrasjoner er høyere enn de en fant i elvevann fra det samme området. Denne undersøkelsen indikerer at PCB transporteres med luften over lange strekninger (2).

4 VIRKNING AV PCB

Det er usikkert hvor giftig PCB kan være, men det er påvist høye konsentrasjoner i for eksempel døde sel som er funnet langs kysten av Storbritannia (2). En falkeart i Canada er bortimot utdødd fordi PCB virker som inhibitor på eggets skalldannelse.

Det har vært antydnet at det er de biprodukter som dannes ved produksjon av PCB som er årsak til forgiftningene, og ikke PCB selv.

Fordelingen av PCB i organismen har vært studert ved å fore dyr med mat tilsatt PCB merket med ^{14}C (3, 4), eller ved å analysere organer og vevsprøver fra dyr som har vært eksponert (6). PCB samles i fettvev og giftvirkningene kommer når dyret begynner å tære på denne reserven.

En oversikt over mulige effekter fra PCB finnes i litteraturen (5). Langtidsvirkning av PCB i de konsentrasjoner de nå foreligger i i naturen, bør ikke undervurderes.

5 METODER FOR BESTEMMELSE AV PCB

Arbeidet med prøvetaking og analyse av PCB i luft, vann eller biologisk materiale er meget tidkrevende og faller kostbart.

Innen OECD har det vært foretatt interkalibrering mellom de laboratorier som utfører analysene rutinemessig (2), og innen EF arbeides det for å bli enig om én prøvetakings- og analysemetode for disse forbindelser (8). For utarbeidelsen av forskriftene har de deltagende laboratorier delt oppgavene mellom seg slik at hvert laboratorium har fått arbeide med det felt som de er best kvalifisert for.

Mesteparten av de undersøkelser som er gjort med hensyn på PCB er basert på analyser av biologisk materiale. Det er gjort svært meget når det gjelder å bestemme PCB i alger, skalldyr, fisk, rovfugler og rovdyr. Det har i disse organismer skjedd en anriking av PCB, og konsentrasjonene er godt over påvisningsgrensen.

PCB i luft og nedbør foreligger i så små mengder at det er nødvendig med oppkonsentrering av prøven for å komme over påvisningsgrensen. Ved oppkonsentreringen har en lett for

å kontaminere prøven, og derfor setter denne del av analysen store krav til renheten av luften i rommet, kjemikalier og apparatur som benyttes.

PCB har mange egenskaper til felles med klorerte pestisider, og prøvetaking og analysemetoder er derfor like for begge typer forbindelser. Det kan være problemer med interferens fra f.eks. DDT ved analyse av PCB.

Det motsatte førte imidlertid til at PCB ble oppdaget som forurensningskomponent. Ved analyse av pestisider i vevsprøver ble det oppdaget topper i gasskromatogrammet som ikke lot seg identifisere som pestisider. Etter et omfattende analysearbeid kunne en fastslå at toppene skyldtes PCB i prøven (1).

5A Prøvetaking

Et av de største problemene ved undersøkelse av PCB og pestisider i luft, er tap av enkelte komponenter under prøvetakingen. Disse forbindelser foreligger delvis i gassfase og delvis i form av aerosoler, og en kvantitativ prøvetaking er derfor vanskelig.

På grunn av lave konsentrasjoner i luft er det nødvendig med et nokså stort luftvolum for å få samlet påvisbare mengder av PCB. Forsøk har vist at glassfiberfiltre ikke holder PCB tilbake når en pumper luften gjennom dem, og flere andre metoder har derfor vært prøvet ut.

Gassvaskeflasker med forskjellige absorpsjonsmedia som f.eks vann eller etylenglykol, samt en rekke filtertyper har vært testet med hensyn på effektiviteten (13). Etylenglykol anvendes ofte for prøvetaking av pestisider (19), og har vist seg å være brukbar for noen pestisider om ikke for alle. Hexylenglykol er også effektiv for prøvetaking av pestisider (14).

