

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC
61619

Première édition
First edition
1997-04

Isolants liquides –

Contamination par les polychlorobiphényles (PCB) –
Méthode de détermination par chromatographie
en phase gazeuse sur colonne capillaire

iTeh STANDARD PREVIEW

Insulating liquids –

Contamination by polychlorinated biphenyls (PCBs) –
Method of determination by capillary column gas
chromatography



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61619: 1997

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 auprès du Bureau Central de la CEI.

Les renseignements relatifs à ces révisions, à l'établissement des éditions révisées et aux amendements peuvent être obtenus auprès des Comités nationaux de la CEI et dans les documents ci-dessous:

- **Bulletin de la CEI**
- **Annuaire de la CEI**
Publié annuellement
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement

Terminologie

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 50: *Vocabulaire Electrotechnique Internationale* (VEI), qui se présente sous forme de chapitres séparés traitant chacun d'un sujet défini. Des détails complets sur le VEI peuvent être obtenus sur demande. Voir également le dictionnaire multilingue de la CEI.

Les termes et définitions figurant dans la présente publication ont été soit tirés du VEI, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Symboles graphiques et littéraux

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera:

- la CEI 27: *Symboles littéraux à utiliser en électro-technique;*
- la CEI 417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles;*
- la CEI 617: *Symboles graphiques pour schémas;*

et pour les appareils électromédicaux,

- la CEI 878: *Symboles graphiques pour équipements électriques en pratique médicale.*

Les symboles et signes contenus dans la présente publication ont été soit tirés de la CEI 27, de la CEI 417, de la CEI 617 et/ou de la CEI 878, soit spécifiquement approuvés aux fins de cette publication.

Publications de la CEI établies par le même comité d'études

L'attention du lecteur est attirée sur les listes figurant à la fin de cette publication, qui énumèrent les publications de la CEI préparées par le comité d'études qui a établi la présente publication.

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 from the IEC Central Office.

Information on the revision work, the issue of revised editions and amendments may be obtained from IEC National Committees and from the following IEC sources:

- **IEC Bulletin**
- **IEC Yearbook**
Published yearly
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates

Terminology

For general terminology, readers are referred to IEC 50: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV), which is issued in the form of separate chapters each dealing with a specific field. Full details of the IEV will be supplied on request. See also the IEC Multilingual Dictionary.

The terms and definitions contained in the present publication have either been taken from the IEV or have been specifically approved for the purpose of this publication.

Graphical and letter symbols

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications:

- IEC 27: *Letter symbols to be used in electrical technology;*
- IEC 417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets;*
- IEC 617: *Graphical symbols for diagrams;*

and for medical electrical equipment,

- IEC 878: *Graphical symbols for electromedical equipment in medical practice.*

The symbols and signs contained in the present publication have either been taken from IEC 27, IEC 417, IEC 617 and/or IEC 878, or have been specifically approved for the purpose of this publication.

IEC publications prepared by the same technical committee

The attention of readers is drawn to the end pages of this publication which list the IEC publications issued by the technical committee which has prepared the present publication.

NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD

CEI
IEC

61619

Première édition
First edition
1997-04

Isolants liquides –

Contamination par les polychlorobiphényles (PCB) –
Méthode de détermination par chromatographie
en phase gazeuse sur colonne capillaire

iTeh STANDARD PREVIEW

Insulating liquids –
(standards.iteh.ai)

Contamination by polychlorinated biphenyls (PCBs) –
Method of determination by capillary column gas
chromatography

© IEC 1997 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 photocopie 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

e-mail: inmail@iec.ch

3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

V

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

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
Articles	
1 Domaine d'application et objet.....	6
2 Référence normative	6
3 Définitions	6
4 Principe.....	8
5 Réactifs et matériels auxiliaires	8
6 Appareillage	12
7 Echantillon	16
8 Conditions opératoires du chromatographe	16
9 Système de traitement des données	18
10 Contrôle du fonctionnement instrumental	20
11 Procédure	24
12 Rapport d'essai	34
13 Limite de détection	34
14 Fidélité.....	36
Annexes	
A Mélange d'essai	38
B Informations générales.....	52
C Bibliographie	62

