

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
997**

Première édition
First edition
1989-10

**Détermination des polychlorobiphényles (PCB)
dans les huiles minérales isolantes par
chromatographie en phase gazeuse (CPG)
sur colonnes remplies**

**Determination of polychlorinated
biphenyls (PCBs) in mineral
insulating oils by packed column gas
chromatography (GC)**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 997: 1989

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI)*.

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary (IEV)*.

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
997**

Première édition
First edition
1989-10

**Détermination des polychlorobiphényles (PCB)
dans les huiles minérales isolantes par
chromatographie en phase gazeuse (CPG)
sur colonnes remplies**

**Determination of polychlorinated
biphenyls (PCBs) in mineral
insulating oils by packed column gas
chromatography (GC)**

© IEC 1989 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni
utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun
procédé, électronique ou mécanique, y compris la photo-
copie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in
any form or by any means, electronic or mechanical,
including photocopying and microfilm, without permission in
writing from the publisher.

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembe Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

S

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

	Pages
PREAMBULE	4
PREFACE	4
INTRODUCTION	6
Articles	
1. Domaine d'application	6
2. Résumé de la méthode	8
3. Sources d'erreurs	10
4. Appareillage	14
5. Réactifs et produits	16
6. Conditions opératoires du chromatographe	18
7. Obtention des chromatogrammes étalons	20
8. Obtention du chromatogramme échantillon	22
9. Calculs	26
10. Rapport	30
11. Fidélité	30
ANNEXE A - Nomenclature et composition	34
FIGURES	44

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5
INTRODUCTION	7
 Clause	
1. Scope	7
2. Summary of the method	9
3. Sources of error	11
4. Apparatus	15
5. Reagents and materials	17
6. Chromatograph operating conditions	19
7. Preparation of standard chromatograms	21
8. Preparation of sample chromatogram	23
9. Calculations	27
10. Report	31
11. Precision	31
 APPENDIX A - Nomenclature and composition	35
FIGURES	44

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DETERMINATION DES POLYCHLOROBIPHENYLES (PCB) DANS LES HUILES MINERALES ISOLANTES PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE (CPG) SUR COLONNES REMPLIES

PREAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes ou sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PREFACE

La présente norme a été établie par le Comité d'Etudes n° 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapport de vote
10(BC)241	10(BC)253

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Les publications suivantes de la CEI sont citées dans la présente norme:

- Publications n° 296 (1982): Spécification des huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillage de connexion.
- 588: Askarels pour transformateurs et condensateurs.
- 588-1 (1977): Première partie: Généralités.
- 588-4 (1979): Quatrième partie: Guide pour la maintenance des askarels dans les transformateurs.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

DETERMINATION OF POLYCHLORINATED BIPHENYLS (PCBs) IN
MINERAL INSULATING OILS BY PACKED COLUMN GAS
CHROMATOGRAPHY (GC)

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 10: Fluids for electrotechnical applications.

The text of this standard is based on the following documents:

Six Months' Rule	Report on Voting
10(C0)241	10(C0)253

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the Voting Report indicated in the above table.

The following IEC publications are quoted in this standard:

Publications Nos. 296 (1982): Specification for unused mineral insulating oils for transformers and switchgear.

588: Askarels for transformers and capacitors.

588-1 (1977): Part 1: General.

588-4 (1979): Part 4: Guide for maintenance of transformer askarels in equipment.

DETERMINATION DES POLYCHLOROBIPHENYLES (PCB) DANS LES HUILES MINÉRALES ISOLANTES PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE (CPG) SUR COLONNES REMPLIES

INTRODUCTION

Les polychlorobiphényles (PCB) furent très utilisés comme diélectriques liquides dans des matériels tels que les transformateurs et les condensateurs pendant cinquante ans environ et le sont encore. Ils allient en général, des caractéristiques de stabilité chimique, d'ininflammabilité aux propriétés électriques souhaitables. Il est devenu clair cependant, à la fin des années soixante, que leur stabilité chimique élevée, associée à des pratiques industrielles non contrôlées (qui n'étaient pas seulement limitées à la construction électrique), conduisit à l'apparition dans l'environnement, sur toute la planète, de PCB à l'état de traces. C'est pourquoi l'emploi des PCB fut banni ou très restreint dans un grand nombre de pays industriels.

