

Project 71.513. 11

Ontwerpen van (multi)residumethoden voor de opsporing en identificatie van milieucontaminanten

Projectleider: W.A. Traag

Rapport 98.016

Juli 1998

Het ontwikkelen, optimaliseren en beperkt valideren van voorbehandelings-, extractie-, en opwerkingsvoorschriften ten behoeve van het bepalen van organische verbindingen in de vaste matrices; grond, waterbodem en bouwstoffen voor de in project V24/104 ontwikkelde GCMS-voorschriften. (Project 105 fase 3).

W.A. Traag^{*1}, T. Zuidema^{*1}, M. van Leeuwen^{*2}, F. R van Gaalen^{*2} en J. Harmsen^{*3}

^{*1} DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwproducten (RIKILT-DLO)

Afdeling Instrumentele Analyse

Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen

Postbus 230, 6700 AE Wageningen

Telefoon 0317-475400

Telefax 0317 -417717

^{*2} BCO Analytical Services B.V.

Bergschot 69-71

4817 PA Breda

Telefoon 076-5789011

Telefax 076-5871702

^{*3} DLO-Staring Centrum (SC-DLO)

Afdeling Milieuchemie

Marijkeweg 11, 6709 PE Wageningen

Postbus 125, 6700 AC Wageningen

Telefoon 0317-474200

Telefax 0317 -424812

Copyright 1998, DLO-Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT-DLO)
Overname van de inhoud is toegestaan, mits met duidelijke bronvermelding.

VERZENDLIJST

INTERN:

directeur RIKILT-DLO

directeur SC-DLO

auteurs

programmaleiders (2x)

public relations en secretariaat (2x)

bibliotheek RIKILT-DLO (3x)

bibliotheek SC-DLO (1x)

EXTERN:

Begeleidingscommissie NOVEM project 105/104 (25x)

zie verzendlijst

ABSTRACT

Het ontwikkelen, optimaliseren en beperkt valideren van voorbehandelings-, extractie-, en opwerkingsvoorschriften ten behoeve van het bepalen van organische verbindingen in de vaste matrices; grond, waterbodem en bouwstoffen voor de in project V24/104 ontwikkelde GCMS-voorschriften. (Project 105 fase 3).

Development and limited validation of methods for pretreatment and extraction for the determination of organic contaminants in solid matrices with gaschromatography-massspectrometry (in Dutch)

Report 98.016

July 1998

W.A. Traag^{*1}, T. Zuidema^{*1}, M. van Leeuwen^{*2}, F. R van Gaalen^{*2} en J. Harmsen^{*3}

^{*1} State Institute for Quality Control of Agricultural Products (RIKILT-DLO)
P.O. Box 230, 6700 AE Wageningen, the Netherlands

^{*2} BCO Analytical Services b.v.
P.O. Box 2176, 4800 CD Breda, the Netherlands

^{*3} Winard Staring Centre For Integrated Land, Soil and Water Research (SC-DLO)
P.O. Box 125, 6700 AC Wageningen, the Netherlands

13 pages, 15 references

The in Novem project V24 previously developed methods for the determination of pesticides and organic contaminants has been modified in order to improve the performance of the methods (phase 2). For the validation of this method a limited interlaboratory test has been performed. Validation was limited because of the small number of participating laboratories in the project.

The participating laboratories were: IWACO, TNO, SGS, INTRON and ALCONTROL-HEINRICI

The reproducibility and the recovery of the method is determined on a level of 0,2 and 1,0 mg/kg for the semi volatile compounds and on a level of 1,0 and 10,0 mg/kg. All experiments are carried out on spiked samples. The reliability of the method has still to be tested with real samples.

