Reference Material Certificate

ausverkauft / out of stock

Polychlorinated Biphenyls in Transformer Oil

BAM CRM 5001

Certification of the content of polychlorinated biphenyls in transformer oil
Calibration with a PCB-free transformer oil
according to CEN-Draft proposal "Petroleum products and used oils - Determination of polychlorinated biphenyls" from 01.11.1993

PCB (IUPAC-Nr.)	Certified value [1]	Standard uncertainty [2]	Half-width of the 95% confidence-interval
44	240	30	60
52	790	50	120
101+84	1430	80	170
118	860	40	100
138+163	800	20	50
149	650	30	70
153	700	20	50
180	110	10	20

All values are given in µg/kg.

1) Mean of means
2) Standard deviation of the mean of the means

This product was prepared and checked for homogeneity and stability by BAM.

1. Origin and Description of the Reference Material

BAM CRM 5001 is a PCB-containing oil taken from a transformer. It is clear and without any suspended particles. The material is available as a kit together with the blanc transformer oil BAM CRM 5001/blancoil which has been used for matrix simulation. The reference material is supplied in brown glass ampoules containing approximately 15 g oil.

The material is homogeneous. According to the stability tests, a minimum material stability of 5 years can be expected. If periodic stability checks should show significant changes in the certified properties, BAM will inform all known customers of the CRM and replace the material with new certified units as soon as possible. If future stability tests demonstrate a stability period longer than the mentioned above five-years limit, an announcement will be placed on the BAM Internet site at http://www.bam.de/crm/message.html.

The tests for homogeneity and stability are described in detail in the certification report.

2. Intended Use

The reference material BAM CRM 5001 in combination with the BAM CRM 5001/blancoil can be used to assure the correct implementation of the analytical method described in CEN draft proposal „Petroleum products and used oils - Determination of polychlorinated biphenyls“ from 01.11.1993 [1].

8 PCB congeners are certified. The separation of PCB 101 and 84 resp. 138 and 163 could not be proved with the specified GC columns, therefore sums are given. The content of PCB congeneres 18, 28, 31 and 194 are below the detection limit.

3. Information about the Correct Use of the Reference Material

The material has to be stored at 5°C. The normal laboratory safety precautions should be observed when opening the glass ampoule. After opening, the contents should be transferred to a clean glass container whith a ground glass stopper. The recommended minimum sample amount for all kinds of application is 1g.

4. Method Applied

The analytical method used for the certification corresponds to CEN draft proposal „Petroleum products and used oils - Determination of polychlorinated biphenyls“ [1].

This draft proposal specifies a method to determine the content of 12 PCB congeneres (PCB 18, 28, 31, 44, 52, 101, 118, 138, 149, 153, 180 and 194). For matrix simulation, a PCB-free oil has been used.

In accordance with this method, solutions of PCB-free oil spiked with PCB standard solutions should be treated exactly the same way as the sample. The PCB congeneres are determined by gas chromatography using a high efficiency narrow-bore capillary column, an electron capture detector and an internal standard.

5. Participating Laboratories

Material Preparation

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Laboratory I.22, Berlin

Homogeneity, Stability

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Laboratory I.22, Berlin

Certification Measurements

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Laboratory I.22, Berlin
- Bayerisches Institut für Abfallforschung, Augsburg
- CUTEC Clausthaler Umwelttechnik-Institut GmbH, Clausthal-Zellerfeld
- Umweltbundesamt (UBA), Labor für Wasser, Boden, Abfall, Berlin
- Wehrwissenschaftliches Institut für Materialuntersuchungen (WIM), Erding
- Institut Dr. Kirchhoff, Berlin

- Berliner Kraft- und Licht (Bewag)-AG, Berlin
- FZB Umweltlabor GmbH, Berlin
- VOLKSWAGEN Kraftwerk GmbH, Wolfsburg

ResultAssessment and Statistical Analysis

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Laboratories I.01, I.22, Berlin

4. Evaluation of Results

The certification and the evaluation of certification study results have been carried out on the basis of the „Guidelines for the production and certification of BAM reference materials“ [2]. The statistical analysis has been executed with the BCR computer programm [3].

The certified values of the contents of eight PCB congeneres are the mean values of means. The laboratory means results from six replicate measurements each; these lab means and the corresponding statistical deviations are given in table 1.

In the interlaboratory certification study it was not possible to separate the overlapping PCB 84 /101 and PCB 138/163 resp. with the gaschromatographic columns used here. For these PCB congeneres sums are given in the table.