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
Clause	
1 Scope and object.....	7
2 Normative reference.....	7
3 Definitions	7
4 Principle.....	9
5 Reagents and auxiliary materials	9
6 Apparatus	13
7 Sample	17
8 Chromatograph operating conditions	17
9 Data-processing system	19
10 Checks of instrumental performance.....	21
11 Procedure	25
12 Test report	35
13 Detection limit	35
14 Precision.....	37
Annexes	
A Test mixtures	39
B General informations.....	53
C Bibliography	62

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[IEC 61619:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fe-486f-42ef-9161-2f192c7bc12/iec-61619-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fe-486f-42ef-9161-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fe-486f-42ef-9161-2f192c7bc12/iec-61619-1997)

[2f192c7bc12/iec-61619-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fe-486f-42ef-9161-2f192c7bc12/iec-61619-1997)

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ISOLANTS LIQUIDES – CONTAMINATION PAR LES POLYCHLOROBIPHÉNYLES (PCB) – MÉTHODE DE DÉTERMINATION PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE SUR COLONNE CAPILLAIRE

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 61619 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/379/FDIS	10/408/RVD

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

L'annexe A fait partie intégrante de cette norme.

Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**INSULATING LIQUIDS –
CONTAMINATION BY POLYCHLORINATED BIPHENYLS (PCBs) –
METHOD OF DETERMINATION BY
CAPILLARY COLUMN GAS CHROMATOGRAPHY**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 61619 has been prepared by technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

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

FDIS	Report on voting
10/379/FDIS	10/408/RVD

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

Annex A forms an integral part of this standard.

Annexes B and C are for information only.

ISOLANTS LIQUIDES – CONTAMINATION PAR LES POLYCHLOROBIPHÉNYLES (PCB) – MÉTHODE DE DÉTERMINATION PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE SUR COLONNE CAPILLAIRE

1 Domaine d'application et objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la concentration des polychlorobiphényles (PCB) dans les liquides isolants non halogénés, par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire à haute résolution utilisant un détecteur à capture d'électrons (ECD).

La méthode donne la teneur totale en PCB et est particulièrement utile quand une analyse détaillée des congénères des PCB est nécessaire. D'autres méthodes telle que la CEI 60997 peuvent être utilisées lorsqu'une analyse moins détaillée est acceptable.

La méthode est applicable aux liquides isolants neufs, régénérés (y compris les produits déchlorés et traités chimiquement et/ou physiquement), ou en service contaminés par des PCB.

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Tout document normatif est sujet à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 60475: 1974, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent:

3.1 Polychlorobiphényles (PCB)

Biphényle substitué par un à dix atomes de chlore.

NOTE – Pour les besoins légaux, les congénères avec un, deux ou dix atomes de chlore peuvent être exclus de cette définition.

3.2 Congénère

Tous les dérivés chlorés du biphényle, quel que soit le nombre d'atomes de chlore, sont nommés congénères.

NOTE – Il y a 209 congénères de PCB possibles. Ceux-ci sont répertoriés dans le tableau B.1. Les numéros des congénères (UICPA)* sont destinés à faciliter leur identification; ils ne représentent pas l'ordre d'éluion chromatographique.

* Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée

INSULATING LIQUIDS – CONTAMINATION BY POLYCHLORINATED BIPHENYLS (PCBs) – METHOD OF DETERMINATION BY CAPILLARY COLUMN GAS CHROMATOGRAPHY

1 Scope and object

This International Standard specifies a method for the determination of polychlorinated biphenyl (PCB) concentration in non-halogenated insulating liquids by high-resolution capillary column gas chromatography using an electron capture detector (ECD).