The performance of the method for the majority of the tested compounds is as follows:

Semi volatile compounds

Reproducibility	: 5-30%
Recovery	: 20-80y %

volatile compounds

Reproducibility	: 5-20%
Recovery	: 20-90 %

The method is suitable for the determination of most investigated compounds although the reproducibility is for some compounds poor. If the presence of compounds has to be judged in the framework of legalisation, exceeding of the maximal allowable tolerance can be established when the determined amount is higher than $2.8 \cdot G$. In this case the true value is always above the limit. When on the other hand the determined value is below $0.12 \cdot G$ it proves that the true value is below the limit. The work has been carried out in the framework of the Construction Materials Act in appointment with the Nederlandse Onderneming Voor Energie en Milieu (NOVEM)

Keywords: Pesticides, organic contaminants, soil, gaschromatography-mass spectrometry

VOORWOORD

Het onderzoek is uitgevoerd in de periode van mei tot en met juli 1996 in het kader van het Bouwstoffenbesluit in opdracht van de Nederlandse Onderneming Voor Energie en Milieu "NOVEM" en werd begeleid door een commissie bestaande uit:

Dhr. dr. I. Freriks	RIZA
Dhr. drs. P.C.M. Frintrop	RIZA
Dhr. drs. J. Harmsen	SC-DLO
Dhr. drs. H. Janssens	Alcontrol-Heinrici
Dhr. W. Klarenaar	Intron
Dhr. P. Kootstra	RIVM
Dhr. Drs. G. Kreuning	Pro Analyse Milieulaboratorium
Dhr. D. Nater	NMI
Dhr. R. Peeters	TNO-MEP
Dhr. drs. E. P. Th. Ruwiel	Ministerie VROM
Dhr. J. Vuik	IWACO
Dhr. ir. R. Welling	NNI
Dhr. drs. R. Wismeijer	NOVEM

Het onderzoek is een vervolgonderzoek naar aanleiding van de resultaten verkregen in NOVEM project 105 fase 2a/b.

INHOUD	<u>blz</u>
ABSTRACT	1
SAMENVATTING	6
1 INLEIDING	7
2 DOELSTELLING	7
3 MATERIALEN EN METHODEN	8
3.1 <i>Deelnemende laboratoria</i>	
3.2 <i>Gebruikte materialen</i>	8
3.3 <i>Gebruikte apparatuur</i>	9
3.4 <i>Berekening</i>	9
4 EXPERIMENTEN	10
4.1 <i>Analyse algemeen</i>	10
4.2 <i>Calibratie</i>	11
4.3 <i>Experimenten voor de bepaling van de reproduceerbaarheid</i>	11
5 RESULTATEN EN DISCUSSIE	11
5.1 <i>Resultaten vluchtige componenten</i>	12
5.2 <i>Resultaten matig vluchtige componenten</i>	13
6 STATISTISCHE INTERPRETATIE MEETRESULTATEN	14
7 CONCLUSIES	14
8 AANBEVELINGEN	15
BESCHIKBARE INFORMATIE	15
BIJLAGEN	
TABELLEN	
GRAFIEKEN	

SAMENVATTING

In fase 2a van NOVEM project 105 is de eerder in NOVEM project V24 ontwikkelde methode geoptimaliseerd. In fase 2b van project 105 is een intralaboratorium onderzoek uitgevoerd gericht op het vaststellen van de prestatiekenmerken van de aangepaste methoden. Doelstelling van dit onderzoek (project 105 fase 3) was om de methode door middel van een beperkt interlaboratoriumonderzoek te valideren. Aan dit beperkte interlaboratoriumonderzoek hebben de volgende laboratoria deelgenomen: IWACO, TNO, SGS, INTRON en ALCONTROL-HEINRICI.

De globale prestatiekenmerken voor de meeste verbindingen zijn als volgt:

matig vluchtige verbindingen

reproduceerbaarheid	: 5-20%
terugvinding	: 20-90%

vluchtige verbindingen

reproduceerbaarheid (v.c)	: 5-30%
terugvinding	: 20-80 %

De methode voor de bepaling van vluchtige componenten en de methode voor de bepaling van matig vluchtige componenten zijn beide geschikt om de meest belangrijke componenten aan te tonen op een voldoende laag niveau.

Wel is de reproduceerbaarheid voor een aantal componenten te groot. Ook uit dit onderzoek is wederom gebleken dat het meten van veenachtige monsters, in geval van lange meetseries, kan leiden tot vervuiling van het injectiesysteem en/of de kolom van de gaschromatograaf. Hierdoor dienen bij het meten van veenmonsters passende maatregelen, zoals het tijdig vervangen van de glassliner van het injectiesysteem.