Table 1: Mean of means and standard deviations Sd for the PCB congeneres

PCB (IUPAC -Nr.)	Lab Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
44	mean [µg/kg] Sd [µg/kg] Sd, rel [%]	234,50 3,67 1,57	237,00 15,95 6,73		187,00 6,60 3,53	190,83 25,10 13,15	381,33 124,93 32,76	283,33 19,45 6,86	203,50 10,01 4,92	195,17 2,79 1,43
52	mean [µg/kg] Sd [µg/kg] Sd, rel [%]	769,00 38,68 5,03	951,33 20,05 2,11	653,50 167,25 25,59		829,00 15,50 1,87	545,67 33,77 6,19	895,00 70,99 7,93	742,17 76,63 10,32	919,00 22,63 2,46
101+84	mean [µg/kg] Sd [µg/kg] Sd, rel [%]	1237,6 71,39 5,77	1579,3 41,68 2,64	1733,5 56,77 3,28	1173,5 39,69 3,38	1073,0 28,64 2,67	1557,5 37,58 2,41	1391,6 46,22 3,32	1569,6 30,32 1,93	1519,8 17,08 1,12
118	mean [µg/kg] Sd [µg/kg] Sd, rel [%]	780,83 53,02 6,79	1054,6 32,40 3,07	1027,6 31,79 3,09	721,50 18,94 2,63	794,83 15,52 1,95	852,67 54,08 6,34	944,17 38,45 4,07	751,33 17,53 2,33	837,50 12,57 1,50
138+163	mean [µg/kg] Sd [µg/kg] Sd, rel [%]	828,33 57,03 6,88	899,50 41,06 4,56	812,67 34,19 4,21	735,50 20,05 2,73	768,50 16,88 2,20	741,67 53,82 7,26	854,33 27,24 3,19	805,83 11,43 1,42	755,67 7,09 0,94
149	mean [µg/kg] Sd [µg/kg] Sd, rel [%]	692,33 43,33 6,26	809,67 21,67 2,68	732,83 23,16 3,16	595,33 11,78 1,98	531,50 16,21 3,05	610,83 14,50 2,37	626,83 31,05 4,95	542,17 14,55 2,68	685,33 15,73 2,30

153	mean [µg/kg] Sd [µg/kg] Sd, rel [%]	695,83 51,897 7,46	723,33 27,843 3,85		692,33 19,262 2,78	616,67 8,641 1,40	772,00 67,088 8,69	638,67 28,654 4,49	672,67 13,131 1,95	761,00 9,471 1,24
180	mean [µg/kg] Sd [µg/kg] Sd, rel [%]	97,00 7,21 7,43	101,83 5,915 5,81	133,83 9,06 6,77	104,67 1,03 0,99	98,67 5,99 6,07	130,50 15,14 11,60	143,67 3,39 2,36	80,83 2,48 3,07	

7. Note

A detailed report on the production of the samples, the analytical procedures applied and the evaluation of the analytical data can be requested from BAM by the customer.

References

1 CEN-Draft proposal TC 19/WG 22 from 01.11.1993 „Petroleum products and used oils - Determination of polychlorinated biphenyls“
2 Guidelines for the production and certification of BAM reference materials, BAM, 1997
3 BCR Software for the evaluation of interlaboratory certification study, (Version 1996)

Berlin, 28.08.1998

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Rudower Chaussee 5
12489 Berlin

on the authority

on the authority

Prof. Dr. A. Zschunke
Head of department I

Prof. Dr. I. Nehls
Head of division I.2

Supplier of BAM CRM 5001: Promochem GmbH
P.O.B. 100955
46469 Wesel

Zertifiziertes Referenzmaterial

Polychlorierte Biphenyle inTransformatorenöl

BAM CRM 5001

Zertifizierung des Gehaltes von Polychlorierten Biphenylen in Transformatorenöl
Kalibrierung mit einem PCB-freien Transformatorenöl
gemäß CEN-Normenentwurf „Petroleum products and used oils – Determination of polychlorinated biphenyls“ vom 01.11.1993

PCB (IUPAC-Nr.)	Zertifizierter Wert [1)]	Standard-Unsicherheit [2)]	Halbe Breite des 95% Vertrauens-intervalls
44	240	30	60
52	790	50	120
101+84	1430	80	170
118	860	40	100
138+163	800	20	50
149	650	30	70
153	700	20	50
180	110	10	20

Alle Werte sind in µg/kg angegeben.

1) Mittelwert der Labormittelwerte
2) Standardabweichung des Mittelwertes der Labormittelwerte

Dieses Material wurde von der BAM hergestellt und auf Homogenität und Stabilität überprüft.