The method gives the total PCB content and is especially useful when a detailed analysis of PCB congeners is necessary. Other methods, such as IEC 60997, may be used when a less detailed analysis is acceptable.

The method is applicable to unused, reclaimed (including dechlorinated and chemically and/or physically treated), or used insulating liquids contaminated by PCBs.

2 Normative reference

The following normative document contains provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this normative document. At the time of publication, the edition indicated was valid. All normative documents are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative document indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of current valid International Standards.

IEC 60475: 1974, *Method of sampling liquid dielectrics*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fc-486f-42cf-9161-12192c76c127/iec-61619-1997>

3 Definitions

For the purposes of the International Standard, the following definitions apply:

3.1 *Polychlorinated biphenyl (PCB)*

A biphenyl substituted by one to ten chlorine atoms.

NOTE – For legal purposes, congeners with one, two or ten chlorine atoms may be excluded from this definition.

3.2 *Congener*

All the chlorine derivatives of biphenyl, irrespective of the number of chlorine atoms, are termed congeners.

NOTE – There are 209 possible PCB congeners. These are listed in table B.1. The congener numbers (IUPAC)* are for easy identification; they do not represent the order of chromatographic elution.

* International Union of Pure and Applied Chemistry.

4 Principe

Les congénères de PCB sont déterminés par chromatographie en phase gazeuse à température programmée. Le chromatographe utilise une colonne capillaire à haute résolution pour séparer les PCB en un seul ou en petits groupes de congénères coéluants.

La sensibilité du détecteur à capture d'électrons (ECD) peut être réduite par la présence d'huile minérale. Dans cette méthode, l'échantillon est dilué 100 fois pour minimiser cet effet.

Une procédure de traitement des échantillons (nettoyage) est utilisée pour éliminer la plupart des impuretés susceptibles d'interférer avec la détermination.

Des composés de référence sont inclus pour permettre le calcul des temps de rétention relatifs expérimentaux (ERRT) qui sont comparés à un fichier de données des ERRT des pics pour identifier les congénères seuls ou en groupes non résolus. Un étalon interne est ajouté pour la quantification.

Les facteurs de réponse relatifs (RRF), extraits des fichiers de données (9.1), corrigés par les facteurs de réponse relatifs expérimentaux (ERRF) obtenus à partir des composés de référence, sont appliqués aux pics identifiés pour quantifier les (ou les groupes de) congénères individuels et les valeurs sommées pour obtenir la teneur totale en PCB.

5 Réactifs et matériels auxiliaires

5.1 Réactifs et étalons

Tous les réactifs et matériels utilisés, y compris ceux utilisés pour le nettoyage, doivent être exempts de contamination par les PCB et de composés détectables à l'ECD.

5.1.1 Solvant

IEC 61619:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fc-486f-42cf-9161-2f150e5c-2f150e5c>

Hexane, heptane, cyclohexane ou iso-octane (triméthyl 2,2,4 pentane) de haute pureté, exempts de contamination par les PCB et à faible teneur en composés détectables à l'ECD.

5.1.2 Hexachlorobenzène

Pureté d'au moins 99 %, utilisé pour vérifier la sensibilité du détecteur.

5.1.3 Isolant liquide

Un isolant liquide de même type que la matrice de l'échantillon, contrôlé comme étant exempt de PCB ou d'autres substances pouvant interférer.

5.1.4 Solution du congénère 30 (C30)

Solution à 10 mg/l de solvant (5.1.1) achetée en solution ou préparée à partir du produit pur (pureté: au moins 99 %).

5.1.5 Solution du congénère 209, décachlorobiphényle (DCB)

Solution à 10 mg/l de solvant (5.1.1) achetée en solution ou préparée à partir du produit pur (pureté: au moins 99 %).