C'est un fait bien connu que de nombreux transformateurs immergés dans de l'huile minérale, actuellement en service, sont contaminés par les PCB, même si ces transformateurs ne furent jamais remplis de PCB. En outre, à la suite de la limitation d'emploi des PCB, de nombreux transformateurs qui en contenaient initialement furent vidangés et remplis à nouveau avec d'autres isolants liquides, il en résulte que le liquide de remplissage de ces transformateurs pourrait contenir des PCB. Dans l'un ou l'autre cas et selon la concentration des PCB présents, des astreintes légales peuvent exister quant à la manipulation et à la destruction des liquides contaminés. En conséquence, aux fins légales et de surveillance, il est nécessaire de déterminer la teneur en PCB dans les autres diélectriques liquides pour transformateurs ou autres matériels électriques et appareils en réserve.

La présente norme traite de la détermination des PCB dans l'huile minérale isolante par chromatographie en phase gazeuse sur colonnes remplies.

1. Domaine d'application

La méthode décrite utilise la chromatographie en phase gazeuse sur colonnes remplies pour mesurer la concentration des polychlorobiphényles (PCB) que l'on peut rencontrer, en tant qu'impuretés, dans les huiles minérales isolantes. Cette méthode est étudiée pour des mélanges de PCB présents dans les askarels (liquides isolants électriques) et ne s'applique généralement pas à l'analyse de PCB provenant d'autres sources ou rencontrés dans des huiles qui ne seraient pas de qualité électrique.

DETERMINATION OF POLYCHLORINATED BIPHENYLS (PCBs) IN MINERAL INSULATING OILS BY PACKED COLUMN GAS CHROMATOGRAPHY (GC)

INTRODUCTION

Polychlorinated biphenyls (PCBs) have been widely used as dielectric liquids in equipment such as transformers and capacitors for about fifty years and are still in use. In general, they combine the characteristics of chemical stability, non-flammability and desirable electrical properties. However, in the late 1960s, it became evident that their high chemical stability coupled with undesirable industrial practices (not confined to the electrical industry) were leading to traces of PCBs appearing in the environment over the entire globe. For this reason the use of PCBs has either been banned or heavily restricted in a large number of industrial countries.

There is widespread evidence that many mineral oil transformers presently in service are contaminated with PCBs, even though these transformers have never had PCB fillings. In addition, due to restrictions on the use of PCBs, many transformers originally containing PCBs have been drained and refilled with other insulating liquids; the resulting transformer filling could contain PCBs. In either case, depending on the concentration of PCBs present, there may be legal restrictions on the handling and disposal of the contaminated liquid. Thus, for control and legal purposes, it is necessary to determine the amount of PCB in other dielectric liquids in transformers, in other electrical equipment or in storage.

This standard deals with the determination of PCBs in mineral insulating oils by packed column gas chromatography.

1. Scope

This method uses packed column gas chromatography to measure the concentration of polychlorinated biphenyls (PCBs) which may be encountered as impurities in mineral insulating oils. The method is designed for PCB mixtures present in askarels (electrical insulating liquids) and is not generally applicable to PCBs from other sources or contained in non-electrical grade oils.

2. Résumé de la méthode

2.1 *Obtention des chromatogrammes*

Un volume connu d'échantillon d'huile est dilué dans un volume connu d'un solvant convenable, et une partie aliquote appropriée est injectée en tête de colonne. Les composants sont entraînés dans la colonne par un gaz vecteur, détectés en sortie de colonne à l'aide d'un détecteur à capture d'électrons (CE) et enregistrés sous forme d'un chromatogramme.

Les différents congénères de PCB sont retenus dans la colonne à différentes durées; ainsi le chromatogramme se compose d'une série de pics dont chacun est identifié par son temps de rétention. Chaque pic correspond à un groupe de congénères de PCB, en pratique quatre ou cinq isomères; l'aire ou la hauteur de chaque pic correspond à la quantité de ce groupe particulier présent dans l'échantillon.

2.2 *Élimination des substances interférentes*

A un stade quelconque, avant ou après dilution, l'échantillon d'huile est traité pour éliminer les substances autres que les PCB ("substances interférentes") qui pourraient donner des pics chromatographiques, dans le même intervalle de temps de rétention que les PCB à analyser (voir paragraphe 3.2).