1. Herkunft und Beschreibung des Referenzmaterials

CRM 5001 ist ein PCB-haltiges Öl, dass aus einem Transformator entnommen wurde. Es ist hell, klar und frei von Schwebstoffen. Das Material wird als Kit gemeinsam mit einem PCB-freien Transformatorenöl CRM 5001/Weißöl, über welches zur Berücksichtigung des Matrixeinflusses kalibriert wurde, in 25 ml Braunglasampullen angeboten. Es sind jeweils ca. 15 g Öl enthalten.
Das Material ist als homogen und über einen Zeitraum von 5 Jahren als stabil einzuschätzen. Sollten bei periodisch durchgeführten Untersuchungen signifikante Veränderungen auftreten, wird die BAM alle bekannten Nutzer des CRM informieren und das Material so bald als möglich rezertifizieren. Sollte das CRM über den vorgesehenen Zeitraum hinaus verwendbar sein, wird eine entsprechende Information über das Internet (http://www.bam.de/crm/message.html) abrufbar gemacht.
Die Prüfung der Homogenität und Stabilität sind ausführlich im Bericht zum Zertifikat beschrieben.

2. Einsatzmöglichkeit
Das Referenzmaterial CRM 5001 „PCB in Öl“ kann in Kombination mit dem PCB-freien Öl CRM 5001/Weißöl zur Bestätigung der Beherrschung des in dem CEN-Normenentwurf vom 01.11.1993 „Petroleum products and used oils - Determination of polychlorinated biphenyls“ beschriebenen Verfahrens [1] oder zur Prüfung der Leistungsfähigkeit von Verfahrensvarianten benutzt werden.
Von den 12 PCB-Kongeneren (PCB 18, 31, 28, 52, 44, 101, 149, 118, 153, 138, 180 und 194), die nach der Norm quantifiziert werden sollen, wurden 8 zertifiziert. Der Gehalt von PCB 18, 31, 28 und 194 lag unterhalb der Bestimmungsgrenze.

3. Information zur korrekten Anwendung des Referenzmaterials
Das Material ist bei 5°C im Dunkeln aufzubewahren. Beim Öffnen der Ampulle sind die üblichen Laborsicherheitsbestimmungen zu beachten. Der Inhalt der Ampulle ist in ein verschließbares Glasgefäß zu überführen, welches frei von PCB- und anderen Verunreinigungen ist, die den ECD beeinflussen. Für die Analysen ist eine Mindestmenge von 2g einzusetzen. Lösungen des Öls sollten frisch hergestellt werden.

4. Methode
Die Bestimmung des PCB-Gehaltes des Transformatorenöls für die Zertifizierung wurde nach dem CEN-Normenentwurf vom 01.11.1993 „Petroleum products and used oils - Determination of polychlorinated biphenyls“ durchgeführt [1]. Danach werden 12 PCB-Kongenere (PCB 18, 31, 28, 52, 44, 101, 149, 118, 153, 138, 180 und 194) bestimmt, wobei die Kalibrierung über ein PCB-freies Transformatorenöl erfolgen sollte, um Matrixeffekte zu berücksichtigen. Das PCB-freie Kalibrieröl CRM 5001/Weißöl wurde so ausgewählt, daß es den gleichen Siedebereich von 216 - 468°C, wie das zu zertifizierende Öl CRM 5001 aufweist.
Nach dieser Methode wird ein PCB-freies Weißöl mit einem PCB-Standard gespeikt und dem gleichen clean up wie das zu bestimmende Öl unterzogen. Die Quantifizierung des PCB-Gehaltes erfolgt mittels Gaschromatographie gekoppelt mit einem Elektroneneinfangdetektor (ECD).

5. Beteiligte Laboratorien
Probenahme, Konfektionierung
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Laboratorium I.22, Berlin

Homogenität, Stabilität
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Laboratorium I.22, Berlin

Zertifizierungsanalyse
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Laboratorium I.22, Berlin
- Bayrisches Institut für Abfallforschung, Augsburg
- CUTEC Clausthaler Umwelttechnik-Institut GmbH, Clausthal-Zellerfeld
- Umweltbundesamt (UBA), Labor für Wasser, Boden, Abfall, Berlin
- Wehrwissenschaftliches Institut für Materialuntersuchungen (WIM), Erding
- Institut Dr. Kirchhoff, Berlin
- Berliner Kraft- und Licht (Bewag)-AG, Berlin
- FZB Umweltlabor GmbH, Berlin
- VOLKSWAGEN Kraftwerk GmbH, Wolfsburg

Statistische Auswertung
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Laboratorien I.01, I.22, Berlin

6. Ermittlung der Ergebnisse

Die Durchführung und Auswertung des Zertifizierungs-Ringversuchs erfolgte auf der Basis der BAM-Guidelines für die Produktion und Zertifizierung von Referenzmaterialien [2]. Die statistische Auswertung wurde nach der 1996-iger Version des BCR-Computer-Programms durchgeführt[3].
Die zertifizierten Werte der PCB-Kongenere wurden aus den Mittelwerten der Labormittelwerte berechnet. Die Mittelwerte der Laboratorien, ermittelt aus jeweils 6 Einzelwerten, sowie die entsprechenden Standardabweichungen sind in der Tabelle zusammengestellt. Mit den bei dem Zertifizierungsringversuch verwendeten Säulen konnte keine Trennung der benachbarten Peaks PCB 84 und 101 bzw. PCB 138 und 163 erreicht werden. Aus diesem Grund sind für diese Kongenere die jeweiligen Summen angegeben.

