

# Which analytical tools/instruments/techniques are used for POPs

## A general walk through the analysis

**Kay Kelterer**  
**Eurofins GfA Lab Service GmbH**  
**Großmoorbogen 25, 21079 Hamburg, Germany**

**23.04.2015**

The POPs started with...



of the Stockholm convention in 2001 to ban or reduce the use of 12 Persistent Organic Pollutants.

### **Pesticides:**

**Aldrin, chlordane, DDT, dieldrin, endrin, heptachlor, hexachlorobenzene, mirex, toxaphene**

### **Industrial chemicals:**

**Hexachlorobenzene, polychlorinated biphenyls (PCBs)**

### **By-products:**

**Hexachlorobenzene; polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins and polychlorinated dibenzofurans (PCDD/PCDF), and PCBs.**

**The list of POPs is still growing:**

**2009 → nine new POPs** (chlordecone, alpha hexachlorocyclohexane, beta hexachlorocyclohexane, lindane, pentachlorobenzene, hexabromobiphenyl, hexabromodiphenyl ether and heptabromodiphenyl ether, perfluorooctane sulfonic acid, its salts and perfluorooctane sulfonyl fluoride, tetrabromodiphenyl ether and pentabromodiphenyl ether)

**2011 → one new** (Endosulan)

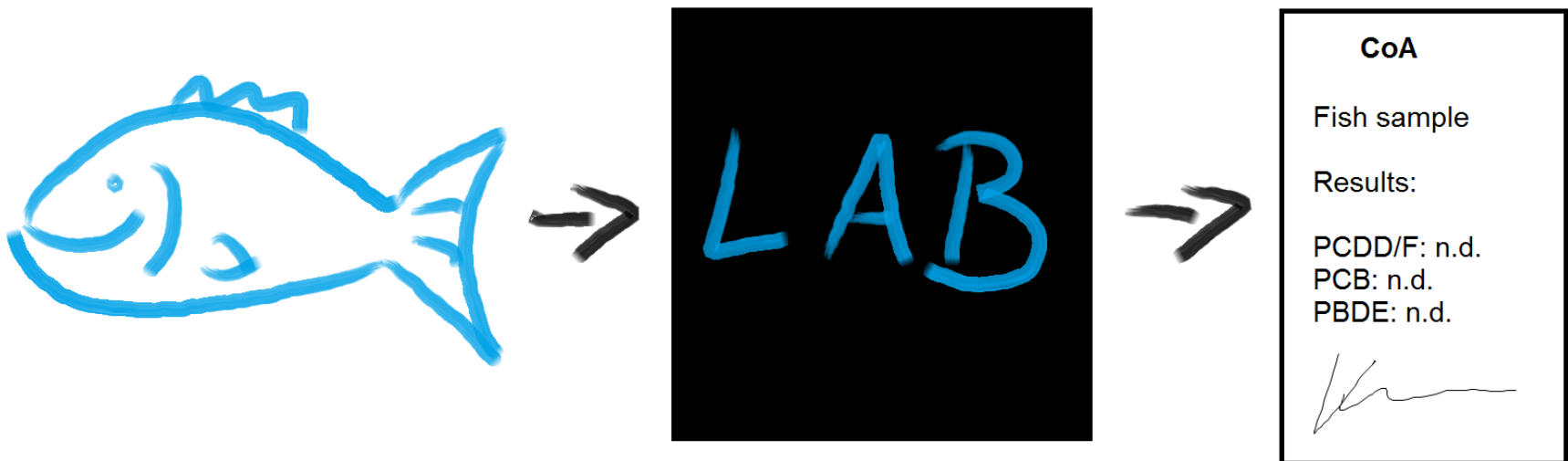
**2013 → one new**(Hexabomocycododecane)

**2015 → There are several substances under discussion.**

For more details: [www.pops.int](http://www.pops.int) (official homepage of the Stockholm convention)

You have the sample and need a result.

Labs usually need samples and produces results.