4 Principle

The PCB congeners are determined by temperature programmed gas chromatography. The chromatograph uses a high-efficiency capillary column to separate the PCBs into single or small groups of overlapping congeners.

The sensitivity of the electron capture detector (ECD) may be reduced by the presence of mineral oil. In this method the sample is diluted 100 times to reduce this effect to a minimum.

A sample preparation (clean-up) procedure is used to remove most of the impurities likely to interfere with the determination.

Reference compounds are included to enable calculation of experimental relative retention times (ERRTs) which are compared to a data file of peak ERRTs to identify individual or groups of unresolved congeners. An internal standard is added for quantification.

Relative response factors (RRF), taken from the data files (9.1), corrected by experimental relative response factors (ERRFs) obtained from reference compounds, are applied to identified peaks to quantify the individual (or groups of) congeners, and the values summed to give total PCB content.

5 Reagents and auxiliary materials

5.1 Reagents and standards

All reagents and materials, including those for clean-up, shall be free from PCB contamination and compounds responding to the ECD.

5.1.1 Solvent

Hexane, heptane, cyclohexane or isooctane (2,2,4-trimethylpentane), high purity, free from PCB contamination and low in compounds that respond to the ECD.

5.1.2 Hexachlorobenzene

Purity 99 % at least, used for checking detector sensitivity.

5.1.3 Insulating liquid

An insulating liquid, checked to be free from PCBs or other interfering substances, of the same type as is present in the sample.

5.1.4 Congener 30 solution (C 30)

10 mg/l in solvent (5.1.1) purchased in solution or prepared from pure material (purity 99 % at least).

5.1.5 Congener 209 (DCB), decachlorobiphenyl solution

10 mg/l in solvent (5.1.1) purchased in solution or prepared from pure material (purity 99% at least).

5.1.6 Solution étalon de congénères de PCB sélectionnés

Mélange étalon certifié dans le solvant (5.1.1) contenant au moins les congénères suivants: 18, 28, 31, 44, 52, 101, 118, 138, 149, 153, 170, 180, 194 et 209, à une concentration de 10 mg/l chacun (voir B.3).

5.2 Etalons de PCB commerciaux (voir B.4)

5.2.1 Solutions d'Aroclors® 1242, 1254 et 1260 dans le solvant (5.1.1)

Concentration requise 50 mg/l ou plus, généralement 1 000 mg/l.

5.2.2 Solutions d'Aroclors® 1242, 1254 et 1260 dans l'huile

Solutions à 50 mg/kg d'Aroclors® 1242, 1254 et 1260 dans de l'isolant liquide neuf, soit sous forme de mélanges commerciaux étalons, soit sous forme de mélanges préparés à partir de produits purs.

5.3 Gaz pour chromatographie en phase gazeuse

5.3.1 Gaz vecteur: hélium ou hydrogène de pureté au moins égale à 99,99 %.

5.3.2 Gaz d'appoint: argon/méthane, 95 % / 5 %. En variante, on peut utiliser de l'azote d'une pureté minimale de 99,99 %.

5.4 Etalon interne/solutions de référence

NOTE – Il convient de stocker les étalons dans un endroit frais et à l'abri de la lumière.

5.4.1 Solution étalon interne 2 (IS 2)

2 mg/l C209 (DCB), 2 mg/l C30.

Prélever avec une pipette (5.8.3) 5 ml de solution de DCB (5.1.5) et 5 ml de solution C30 (5.1.4), les mettre dans une fiole jaugée de 25 ml, puis compléter jusqu'au repère avec le solvant (5.1.1).

5.4.2 Solution étalon interne 0,5 (IS 0,5)

0,5 mg/l C209 (DCB), 0,5 mg/l C30.

Procéder comme en 5.4.1 en utilisant une fiole jaugée de 100 ml.