2.3 *Exploitation des chromatogrammes (analyse quantitative)*

Quand il n'existe qu'un seul type d'askarel dans l'échantillon, on détermine la quantité totale de PCB en comparant le chromatogramme de l'échantillon d'huile ("chromatogramme échantillon") au chromatogramme de l'askarel de même type ("chromatogramme étalon"), obtenu avec le même chromatographe et dans les mêmes conditions opératoires, en utilisant une solution ayant approximativement la même concentration en huile minérale que la solution échantillon. D'une manière générale, l'askarel étalon est soit l'Aroclor 1242®, 1254®, ou 1260®, ils sont choisis comme étalons parce qu'ils sont les seuls askarels largement disponibles pour lesquels la proportion de PCB totaux, correspondant à chaque pic chromatographique, est connue, comme cela est nécessaire pour l'analyse quantitative. La concentration totale en PCB de l'échantillon est obtenue en calculant le rapport des aires ou des hauteurs de chaque paire de pics des chromatogrammes étalon et échantillon (c'est-à-dire les pics de même temps de rétention) et en multipliant ce rapport par la proportion de PCB représentée par le pic du chromatogramme étalon (donnée dans les tableaux 1, 2 et 3) pour obtenir la part de PCB correspondant à ce pic dans l'échantillon. La somme de toutes ces contributions donne la quantité totale de PCB dans l'échantillon dilué et, en multipliant par le facteur de dilution de la solution injectée, on obtient la concentration en PCB de l'échantillon d'huile initial (voir paragraphe 9.1).

La méthode ci-dessus s'applique seulement si un seul type d'askarel est présent dans l'échantillon. Quand il est évident, à partir du

* Aroclor 1242®, 1254® et 1260® est l'appellation commerciale de produits distribués par la société Monsanto Co.

2. Summary of the method

2.1 Preparation of chromatograms

The oil sample is diluted quantitatively with a suitable solvent and a suitable aliquot is injected onto a packed gas chromatograph column. The components are carried through the column by a carrier gas and on emerging from the column are detected by an electron capture (EC) detector and recorded as a chromatogram.

Different PCB congeners are retained in the column for different times, and the chromatogram thus consists of a series of peaks, each identified by its retention time. Each peak corresponds to a group of congeners, typically four or five PCB isomers; the area or height of each peak corresponds to the quantity of that particular group present in the sample.

2.2 Removal of interfering substances

At some stage, which may be before or after dilution, the oil sample is treated to remove substances other than PCBs ("interfering substances") which may give peaks in the chromatogram within the same range of retention times as the PCB being estimated (see Sub-clause 3.2).

2.3 Evaluation of chromatograms (quantitative analysis)

When only one type of askarel is present in the sample, the total quantity of PCB is determined by comparing the chromatogram of the oil sample (the "sample chromatogram") with a chromatogram of a similar type of standard askarel (the "standard chromatogram"), produced in the same chromatograph with the same operating conditions as for the sample chromatogram, using a solution containing approximately the same concentration of mineral oil as in the sample solution. In general, the standard askarel will be Aroclor 1242®, 1254®, or 1260®*; these are used as standards because they are the only widely available askarels for which the proportion of total PCB corresponding to each chromatogram peak is known, as it is necessary for quantitation. The total concentration of PCB in the sample is obtained by calculating the ratio of the areas or heights of each pair of peaks in the sample and standard chromatograms (i.e. the peaks of the same retention times), and multiplying this ratio by the quantity of PCB represented by that peak in the standard chromatogram (given in Tables 1, 2 and 3) to obtain the contribution of PCB corresponding to that peak in the sample. The sum of all these contributions gives the total PCB in the diluted sample and multiplication by the factors to take into account the dilution of the injected solution gives the PCB concentration in the original sample oil (see Sub-clause 9.1).

The above method applies when only one type of askarel is present in the sample. When it is clear from the sample chromatogram that more

* Aroclor 1242®, 1254® and 1260® is the trade name of products supplied by Monsanto Co.

chromatogramme échantillon, que plus d'un type d'askarel est présent, une solution étalon, obtenue à partir de parties égales d'Aroclor 1242®, 1254® et 1260®, est utilisée à la place de la solution de l'Aroclor® unique, et l'on suit la même procédure en utilisant les proportions connues de PCB correspondant à chaque pic dans un tel mélange (voir paragraphe 9.2 et tableau 4).