**In the beginning there was the sampling ...**

**Usually sampling is in the responsibility of the client.**

**Be always aware the best analytical tool are not able to compensate for mistakes during sampling.**

**We assume that the lab gets a representative sample.**

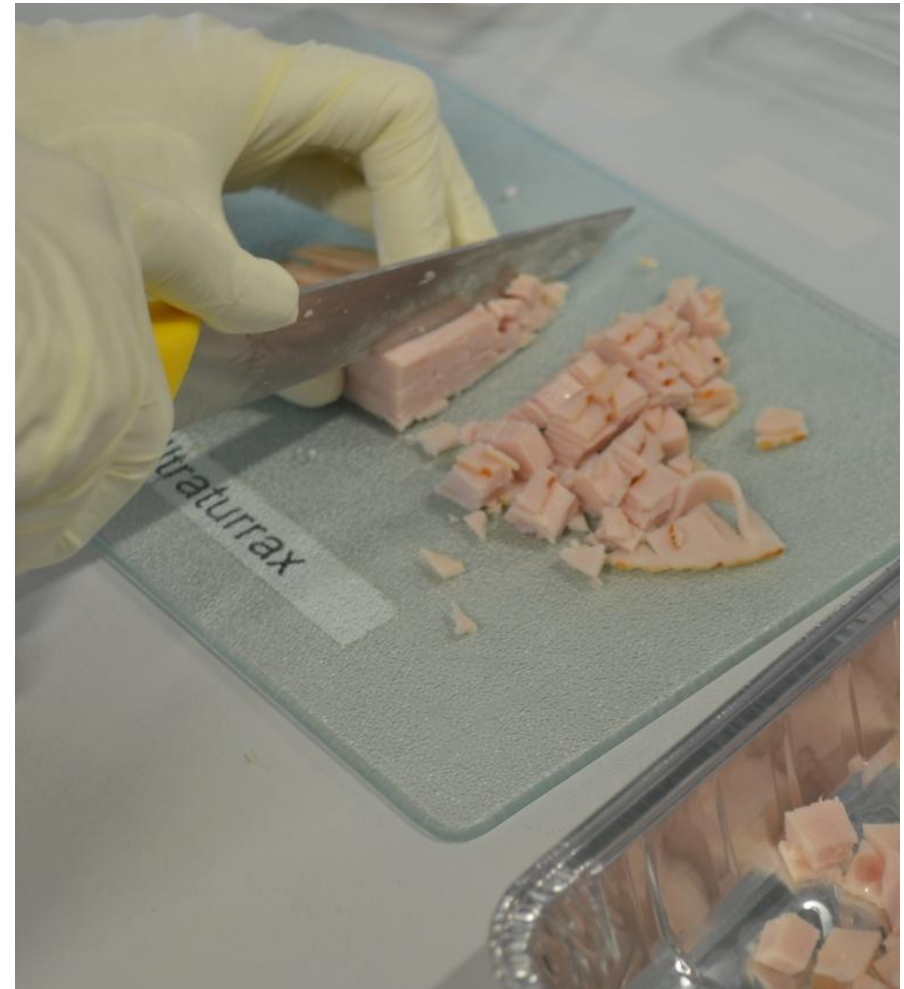


## Sample preparation:

The sample needs to be prepared for the next steps. Depending on matrix different steps are necessary.



**Every following step has to be done with a homogenised sample and/or a representative part of the sample (e.g. edible part of fish according to EU legislation)**