5.5 Solution de mélange d'essai (pour évaluation du système)

Peser dans une fiole jaugée de 20 ml, à 0,001 g près, les quantités suivantes de solutions d'isolant liquide (5.2.2): 0,50 g de la solution d'Aroclor® 1260 à 50 mg/kg, 0,50 g de la solution d'Aroclor® 1254 à 50 mg/kg, et 1,00 g de la solution d'Aroclor® 1242 à 50 mg/kg.

Ajouter avec une pipette 1 ml de solution IS 2 (5.4.1) et compléter le volume avec du solvant.

Avant d'être utilisée, il convient que cette solution soit traitée comme défini en 11.1.3.

5.6 Solution mère étalon de mélange de congénères

Peser dans une fiole de 20 ml, à 0,001 g près, 2,0 g d'isolant liquide (5.1.3) et ajouter 1 ml de la solution étalon de congénères de PCB (5.1.6). Compléter jusqu'au trait avec le solvant (5.1.1).

5.1.6 Calibration solution of selected PCB congeners

Certified calibration mixture in solvent (5.1.1) containing at least the following PCB congeners at a concentration of 10 mg/l each: 18, 28, 31, 44, 52, 101, 118, 138, 149, 153, 170, 180, 194 and 209 (see B.3).

5.2 Commercial PCB standards (see B.4)

5.2.1 Solutions of Aroclors® 1242, 1254 and 1260 in solvent (5.1.1)

Concentration required 50 mg/l or more, typically 1000 mg/l.

5.2.2 Solutions of Aroclors® 1242, 1254 and 1260 in oil

50 mg/kg solutions of Aroclors® 1242, 1254 and 1260 in unused insulating liquid, either purchased as standardized solutions or prepared from pure material.

5.3 Gas chromatography gases

5.3.1 Carrier gas: helium or hydrogen, purity 99,99 % at least.

5.3.2 Make-up gas: argon/methane, 95 % / 5 %. Alternatively, 99,99 % minimum purity nitrogen can be used.

5.4 Internal standard/reference solutions

NOTE – Standards should be stored in a cool, dark place.

5.4.1 Internal standard solution 2 (IS 2)

2 mg/l C209 (DCB), 2 mg/l C30.

Pipette (5.8.3) 5 ml of DCB solution (5.1.5) and 5 ml C30 solution (5.1.4) into a 25 ml volumetric flask, make up to the mark with solvent (5.1.1).

5.4.2 Internal standard solution 0,5 (IS 0,5)

0,5 mg/l C209 (DCB), 0,5 mg/l C30.

Follow 5.4.1 using a 100 ml volumetric flask.

5.5 Test mixture solution (for system evaluation)

Into a 20 ml volumetric flask: weigh, to the nearest 0,001 g, 0,50 g of 50 mg/kg Aroclor® 1260, plus 0,50 g of 50 mg/kg Aroclor® 1254 plus 1,00 g of 50 mg/kg Aroclor® 1242 solutions in insulating liquid (5.2.2).

Add by pipette 1 ml of IS 2 solution (5.4.1) and make up to volume with solvent.

Prior to use this solution shall be treated as per 11.1.3.

5.6 Calibration – congener mix stock solution

Into a 20 ml volumetric flask: weigh, to the nearest 0,001 g, 2,0 g of insulating liquid (5.1.3) and add 1 ml of the calibration PCB congener mix (5.1.6). Make up to the mark with solvent (5.1.1).

5.7 *Solution étalon de mélange de congénères (pour les facteurs de réponse)*

Soumettre 500 µl de la solution (5.6) à la procédure de nettoyage (11.1.3). La solution finale convient pour la détermination des facteurs de réponse relatifs.

Préparer une nouvelle solution chaque mois.

5.8 *Verrerie*

5.8.1 Fioles jaugées de 100, 50, 25, 10 et 5 ml (tolérance meilleure que $\pm 0,4 \%$)

5.8.2 Seringues et pipettes:

Seringue ou pipette de 500 µl $\pm 5 \mu\text{l}$,

Seringues de précision pour chromatographie en phase gazeuse de 1 µl et 5 µl.