Ved å pumpe luft gjennom et absorpsjonsmedium kan volumet av prøven måles, og det er derved mulig å beregne konsentrasjonen av PCB i luften. Et annet mål for belastningen i et område får en ved å sette ut nett impregnert med et absorpsjonsmedium. En kan da regne ut belastningen pr kvadratmeter og tidsenhet. Nettet kan være av ståltråd, glassfiberduk eller nylon og impregneres med polyetylenglykol eller olje (10, 15, 16). En lar dette stå ute i felt i noen uker eller måneder. Denne metoden gir høyere resultater når nettene plasseres vertikalt enn når de står horisontalt (14).

Chromosorb 101 har vist seg å være meget effektivt for prøvetaking av klorerte hydrokarboner. Problemet er imidlertid å få et stort nok luftvolum gjennom dette filter innen et rimelig tidsrom (21).

En metode som er utviklet ved Syracuse University Research Corporation for prøvetaking av pestisider i luft vil også kunne brukes for PCB (20). Luften pumpes først gjennom et glassfiberfilter hvor partiklene holdes tilbake, og deretter gjennom et lag med glasskuler som på forhånd er impregnert med bomullsfrøolje. Pestisider og PCB, som har stor affinitet til fett, vil absorberes i bomullsfrøoljen. Systemet tillater store luftvolumer å passere pr tidsenhet.

For analyse av PCB i nedbørprøver eller vannprøver hentes prøvene inn i spann eller bøtter som er rengjort spesielt med hensyn på klorerte hydrokarboner.

5B Forbehandling

Alle de prøvetakingsmetoder som er nevnt etterfølges av ekstrahering med organiske løsningsmidler, og deretter følger kompliserte og tidkrevende separasjoner, rensing og oppkonsentreringer før selve analysen. Det hersker stor uenighet om prosedyren for forbehandlingen av prøvene (7). Alt glassutstyr, og alle kjemikalier som inngår i denne

forbehandlingen må renses omhyggelig på forhånd for å unngå kontaminering (2, 14, 23, 25).

Nedbørprøver eller vannprøver filtreres (25), og ekstraheres med et organisk løsningsmiddel (23).

Som ekstraksjonsmiddel for luft- og vannprøver brukes ofte hexan (11, 19, 20, 23), men benzen eller eter er også brukt (12, 13, 25). Biologisk prøvemateriale tørkes, homogeniseres med vannfritt Na_2SO_4 , og ekstraheres i eter eller petroleter (6, 27). En blanding av forskjellige løsningsmidler benyttes også (14, 24, 26, 28).

Ved ekstraksjonen er Soxhlet mye brukt (6, 14, 16), men ultrabad er kanskje å foretrekke fordi en da unngår å varme opp prøven (12). En oppvarming kan forårsake dekomponering eller omleiringer i molekylet. Ekstraheringen kan også foretas ved å ryste prøven med ekstraksjonsmidlet i en skilletrakt (11).

Etter ekstraksjonen er det nødvendig å oppkonsentrere PCB i prøven, og å fjerne interfererende forbindelser. Den organiske løsningen tørkes og dampes inn til et lite volum (11, 23, 26, 27). Inndamping ved lavt trykk og lav temperatur er anbefalt (14). Interfererende forbindelser kan enten hydrolyseres ved hjelp av alkali eller destrueres ved å behandle prøven med svovelsyre eller kromsyre (2, 16, 27, 29, 38). PCB påvirkes lite av alkali, kromsyre eller svovelsyre.

Dersom ikke-destruktive metoder foretrekkes kan en separere fra de interfererende forbindelsene ved væske- eller tynnsjikt-kromatografering (6, 9, 11, 14, 15, 19, 24, 28, 29). Den faste fase kan være enten silikagel, Al_2O_3 , Celite, Florisil eller blandinger av disse. Komponentene separeres etter deres polaritet. Hexan, heptan e.l. brukes som elueringsmiddel. Ikke-polare stoffer

som PCB og DDE elueres først. Et mer polart løsningsmiddel vil eluere DDT. Fettstoffer blir tilbake i kolonnen. Ulempene ved denne metoden er dårlig reproducerbarhet. Ved såkalt "gel-permeation" får en adskillig bedre reproducerbarhet. Molekylene separeres etter størrelse, og de store fettsyre-molekylene kommer gjennom først, deretter mindre molekyler som PCB, DDT o.l. (29).