Dans le cas particulier de contamination par un seul type d'askarel connu ou identifiable (qui peut ou non être un Aroclor®), il est possible d'utiliser une méthode simplifiée de calcul (voir paragraphe 9.3).

Note.- Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente norme internationale et ne signifie nullement que la CEI approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

3. Sources d'erreurs

3.1 *Prise et manipulation des échantillons*

Les interférences dans la méthode d'analyse peuvent être dues à la contamination des solvants, des réactifs, de la verrerie ou de tout autre matériel utilisé pour le prélèvement (voir note). Un soin extrême est nécessaire pendant la prise des échantillons, leur entreposage et leur manipulation afin de minimiser les risques de contamination croisée. Il peut être utile de réserver un matériel de prélèvement uniquement en vue de l'analyse des PCB.

Note.- Par l'analyse de blancs préparés au laboratoire, on vérifiera d'une manière routinière que tout le matériel est dépourvu de substances interférentes.

3.2 *Substances interférentes*

Les détecteurs à capture d'électrons sont sensibles à des composés autres que les PCB rencontrés dans les huiles minérales isolantes usagées, notamment des produits d'oxydation ou autres substances électrophiles. Ces composés peuvent donner des pics ayant des temps de rétention identiques à ceux des PCB. Les interférences peuvent être minimisées par l'utilisation de l'une ou l'autre des méthodes de purification conseillées ci-après (voir paragraphes 8.2, 8.3 et 8.4).

3.3 *Influence de l'huile des solutions étalon et échantillon*

L'huile minérale elle-même se comporte comme une substance interférente; si elle est présente en trop grande quantité, elle produit des modifications significatives du chromatogramme et est une source d'erreur en analyse quantitative. Toutes les erreurs qui peuvent être imputées à l'huile sont minimisées:

- en diluant l'huile d'au moins 50:1 par un solvant, réduisant ainsi la quantité d'huile passant dans la colonne. A de telles dilutions, la méthode est encore satisfaisante pour déterminer une concentration en PCB de 2 µg/g dans l'échantillon initial;
- en injectant approximativement la même quantité d'huile dans la colonne pour obtenir les chromatogrammes étalon et échantillon;

than one type of askarel is present, a standard made of equal parts of Aroclor 1242®, 1254® and 1260® is substituted for the single Aroclor® and the same procedure is followed, using the known proportion of PCB corresponding to each peak in such a mixture (see Sub-clause 9.2 and Table 4).

In the particular case of contamination by a known or recognizable single askarel (which may or may not be an Aroclor®) a simplified calculation is possible (see Sub-clause 9.3).

Note. - This information is given for the convenience of users of this international standard and does not constitute an endorsement by the IEC of the products named. Equivalent products may be used if they can be shown to lead to the same results.

3. Sources of error

3.1 Sample collection and handling

Method interferences may be caused by contamination in solvents, reagents, glassware and other sample processing equipment (see note). The utmost care is necessary during sample collection, storage and handling in order to minimize the risk of cross-contamination. It may be convenient to reserve sampling apparatus solely for the purpose of PCB analysis.

Note. - All of this equipment should be routinely demonstrated to be free from interferences by the analysis of laboratory blanks.

3.2 Interfering substances

EC detectors respond to certain compounds other than PCBs found in used mineral insulating oils, notably oxidation products and other electrophilic materials. These compounds can give peaks with retention times comparable with those of PCBs. Interferences are minimized by the use of one of the recommended clean-up procedures (see Sub-clauses 8.2, 8.3 and 8.4).

3.3 Effects of oil in sample and standard solutions

Mineral oil itself acts as an interfering substance, and if present in too great a quantity produces significant changes in the chromatogram and causes errors in the quantitation. Overall errors that may be introduced by the presence of oil are minimized by:

- using a solvent to oil dilution of at least 50:1, thus minimizing the quantity of oil passing through the column. At such dilutions the method is still adequate to determine a PCB concentration of 2 µg/g in the original sample;
- passing approximately the same quantity of oil through the column when obtaining the sample and standard chromatograms;

- enfin, en utilisant si possible le même type d'huile que celle de l'échantillon dans la préparation des solutions étalons.