5.8.3 Pipettes volumétriques de 1, 2 et 5 ml, classe A

5.9 *Colonnes et accessoires pour la préparation des échantillons*

5.9.1 Colonnes pour extraction en phase solide, du commerce ou fabriquées au laboratoire:

Colonne de gel de silice de 3 ml, masse d'adsorbant de 500 mg, granulométrie de 40 µm,

Colonne d'acide benzène sulfonique de 3 ml, masse d'adsorbant de 500 mg, granulométrie de 40 µm.

5.9.2 Adaptateur tête de colonne pour assembler les deux colonnes

5.9.3 Collecteur à vide pour colonnes – facultatif

[IEC 61619:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fc-486f-42cf-9161-f2f192c7bc12/iec-61619-1997)

6 Appareillage <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fc-486f-42cf-9161-f2f192c7bc12/iec-61619-1997>

6.1 *Chromatographe en phase gazeuse*

Chromatographe en phase gazeuse à haute résolution, doté d'une régulation de température de four permettant une bonne reproductibilité et capable, lorsqu'il est utilisé avec la colonne appropriée et dans de bonnes conditions, de séparer le mélange d'essai (5.5) au moins aussi bien que dans la figure A.1 (90 pics observés), et de reproduire les temps de rétention relatifs avec une précision égale ou supérieure à $\pm 0,0015$.

Il convient d'équiper les circuits de gaz (gaz vecteur et gaz d'appoint) d'absorbeurs d'eau et d'oxygène.

L'alimentation en gaz vecteur doit être capable de fonctionner avec une colonne de 50 m à une efficacité maximale, en utilisant comme gaz vecteur He ou H₂, par exemple par régulation de pression en tête de colonne.

La plage de réglage du programmeur de température du four doit permettre d'atteindre la séparation requise.

6.1.1 *Injecteur*

On peut utiliser soit un injecteur du type «on-column» soit un injecteur de type «split/splitless».

5.7 Congener mix calibration solution (for response factors)

Submit 500 µl of solution (5.6) to the clean-up (11.1.3). The final solution is suitable for the determination of relative factors.

Prepare a fresh solution monthly.

5.8 Glassware

5.8.1 Volumetric flasks 100, 50, 25, 10 and 5 ml (tolerance better than $\pm 0,4\%$)

5.8.2 Syringes and pipettes:

500 µl \pm 5 µl syringe or pipette,

1 µl and 5 µl gas chromatography precision syringes.

5.8.3 Bulb pipettes (volumetric) 1, 2 and 5 ml class A

5.9 Columns and accessories for sample preparation

5.9.1 Commercial or self-packed solid-phase extraction columns:

3 ml silica gel column, adsorbent weight 500 mg, particle size 40 µm,

3 ml benzenesulphonic acid column, adsorbent weight 500 mg, particle size 40 µm.

5.9.2 Column adapter, for joining two columns

5.9.3 Vacuum manifold column processor – optional

6 Apparatus

6.1 Gas chromatograph (GC)

IEC 61619:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fc-486f-42cf-9161-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/138ed0fc-486f-42cf-9161-21927bc22ce6169-1997)

A high-resolution gas chromatograph with accurately reproducible oven temperature control, capable, when used with the appropriate column and conditions, of resolving the test mixture (5.5) at least as well as in figure A.1 (90 peaks observed) and of reproducing relative retention times to within $\pm 0,0015$.

The gas lines (carrier gas and make-up gas) shall be fitted with water vapour and oxygen traps.

The carrier gas supply system shall be capable of running with a 50 m column at maximum efficiency using He or H₂ carrier gas, e.g. adequate column head pressure.

The oven temperature programmer shall have a range that can be set to attain the required resolution.

6.1.1 Injector

Either an “on-column” injector or a “split/splitless” injector may be used.