Mede op basis van de resultaten van het intralaboratoriumonderzoek is gesteld, dat indien de meetwaarde voor bepaalde componenten ligt tussen $0,12 * G$ (G =referentiewaarde) en $2,8 * G$ dit tot nader onderzoek noopt

Als stoffen beoordeeld worden in het kader van regelgeving kan een overschrijding vastgesteld worden indien de gevonden waarde hoger is dan $2,8 * G$. De werkelijke concentratie ligt dan altijd boven de grenswaarde. Indien de gevonden waarde lager is dan $0,12 * G$ kan gesteld worden, dat de werkelijke concentratie onder de grenswaarde ligt

Het onderzoek is uitgevoerd in het kader van het Bouwstoffenbesluit in opdracht van de Nederlandse Onderneming Voor Energie en Milieu "NOVEM" .

Trefwoorden: pesticiden, organische contaminanten, bodem, gaschromatografie–massaspectrometrie

1 INLEIDING

In het kader van de Wet bodemsanering en de daaronder vallende besluiten en ministeriele regelingen moeten een groot aantal organische parameters in grond worden bepaald. Voor veel van deze stoffen is geen genormaliseerd voorschrift voorhanden. Het doel van het onderzoek in NOVEM project 105 is het ontwikkelen, optimaliseren en validatie van voorbehandelings-, extractie-, en opwerkingsmethoden voor de GC-MS screening van vaste matrices op organische stoffen. Gestreefd is naar voorschriften met een zo breed mogelijk karakter. Er is uitgegaan van een reeds eerder in dit project ontwikkelde monstervoorbehandelings-, extractie- en opwerkingsvoorschrift voor organische stoffen in vaste matrices. Onderhavig project heeft tot doel de voorschriften die in Novem project V24 ontwikkeld zijn te verbeteren en te verbreden naar meerdere matrices (fase 2a). Hierbij dient vooral de extractie efficiency en de herhaalbaarheid van de extractie van verbindingen met een uiteenlopende polariteit verbeterd te worden. De resultaten van het verbeteren van de methode (fase 2a) en de intralaboratorium validatie (fase 2b) is vastgelegd in een rapport (RIKILT-DLO rapport 97.27). In vorig onderzoek (project V24) zijn de matrices zand en grond bestudeerd. In project 105 zijn de matrices veen, klei, waterbodem en betongranulaat betrokken.

In dit rapport worden de resultaten van fase 3, het valideren van de ontwikkelde meetmethode door middel van een beperkt interlaboratorium onderzoek. Aan dit beperkte interlaboratorium onderzoek is deelgenomen door vijf gekwalificeerde laboratoria.

2 DOELSTELLING

Het doel van het onderhavige onderzoek is het vaststellen van de reproduceerbaarheid en van de terugvinding van de aangepaste GC-MS methoden, door middel van een beperkte interlaboratorium validatie. De prestatiekenmerken van de beide methoden zijn vastgesteld voor een gelimiteerd aantal componenten in een aantal matrices.

Voor dit onderzoek zijn de te onderzoeken componenten, op twee niveaus, toegevoegd aan de matrices. Voor de methode voor de bepaling van matig vluchtige stoffen is slechts de reproduceerbaarheid van de extractie bepaald en niet van de gehele methode. Immers de deelnemende laboratoria hebben slechts extracten bereid welke door het organiserende laboratorium zijn gemeten. Voor de methode voor de bepaling van vluchtige componenten is de reproduceerbaarheid van de extractie en de analyse bepaald. Afwijkingen ten gevolge van variatie van de standaarden is ondervangen door standaarden mee te sturen.