3.4 Non-linéarité du détecteur

La réponse des détecteurs à capture d'électrons est proportionnelle à la quantité de PCB dans un domaine de concentrations limité; elle devient non linéaire si les quantités passant dans le détecteur sont trop élevées. Les volumes de solution injectés dans la colonne doivent être suffisamment faibles pour que le détecteur fonctionne dans sa plage de linéarité.

3.5 Influence de l'oxygène et de la vapeur d'eau

L'oxygène présent dans le gaz vecteur ou dans le gaz de purge peut réagir avec les huiles minérales dans le chromatographe, en donnant des produits d'oxydation pour lesquels le détecteur à capture d'électrons réagira. Il faut s'assurer de la pureté des gaz vecteur et de purge et éviter toutes entrées d'air dans l'injecteur, la colonne et le détecteur. Il est recommandé d'employer un piège à oxygène et un assécheur dans les canalisations du gaz.

3.6 Autres composés de l'askarel primitif

Dans certains askarels, des trichlorobenzènes et tétrachlorobenzènes ont été ajoutés et on les trouve donc souvent dans les liquides isolants avec les PCB. Ils donneront une réponse intense du détecteur à capture d'électrons; mais comme ils sont élués bien avant les premiers pics de PCB, ils n'interfèrent normalement pas dans l'analyse. S'ils sont présents à une concentration élevée inhabituelle, ils peuvent cacher les premiers pics de PCB.

3.7 Validité des chromatogrammes

L'analyse quantitative, par l'emploi d'étalons Aroclor®, se fonde sur la possibilité d'associer, à chaque pic du chromatogramme étalon, une quantité de PCB présent; les pourcentages de PCB pour chaque pic d'étalons Aroclor® ont été déterminés en utilisant la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse par Webb et McCall*, et sont donnés dans les tableaux 1, 2 et 3 tirés de leur article.

L'emploi de ces données n'est valide que lorsque le garnissage de la colonne et les conditions de fonctionnement permettent l'élution des isomères selon la répartition originale, que les conditions opératoires de la colonne et du détecteur donnent une résolution adéquate des pics et que la composition des Aroclor® employés comme étalons soit celle de ceux utilisés par Webb et McCall dans leurs recherches.

Il convient que les chromatogrammes obtenus à partir des étalons Aroclor® ressemblent étroitement aux chromatogrammes types des figures 1, 2 et 3.

* Webb, R.G. et McCall, A.C.: Quantitative PCB standard for electron capture gas chromatography, J. Chromatog. Sci. Vol. 11, juillet 1973, pp. 366-373.

- if practicable, using the same type of oil when preparing standard solutions as is present in the sample.

3.4 *Non-linearity of detector*

The response of EC detectors is proportional to PCB quantity only over a limited range; the response becomes non-linear if the quantities passing through the detector are too high. Quantities of solutions injected onto the column need to be sufficiently small for the detector to operate within its linear range.

3.5 *Effects of oxygen and water vapour*

Oxygen present in the carrier gas or in the purge gas can react with mineral oils in the chromatograph to give oxidation products to which EC detectors will respond. Care should be taken to ensure the purity of the carrier and purge gas, and to avoid leakages of air into the chromatograph injection port, column and detector. Oxygen and water vapour traps in the gas lines are recommended.

3.6 *Other components of the original askarels*

Tri- and tetra-chlorobenzenes were included in some askarels and are thus often found with PCBs in insulating liquids. They will produce strong responses in the EC detector, but they elute earlier than the first PCB peaks and do not usually interfere with the analysis. If present in unusually high concentrations they may obscure some of the earlier PCB peaks.

3.7 *Validity of chromatograms*

The quantitative analysis using Aroclor® standards relies on being able to associate a PCB contribution with each peak in the standard chromatogram; the PCB contributions for each peak in Aroclor® standards were measured using GC-MS methods by Webb and McCall* and are reproduced from that paper in Tables 1, 2 and 3.

It is only valid to use these data if the column packing and operating conditions give elution of isomers in the original groupings, if operating conditions of column and detector give adequate resolution of the peaks, and if the composition of the Aroclors® used as standards is the same as that used by Webb and McCall in their investigations.

The chromatograms obtained from the Aroclor® standards should closely resemble the specimen chromatograms shown in Figures 1, 2 and 3.

* Webb, R.G. and McCall, A.C.: Quantitative PCB standard for electron capture gas chromatography, J. Chromatog. Sci. Vol. 11, July 1973, pp. 366-373.