Klorerte naftalener som brukes en del fordi de er stabile, flammeresistente og soppdrepende, har også spredt seg i naturen og vil interferere ved analysen av PCB. Disse forbindelsene separeres fra pestisider og PCB ved hjelp av væskrokromatografering på silikagel (30).

PCB og pestisider kan separeres etter samme metode som nevnt ovenfor (31), men i praksis har dette vist seg å være vanskelig å få til.

Væskrokromatografering er også brukt ved fraksjonering av de forskjellige PCB (33). Tynnsjiktrokromatografering av PCB har budt på mange problemer, men ved å bruke plater med kiselgur har en oppnådd gode resultater (32).

Etter at de interfererende forbindelser er fjernet, dampes prøven som regel inn før gaskrokromatograferingen (11, 19, 28).

5C Kvantifisering og identifisering av PCB

Kvantifisering av PCB og pestisider ved hjelp av gasskromatografering er komplisert og krever erfaring. Vanlige gasskromatografikolonner separerer ikke komponentene i PCB fra hverandre eller fra DDT, DDE, DDD og andre klorerte forbindelser. Det er derfor vanlig å analysere hver prøve på to eller flere kolonner med forskjellig polaritet.

Som regel vil en ved å bruke pakkede kolonner få 10-20 toppar på kromatogrammet, mens en vet at prøven inneholder minst 80 forskjellige komponenter.

For bestemmelse av totalt innhold av PCB kan prøven kloreres (29). Som kloreringsmiddel brukes $SbCl_5$ og en får dannet dekaklorbifenyl som ved gasskromatografering gir én topp. Standardprøvene behandles på samme måten.

I litteraturen finnes en lang rekke gasskromatografimetoder for PCB, og betingelsene for en del av disse er satt opp i tabell 1.

Identifisering av hver enkelt topp blir sjelden gjort. PCB kromatogrammet er meget komplisert (29). Som regel identifiserer man bare de største toppene og beregner innholdet av PCB i prøven ut fra disse. Massespektrometer eller mikro-coulometer benyttes til å identifisere toppene (29), men da hver topp kan inneholde isomere og små mengder homologer, er ikke metodene helt ut tilfredsstillende.

Ved rutineanalyser av PCB brukes utelukkende "electron capture" detektoren. Standardprøver som på forhånd er analysert ved hjelp av massespektrometer, injiseres mellom prøvene, og kromatogrammene sammenlignes.

Dersom en foretrekker å bruke indre standard kan en bruke Aldrin. Denne forbindelsen har bare en topp tidlig i kromatogrammet. Retensjonstiden regnes ut i forhold til denne toppen.

NMR er også brukt i forbindelse med identifikasjon av PCB (33).

Det foregår for tiden en rask utvikling når det gjelder prøvetakingsmetoder og analysemetoder av klorerte hydrokarboner i luft og nedbør. Selv om bruken av PCB nå er begrenset, er det av stor interesse å overvåke spredningen i naturen. Målinger av PCB over lengre tid vil også kunne si en om restriksjonene som er innført har noen virkning.