**Tools:**  
**Knife**  
**Cutter**  
**Grinder**  
**Mills**

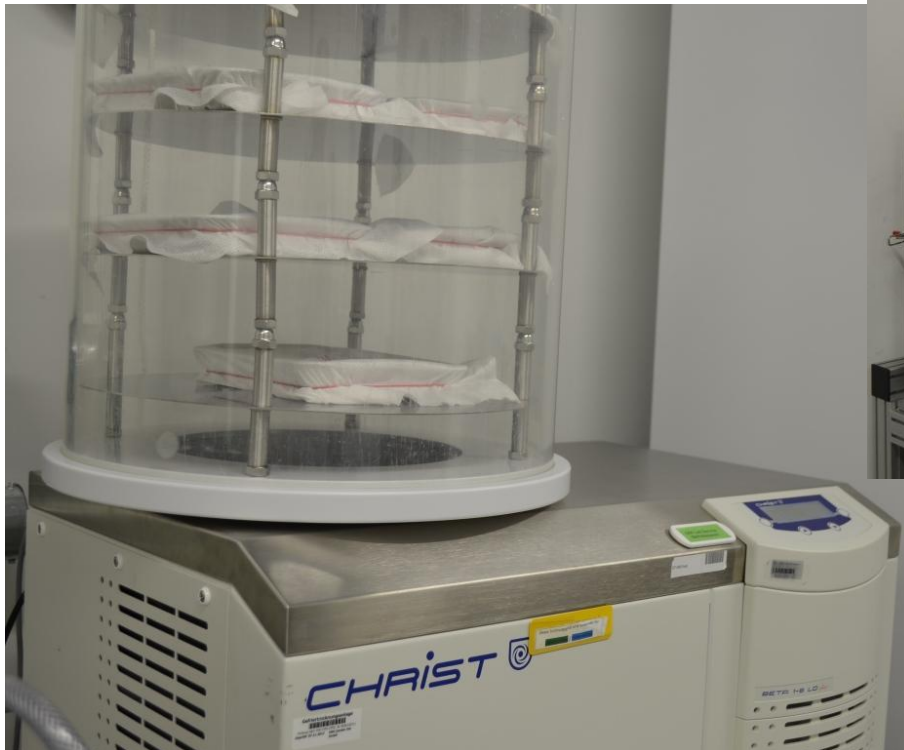


**For the extraction with solvents, water is interfering.**

**Water needs to be removed (drying) or bonded (chemical).**



**Tools:**  
Freeze dryer  
Drying oven



**Chemicals:**  
Sodium sulphate ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )  
Polyacrylic acid (PAA)

**The POPs need to be extracted from the sample matrix.**

**Several techniques depending on the specific POP are useful.**

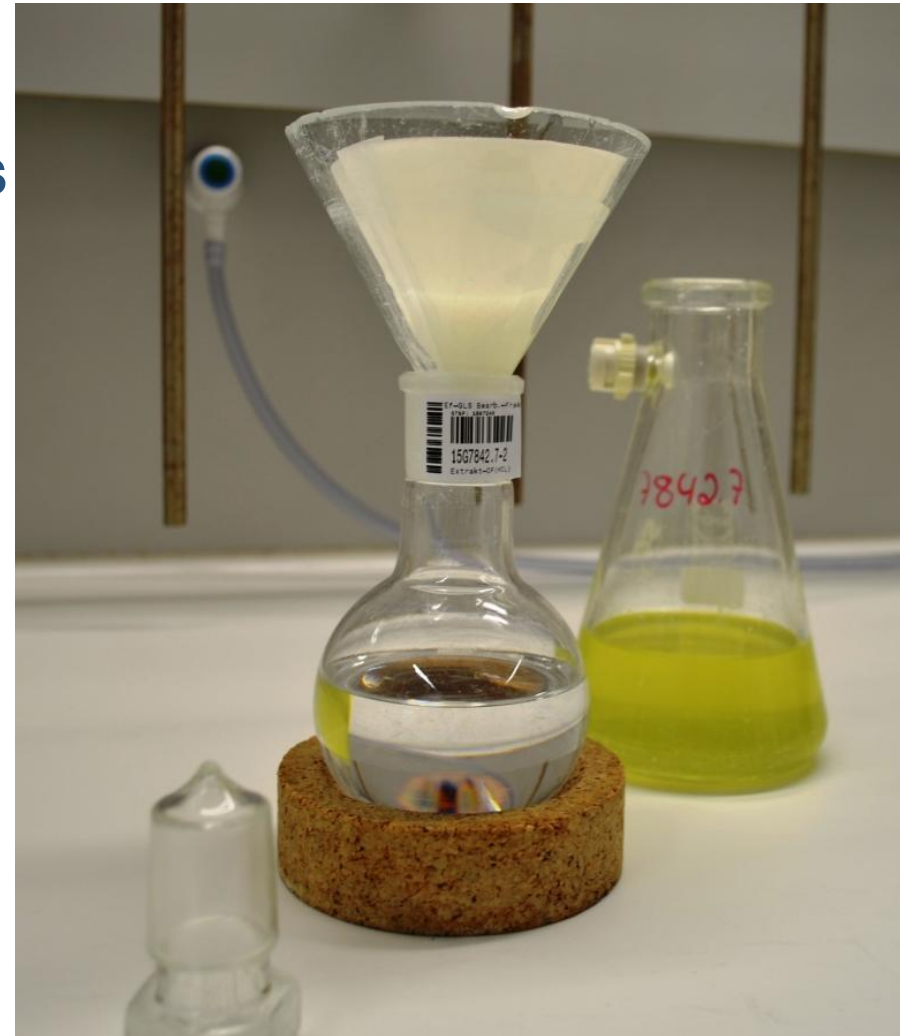


## Tools:

Dissolve in solvent → e.g. Oils