PCB	Labor	1	2	3	4	5	6	7	8	9
44	Mittelwert [µg/kg]	234,50	237,00		187,00	190,83	381,33	283,33	203,50	195,17
	Sr [µg/kg]	3,67	15,95		6,60	25,10	124,93	19,45	10,01	2,79
	Sr, rel [%]	1,57	6,73		3,53	13,15	32,76	6,86	4,92	1,43
52	Mittelwert [µg/kg]	769,00	951,33	653,50		829,00	545,67	895,00	742,17	919,00
	Sr [µg/kg]	38,68	20,05	167,25		15,50	33,77	70,99	76,63	22,63
	Sr, rel [%]	5,03	2,11	25,59		1,87	6,19	7,93	10,32	2,46
101+84	Mittelwert [µg/kg]	1237,67	1579,33	1733,50	1173,50	1073,00	1557,50	1391,67	1569,67	1519,83
	Sr [µg/kg]	71,39	41,68	56,77	39,69	28,64	37,58	46,22	30,32	17,08
	Sr, rel [%]	5,77	2,64	3,28	3,38	2,67	2,41	3,32	1,93	1,12
118	Mittelwert [µg/kg]	780,83	1054,67	1027,67	721,50	794,83	852,67	944,17	751,33	837,50
	Sr [µg/kg]	53,02	32,40	31,79	18,94	15,52	54,08	38,45	17,53	12,57
	Sr, rel [%]	6,79	3,07	3,09	2,63	1,95	6,34	4,07	2,33	1,50
138+163	Mittelwert [µg/kg]	828,33	899,50	812,67	735,50	768,50	741,67	854,33	805,83	755,67
	Sr [µg/kg]	57,03	41,06	34,19	20,05	16,88	53,82	27,24	11,43	7,09
	Sr, rel [%]	6,88	4,56	4,21	2,73	2,20	7,26	3,19	1,42	0,94
149	Mittelwert [µg/kg]	692,33	809,67	732,83	595,33	531,50	610,83	626,83	542,17	685,33
	Sr [µg/kg]	43,33	21,67	23,16	11,78	16,21	14,50	31,05	14,55	15,73
	Sr, rel [%]	6,26	2,68	3,16	1,98	3,05	2,37	4,95	2,68	2,30
153	Mittelwert [µg/kg]	695,83	723,33		692,33	616,67	772,00	638,67	672,67	761,00
	Sr [µg/kg]	51,89	27,84		19,26	8,64	67,08	28,65	13,13	9,47
	Sr, rel [%]	7,46	3,85		2,78	1,40	8,69	4,49	1,95	1,24
180	Mittelwert [µg/kg]	97,00	101,83	133,83	104,67	98,67	130,50	143,67	80,83	
	Sr [µg/kg]	7,21	5,91	9,06	1,03	5,99	15,14	3,39	2,48	
	Sr, rel [%]	7,43	5,81	6,77	0,99	6,07	11,60	2,36	3,07	

Die Bewertung der Einzelergebnisse und die Zertifizierung des CRM 5001 wurden in voller Übereinstimmung mit den „Guidelines for the production and certification of BAM reference materials“ vorgenommen und sind im Detail im Bericht zur Zertifizierung dargelegt.

7. Anmerkung
Ein detaillierter Bericht zur Herstellung der Proben, Durchführung der Analysen und Bewertung der analytischen Daten kann von den CRM-Nutzern bei der BAM angefordert werden.

Literatur
1 CEN-Normenentwurf TC 19/WG 22 vom 01.11.1993 „Petroleum products and used oils - Determination of polychlorinated biphenyls“
2 Guidelines for the production and certification of BAM reference materials, BAM, 1997
3 BCR Software zur Ringversuchsauswertung, 1996

Berlin, 12.06.1998

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Rudower Chaussee 5
12489 Berlin

Prof. Dr. A. Zschunke
Leiter der Abteilung I
Fachgruppe I.2

Prof. Dr. I. Nehls
Leiterin der

Vertreiber des BAM-CRM 5001: Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Fachgruppe I.2
Richard-Willstätter-Straße 11
12489 Berlin
Tel.. 030/ 8104 1120
Fax. 030/ 8104 1127