Gass		Temperatur °C				Kolonne		Detektor	Prøve volum	Litt.
Type	Flow ml/min	Injektor	Ovn	Detektor blokk	Det	Mater. Lengde	Stasjonær fase	Fast fase		
-	-	-	190°C	-	-	Glass 2m x 2mm	1:18% QF-1 og 2% OV-17	100/120 mesh Anakrom	⁶³ Ni	11
N ₂	60	225	200	-	275	Glass 2m x 4mm	1,5% OV-17, 1,95% QF-1	80/100 Supelcoport	⁶³ Ni	19
N ₂	46	225	180	-	275	" " "	5% OV-210	100/120 Gas Chrom Q	⁶³ Ni	"
N ₂	60	225	200	-	275	" " "	4% SE30, 6% QF1	80/100 Supelcoport	⁶³ Ni	"
N ₂	120	225	200	-	275	" " "	10% DC-200, 1,5% QF-1	80/100 Gas Chrom Q	⁶³ Ni	"
N ₂	30	220	DDT 2 min ~190°C	-	205		4% SF 96	80/100 Chromosorb W HMDS	E.C.	10 µl
N ₂	30	220	~190°C	-	205		8% QF1	" "	E.C.	10 µl
N ₂	40	-	200-230	-	-	2m x 1/8"	3% SE30	80/100 Chromosorb W	⁶³ Ni	1 µl
N ₂		225	175	-	195		4% SF 96	100/120 Gas Chrom P	E.C.	26
N ₂		225	175	-	195		3:1 SF 96 og QF1	" " "	E.C.	
							2:18% QF1 og 4% SF 96			29
N ₂						Glass	5% SF 96	100/120 Chromosorb W	³ H	27
							DC-200		E.C.	6
							QF-1		E.C.	
							DC-200/QF1		E.C.	
N ₂	95/45	250	190	-	250		3% QF1	80/100 Chromosorb W	⁶³ Ni	24
He		250	200	-	250	Stål 3ft x 1/8"	2% Apiezon, 2% SE30	60/80 Gas Chrom Q	E.C.	30
N ₂	50		160	-		Glass 5ft x 1/4"	3% SE30	100/120 Chromosorb W	⁶³ Ni	13
N ₂	60		195	-		Al 6ft x 1/8"	3% OV-101	" " "	"	
	60-80	225	200	Transfer line 225	³ H pyrolyse 210 810		1,5% OV17, 1,05% QF1	Chromosorb W HP	³ H microcoulometer	
	100-200	225	175	225	175		4% SE30, 6% QF1	"	FPD	
N ₂	60		200	-		Stål 180cm X 2mm	1,5% OV-17, 1,95% QF1	80/100 Gas Chrom Q	³ H	0,5-1 µl
N ₂	70		200	-		Stål 150cm	4% SE30, 6% QF1	Chromosorb W	³ H	0,5-1 µl
N ₂	120	200	185	-	200	Glass 2m x 6mm	5% SE30	100/120 Gas Chrom Q	E.C.	15
N ₂	100	200	185	-	200	Glass 1m x 6mm	2,5% SE30, 3,5% OV-17	" " "	E.C.	
Ar	80	230	230	-	325	Glass 7ft x 1/4"n	2% Apiezon L, 0,02% Epikote	80/100 Varoport 30	⁶³ Ni	33
Ar	40		1 min 220-230	-		" " "	" " "	" " "	FID/NMR	
He	2,5		205	-		SCOT 50ft x 0,02m	" " "	" " "	FID/MS	
N ₂	120	225	200	-	200	Glass 6ft x 4mm	10% DC-200	80/100 Chromosorb W	E.C.	31
N ₂	120	225	200	-	200	" " "	1:1,15% QF1, 10% DC200	" " "	E.C.	
		200	pp 100T RT=20 min	-	200	Glass 180 x 0,18	4% SF96	100/120 Gas Chrom P	³ H	9
		200		-	200	" " "	6% QF1	" " "	"	
		200		-	200	" " "	2:8 4% SF og 6% QF1	" " "	"	
		225	175	-	190		4% SF96	100/120 Gas Chrom P	E.C.	16
		225	175	-	190		8% QF1	" " "	E.C.	
		225	175	-	190		3:1 SF96, QF1	" " "	E.C.	
N ₂	60	210	200	-	210	Glass 6ft x 4mm	4% SE-30	100/120 Chromosorb W	E.C.	2-5 µl
		220	200	-		Glass 6' x 1/4"	3% OV-1	80/100 Gas Chrom Q	Micro-coulometer	32
N ₂	120	225	200	-	200	Glass 6ft x 4mm	10% DC-200	80/100 Chromosorb W	³ H	36
N ₂	120	225	200	-	200	Glass 6ft x 4mm	1:1,15% QF1, 10% DC200	" " "	³ H	
He	25	245-260	proper 4 min	-		2m x 2mm	3% OV-1	60/80 mesh Supelcoport	MS	37
He	30	220	180	-		Glass 6ft x 0,078in	1,5% OV-17 og 1,95% QF1	100/120 mesh Gas Chrom Q	MS	40

Tabell 1: Betingelser for analyse av PCB og pesticider ved gasskromatografering.