Liquid / liquid → e.g. Water

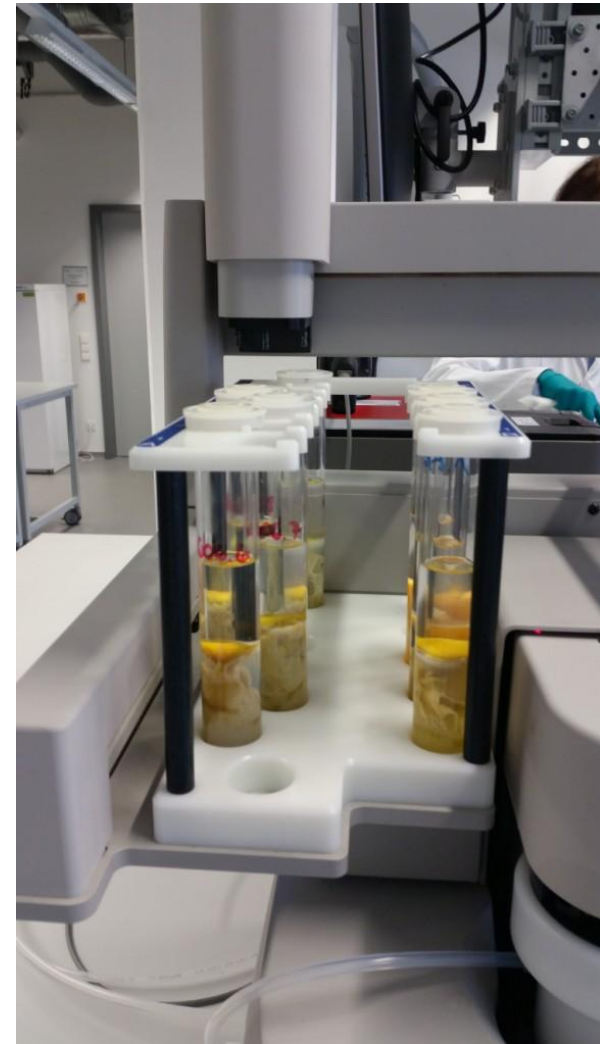
HCl digestion → e.g. Fly Ash



### Tools:

Ultrasonic bath → e.g. PFC

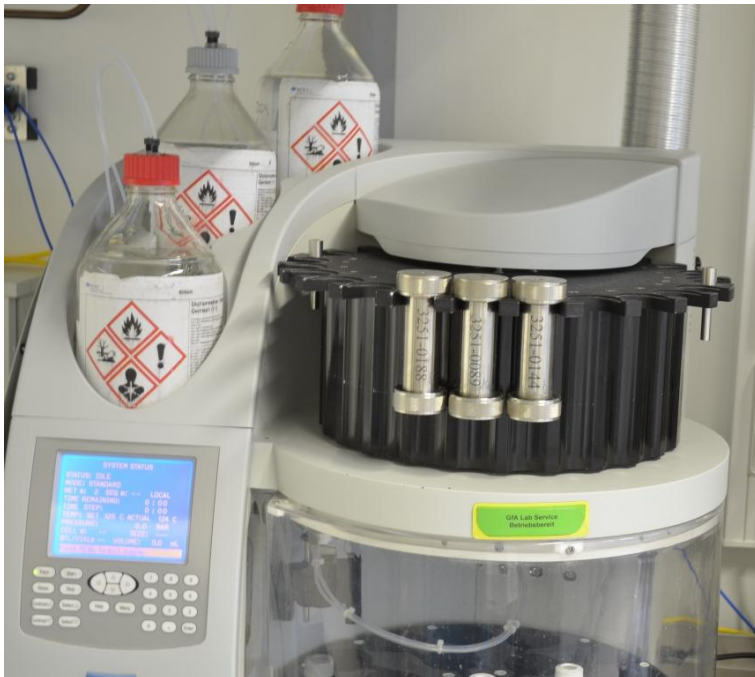
Microwave → e.g. Eggs



## Tools:

Soxhlet → e.g. Feed

ASE → e.g. Fish



**A mixture of several substances has been extracted.**

**To prepare the sample extract for measurement interferences have to be removed.**





## Tools:

**Glass columns filled with different adsorbents.**

**Adsorbents differ from substance to substance.**



## Chemicals:

Silica gel (pure or mixed)