5D Litteraturliste PCB

- (1) Søren Jensen: The PCB Story.
Ambio 1972, vol 1, No 4, 123-131.
- (2) Alan V Holden: Monitoring PCB in water and
wildlife.
PCB Conference II, Stockholm,
December 14, 1972.
National Swedish Environment
Protection Board/Publications
1973: 4E, 23-33.
- (3) B Melvås,
I Brandt: The distribution and metabolism
of labelled polychlorinated
biphenyls in mice and quails
PCB Conference II.
- (4) M Berlin,
J C Gage,
S Holm: The metabolism and distribution
of 2, 4, 5, 2, 5 - pentachloro-
biphenyl in the mouse.
PCB Conference II.
- (5) Maths Berlin: Possible health hazards of the
polychlorinated biphenyls.
PCB Conference II.
- (6) T W Duke,
J I Lowe,
A J Wilson: A polychlorinated biphenyl
(Aroclor 1254) in the water,
sediment, and biota of Escambia
Bay, Florida.
Bulletin of Environmental Conta-
mination and Toxicology
vol 5, No 2, 1970, side 171-180.
- (7) Gilman D Veith,
G Fred Lee: A review of chlorinated biphenyl
contamination in natural waters.
Water Research, Pergamon Press
1970, vol 4, pp 265-269
- (8) Cost. 64 B Micropollutants July 1973.
Meeting April 12, 1973.
Report on research objectives for
sampling and sample treatment.
- (9) Gulbrand Lunde,
Jørgen Gether: Analyse av organiske mikro-
forurensninger i nedbør.
Intern rapport: Sur nedbørs
virkning på skog og fisk IR 4/75.

- (10) Anders Sjøgren: PCB in airborne fallout.
PCB Conference II.
- (11) George R Harvey, Atmospheric transport of poly-
William G Steinhauer chlorobiphenyls to the North
Atlantic.
Atmospheric Environment
1974, vol 8, pp 777-782.
- (12) K Beyermann, Gas-chromatographische Bestimmung
W Eckrich: von Insecticid- Spuren in Luft.
Z Anal Chem, Band 265, Heft 1,
1973, s 4-7.
- (13) J W Miles, Collection and determination of
L E Felzer, trace quantities of pesticides
G W Pearce: in air.
Environmental Science & Technology
vol 4, no 5, May 1970, pp 420-425.
- (14) J D Tessari, Air sampling of pesticides in the
D L Spencer: human environment.
J. of the APCA, vol 54, No 6, 1971
s 1376.
- (15) C W Stanley, Measurement of atmospheric levels
J E Barney, of pesticides.
M R Helton, Environmental Science & Technology
A R Yobs: vol 5, no 5, May 1971, s 430.
- (16) A Sødergren: Chlorinated hydrocarbon residues
in airborne fallout.
Nature, vol 236, April 21, 1972,
s 395-397.
- (17) D B Seba, Pesticides in the lower atmosphere
J M Prospero: of the Northern Equatorial
Atlantic Ocean.
Atmospheric Environment, 1971,
vol 5, pp 1043-1050.
- (18) E Lahmann, Pesticid-Bestimmung in Luft und
F Hergel: Niederschlägen.
Gesundheits-Ingenieur, Heft 12
(92 Jahrgang 1971) s 366-368.
- (19) J F Thompson: Analysis of pesticide residues in
human and environmental samples.
Primate & Pesticides Effects
Laboratory.
Environmental Protection Agency,
Perrine, Florida 33157.