Aluminium oxide

Florisil

Carbon

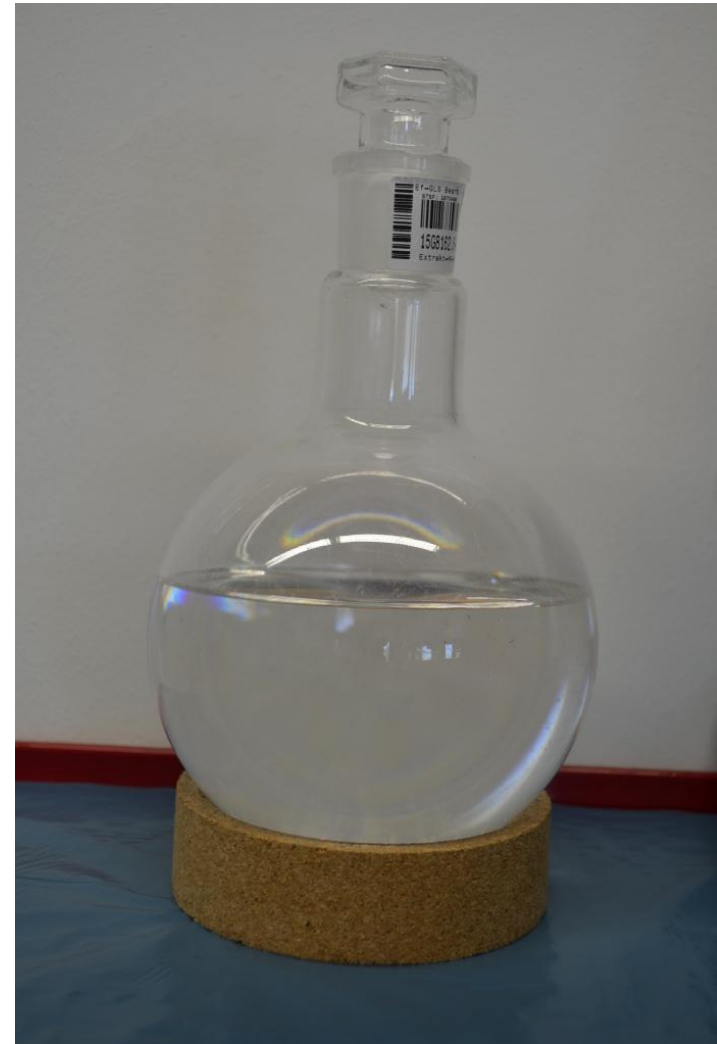


## Tools: Automated systems



**Reduction of the (partly enormous) volume of solvent.**

**For some of the POPs the final volume has to be reduced down to  $10\mu\text{L}$ .**

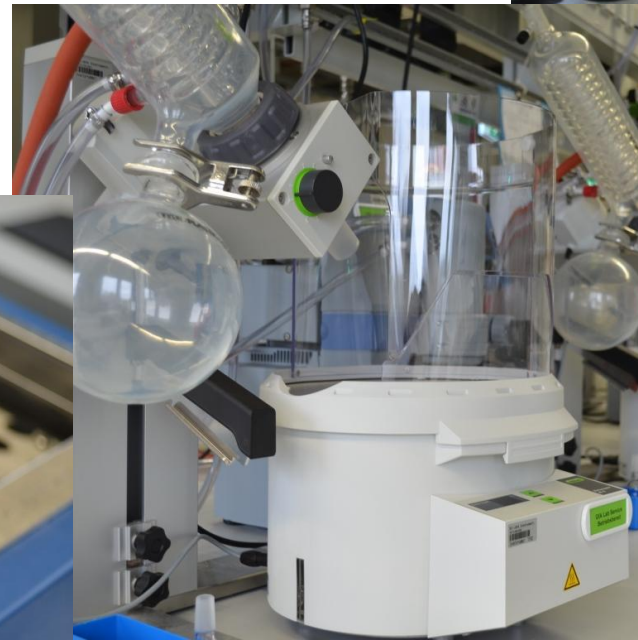


## Tools:

Rotary evaporator

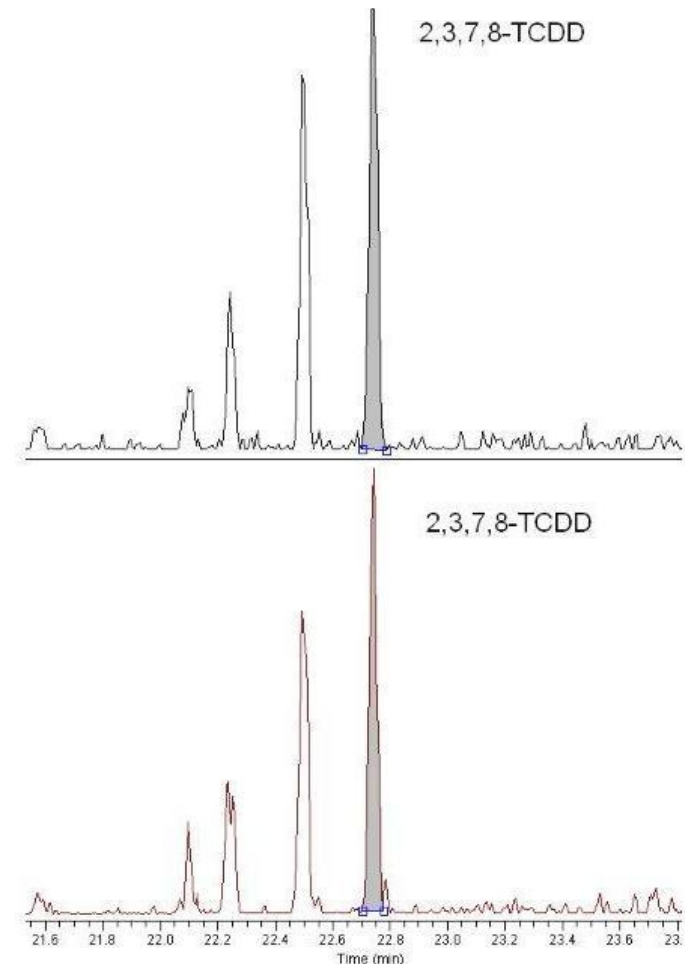
Turbo vap

Gentle flow of Nitrogen



**For visualisation different mass spectrometers are used in combination with a chromatographic system.**

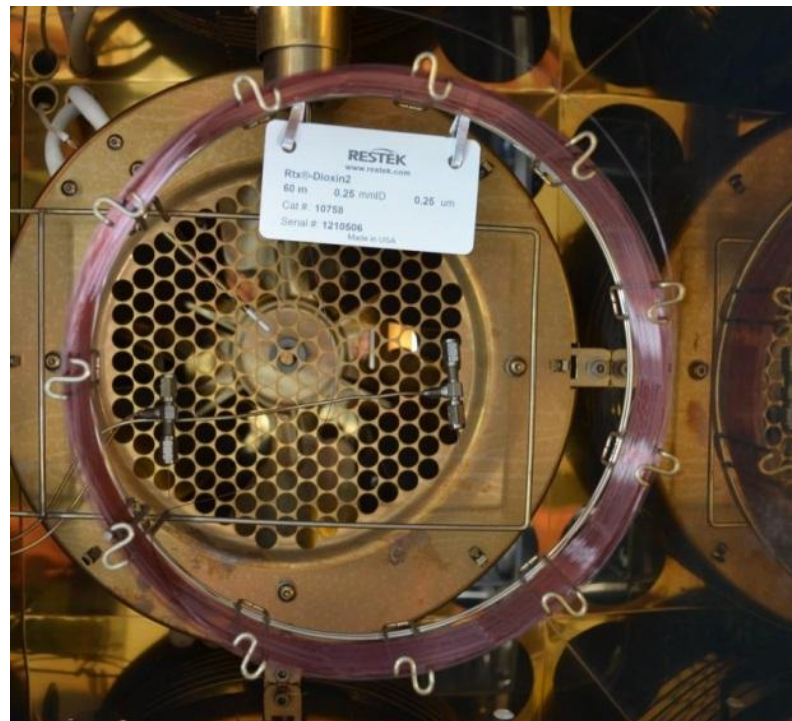
**Outcome:  
Signals = Peaks**



## Chromatographic tools:

Gas Chromatograph

Liquid Chromatograph



**Measurement tools:**  
**LRMS (Low Resolution)**  
**HRMS (High Resolution)**  
**MS/MS (Triple Quad)**





# Calculation software (from instrument producer or proprietary software)



## Tools:

LIMS coupled with the calculation software to generate the CoA.

For special requests individual reports are possible...

**GMP**

**Certificate of Analysis**

*PCDD/Fs, PCBs and PBDEs*

*Client*  
This can be your GMP report  
Just call your local Eurofins sales manager

Alesund  
Norge

*Client Sample ID*


Fish number 123456789

*Contract Research Organisation*  
Eurofins GfA Lab Service GmbH  
Großmoorbogen 25  
21079 Hamburg  
Germany

*Eurofins Project No.*  
15G1234567

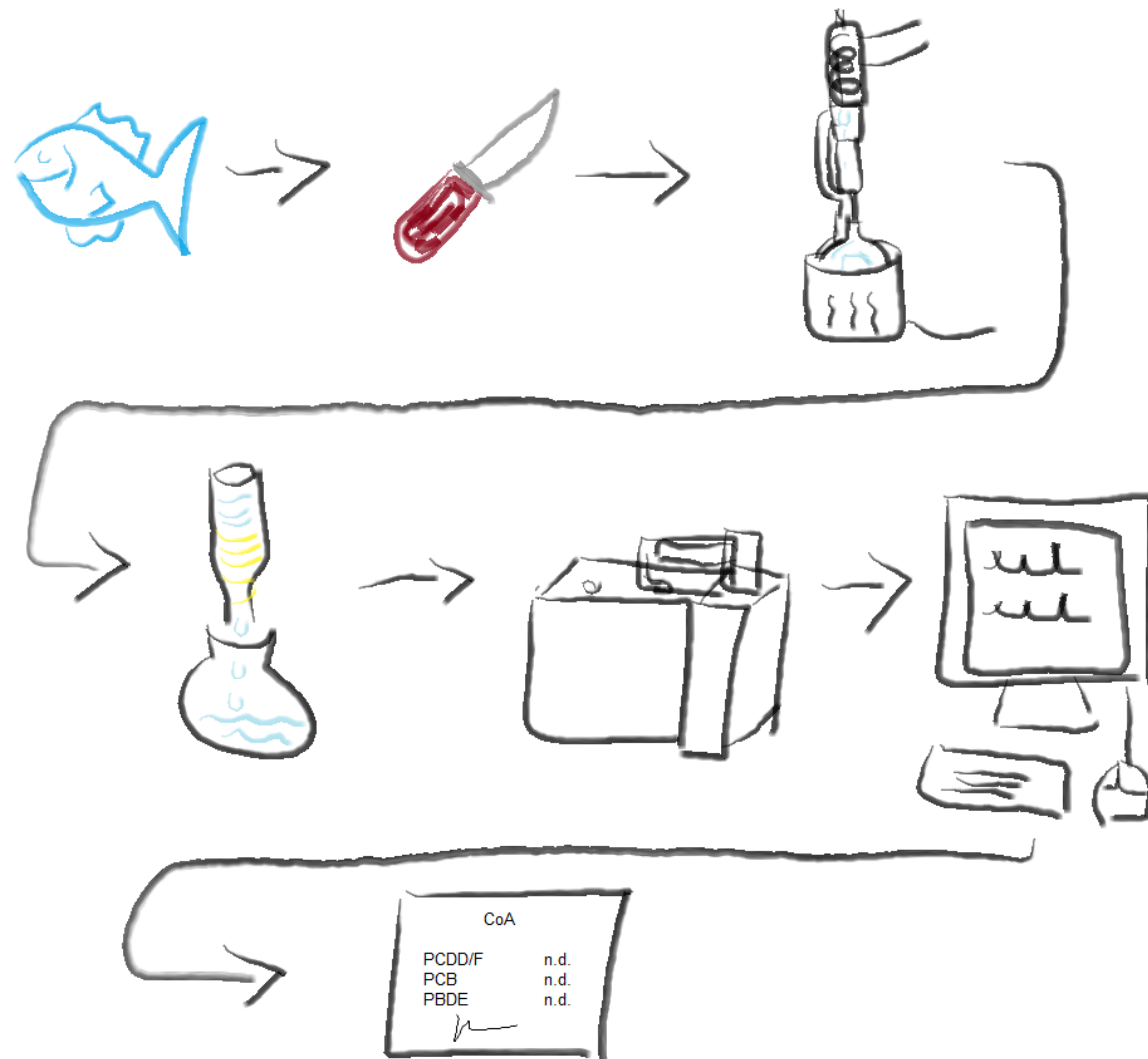
*Version*  
1

*Date*  
20 April 2015



# Summary:

- Sample
- Preparation
- Extraction
- Cleanup
- Measurement
- Calculation
- Report



## Quality systems: DIN EN ISO/IEC 17025 cGMP

## R&D: For scientific projects and speciality analyses



### Freie und Hansestadt Hamburg Behörde für Gesundheit und Verbraucherschutz

Behörde für Gesundheit und Verbraucherschutz (BGV, V4133)  
Bilmerstraße 60, 20539 Hamburg

Eurofins GfA Lab Service GmbH  
Neuländer Kamp 1  
21079 Hamburg

Amf für Verbraucherschutz  
Fachabf. Patientenschutz und Sicherheit in der Medizin  
Referat Pharmaziewesen

Postfachadresse: Bilmerstraße 60, 20539 Hamburg  
Hausadresse: Kurt-Schumacher-Allee 4,  
20087 Hamburg

Ansprechpartner: Herr Blümer, Zimmer 5.54  
Telefon: (040) 426 37 - 3091  
Telefax: (040) 4273 - 10017  
E-Mail: norman.blumer@bgr.hamburg.de

Gesch. Z.: V4133/517-02.13/1 Eurofins GfA

Hamburg, 07.03.2012

#### Behördliche Überwachung gemäß § 64 Arzneimittelgesetz (AMG)

Hiermit wird bestätigt, dass die Eurofins GfA Lab Service GmbH als externes Prüflabor gemäß § 14 (4) AMG Arzneimittel im Auftrag von Arzneimittelherstellern prüft.

Diesbezüglich unterliegt die Eurofins GfA Lab Service GmbH der Überwachung durch die Behörde für Gesundheit und Verbraucherschutz der Freien und Hansestadt Hamburg.

Die letzte GMP-Inspektion wurde am 22.12.2011 durchgeführt.

  
Blümer  
Regierungsoberinspektor



#### Monitoring according to S German Drug Law by the Authority

We hereby confirm that the Service GmbH is considered testing laboratory according German Drug Law that test products on behalf of pharm manufacturers.

In this regard, the Eurofins ( GmbH is subject to monitoring of Health and Consumer Pr. Free and Hanseatic City of I

The last GMP inspection has on December 22, 2011.