- (20) B Compton,
P P Bazydlo,
G Zweig: Field evaluatin of methods of
collection and analysis of
airborne pesticides.
EPA Contract CPA 70-145
SURC Project L1073 - 05.
- (21) K E Thrane: Reiserapport fra USA. Januar 1974.
Reiserapport nr 55/74.
- (22) John L Buckley: Occurence, transfer and cycling of
PCB in the environment.
Polychlorinated Biphenyls and the
Environment Interdepartmental Task
Force on PCB.
Washington D C, May 1972.
- (23) G Lunde,
J Gether: Analyse av marine mikroforurens-
ninger.
Teknisk rapport nr 2.
Bestemmelse av PCB i vann, NTNF
Oppdrag nr 452 - 72 02 05 B 1520.3610
Sentralinstituttet for Industriell
Forskning.
- (24) T T Schmidt,
R W Risebrough,
F Gress: Input of polychlorinated biphenyls
into California coastal waters
from urban sewage outfalls.
Bulletin of Environmental
Contamination & Toxicology,
vol 6, no 3, 1971, side 235-243.
- (25) Bengt Ahling,
Søren Jensen: Reversed liquid-liquid partition
in determination of polychlorinated
biphenyl (PCB) and chlorinated
pesticides in water.
Analytical Chemistry, vol 42,
no 13, Nov 1970, s 1483-1486.
- (26) A Sødergren,
B Svensson,
S Ulfstrand: DDT and PCB in South Swedish streams
Environ. Pollut. 1972 (3) s 25-36.
- (27) M Helminen,
E Karppanen,
K Henriksson: PCB in the Finnish environment.
PCB Conference II.
- (28) V Leoni: The separation of fifty pesticides
and related compounds and poly-
chlorobiphenyls into four groups
by silica gel microcolumn chrom-
atography.
J. Chromatogr. 62, 1971, s 63-71.

- (29] S Jensen,
L Renberg,
R Vaz: Problems in the quantification
of PCB in biological material.
PCB Conference II.
- (30] J A Armour,
J A Burke: Behavior of chlorinated naphtalenes
in analytical methods for
organochlorine pesticides and
polychlorinated biphenyls.
J.O.A.C. 54, 1971, s 175-177.
- (31] J A Armour,
J A Burke: Method for separating poly-
chlorinated biphenyls from DDT
and its analogs.
J.O.A.C. 53, 4, 1970, s 761-767.
- (32] R H de Vos,
E W Pest: Thin-Layer chromatography of
polychlorinated biphenyls.
Bulletin of Environmental
Contamination & Toxicology,
vol 6, no 2, 1971, s 164-170.
- (33] D Sissons,
D Welti: Structural identification of
polychlorinated biphenyls in
commercial mixtures by gas-
liquid chromatography, nuclear
magnetic resonance and mass
spectrometry.
Journal of Chromatography 60
1971, 15-32.
- (34] R A Leavitt,
G C C Su,
M J Zabik: Analytical methodology for bio-
active compounds. Photochemically
assisted analysis of chlorinated
hydrocarbon pesticides in the
presence of polychlorinated
biphenyls.
Analytical Chemistry vol 45,
no 12, Oct. 1973, s 2130-2136.
- (35] V Zitko,
O Hutzinger,
S safe: Retention times and electron-
capture detector responses of
some individual chlorobiphenyls.
Bulletin of Environmental
Contamination & Toxicology,
vol 6, no 2, 1971.
- (36] J A Armour: Gas chromatographic data for
polychlorinated biphenyl components
in six Aroclors.
Journal of Chromatography 72
(1972), 275-282.

- (37) J W Rote,
W J Morris: Use of isotopic abundance ratio
in the identification of poly-
chlorinated biphenyls by mass
spectrometry.
Journal of the AOAC, vol 56,
no 1, 1973, 188-199.
- (38) A Sødergren: A simplified clean-up technique
for organochlorine residues at
the microliter level.
Bulletin of Environmental
Contamination & Toxicology,
vol 10, no 2, 1973.
- (39) A Sødergren: Transport, distribution and
degradation of DDT and PCB in a
South Swedish lake ecosystem.
Vatten 2 - 1973, 90-108.
- (40) J W Eichelberger,
L E Harris,
W L Budde: Analysis of polychlorinated
biphenyl problem.
Anal. Chem. vol 46, no 2,
Febr. 1974, 227-232.