Blümer  
Administrative Officer in Charge



#### Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH

Befähigung gemäß § 8 Absatz 1 AkkStelleG i. V. m. § 1 Absatz 1 AkkStelleGG von EA, ILAC und IAF zur gegenseitigen Anerkennung

#### Akkreditierung



Die Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH bestätigt hiermit, dass das Prüflaboratorium

**Eurofins GfA Lab Service GmbH**

an den Standorten

**Neuländer Kamp 1, 21079 Hamburg  
Otto-Hahn-Straße 22, 48161 Münster**

die Kompetenz nach DIN EN ISO/IEC 17025:2005 besitzt, Prüfungen in folgenden Bereichen durchzuführen:

ausgewählte physikalische-chemische und chemische Untersuchungen von Abfall, Abgas, Abwasser, Aschen, Außenluft, Böden, Biota, Blut, Brandrückständen, Chemikalien, Deponiesickerwasser, Depositionen, Feststoffen, Filterstaub, Futtermitteln, Futtermittelzusatzstoffen, Grundwasser, Holz, Humanproben, Immissionsproben, Innenraumluft, Klärschlamm, Kompost, Kunststoffen, Lebensmitteln, Luft, Mineralölen, Oberflächenwasser, Pflanzen, pflanzlichem und tierischem Material, Reststoffen, Ruß, Schlacken, Schlamm, Sedimenten, Stäuben, Verbrennungsrückständen aus Müllverbrennungsanlagen, Textilien, tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen, Tiermehl, Wasser, Verwertung und Zellstoffprodukten; Fachmodule Wasser, Abfall sowie Boden und Altlasten; Modul Immissionsschutz

Die Akkreditierungsurkunde gilt nur in Verbindung mit dem Bescheid vom 19.12.2012 mit der Akkreditierungsnummer D-PL-14629-01 und ist gültig bis 18.12.2017. Sie besteht aus diesem Deckblatt, der Rückseite des Deckblatts und der folgenden Anlage mit insgesamt 27 Seiten.

Registrierungsnummer der Urkunde: D-PL-14629-01-00

Im Auftrag

  
Andrea Valbuena  
Abteilungsleiterin

Berlin, 19.12.2012

Siehe Hinweisseite auf der Rückseite

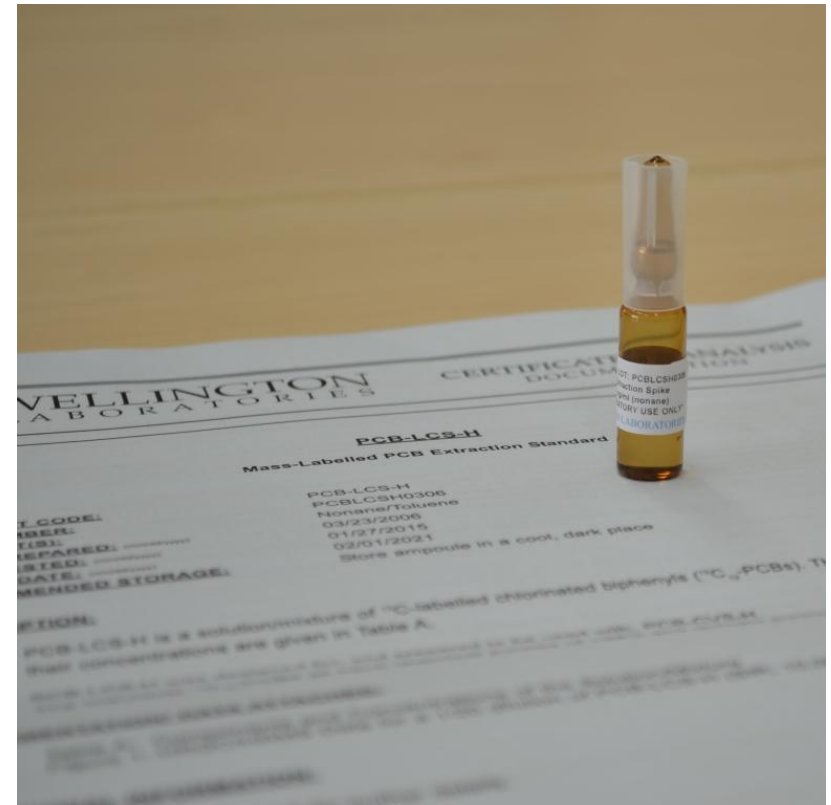
### Lab structure:

Spacial separation according to contamination levels

Waste disposal; material supply

### Reference standards:

Certified standards



# Most important: Experienced staff



**Questions?**

**Thanks for your kind attention 😊**

**Enjoy the coffee break!**