3. MATERIALEN EN METHODEN

3.1 Deelnemende laboratoria

Aan het onderzoek is deelgenomen door de volgende laboratoria

- INTRON, instituut voor Materiaal- en Milieuonderzoek B.V. te Sittard
- IWACO B.V., Adviesbureau voor Water en Milieu te Rotterdam
- TNO Milieu, Energie en Procesinnovatie te Delft
- SGS Redwood Nederland B.V. te Dordrecht
- ALCONTROL-HEINRICI te Hoogvliet

Aan de deelnemende laboratoria zijn calibratiestandaarden en identieke monsters en, voor het onderzoek naar vluchtige componenten, extracten toegezonden. Naast twee concept voorschriften, welke als bijlage aan het eindrapport van fase 2a/2b zijn toegevoegd heeft iedere deelnemer een protocol (zie bijlage 1) ontvangen.

Voor de validatie van de methode voor de bepaling van vluchtige componenten diende zowel de extractie als de meting door de deelnemende laboratoria uitgevoerd te worden. Voor de validatie van de van de methode voor de bepaling van matig vluchtige componenten diende de laboratoria de extracten te bereiden. Deze extracten zijn, om afwijkingen ten gevolge van de meetmethoden te voorkomen, door RIKILT-DLO gemeten.

3.2 Gebruikte materialen

De monsters zijn allen verkregen via het NMI en waren thermisch gedroogd en cryogeen vermalen. Het betrof schone monsters. Alle individuele monsters zijn al dan niet gespikt met de te onderzoeken componenten op twee niveaus. Direct na het spiken is aan de monsters voor de bepaling van vluchtige componenten de voor extractie benodigde hoeveelheid propyleencarbonaat toegevoegd en de flessen zijn zorgvuldig afgesloten.

De monsters waarin matig vluchtige componenten diende te worden bepaald zijn direct na spiken zorgvuldig afgesloten. De monsters zijn op dezelfde dag bij de deelnemende laboratoria afgeleverd en deze werden verzocht de meting en/of extractie binnen veertien dagen uit te voeren waarbij de opgestelde concept voorschriften zo veel mogelijk letterlijk gevolgd diende te worden.

Voor de te bepalen componenten is gebruik gemaakt van analytische standaarden met een zuiverheid groter dan 98%. Voor de validatie is gekozen voor de zelfde componenten als bij de validatie in NOVEM project 104.

De geselecteerde standaarden zijn:

Vluchtige componenten

Naftaleen, broomdichloormethaan, cis-1,2-dichloormetheen, dibroomchloormethaan, trans-1,2-dichloormetheen, 1,1-dichloormetheen, octaan, mitc, 1-butylacetaat, dichloormethaan

Apolaire matig vluchtige componenten

naftaleen, dichloor-2,3-aniline, lindaan, pcb-28, parathion-ethyl, p,p-DDT, permethrin, benzo(a)pyreen.

Polaire matig vluchtige componenten

o-cresol, 2,4,5-trichloorfenol, mecoprop, mcpa, dichloorprop, 2,4-D, 2,4,5-T

Naast de te onderzoeken standaarden welke aan de monsters zijn toegevoegd zijn ook interne standaarden en calibratiestandaarden meegezonden

Voor de bepaling van matig vluchtige componenten:

- surrogaat standaard oplossing acenafteen(d10) en chryseen(d12) concentratie 20 ug/ml (10 ml)
- interne standaard oplossing naftaleen(d8) en fenantreen(d10) concentratie 5 ug/ml (20 ml)

Voor de bepaling van vluchtige componenten:

- interne standaard oplossing toluveen(d5) en naftaleen(d8) concentratie 1 ug/ml (1 ml)
- calibratieoplossing concentratie 0,2 ug/ml (1 ml)

De monsters voor de validatie van matig vluchtige componenten zijn bereid door RIKILT-DLO en de monsters voor de validatie van vluchtige componenten door BCO (zie bijlage 1)

3.3 Gebruikte apparatuur

De gebruikte apparatuur voor de bepaling van vluchtige componenten is gegeven in tabel 1. Hierin zijn ook de gebruikte parameters opgenomen. Voor de matig vluchtige componenten is de analyse uitgevoerd conform het voorschrift.

3.4 Berekeningen

Uit de meetresultaten is de reproduceerbaarheid en de terugvinding bepaald. Een en ander is geschiedt op basis van de aanpak van v/d Wiel e.a.

De herhaalbaarheidsstandaarddeviatie is de standaarddeviatie van de meetresultaten (n) met n-1 vrijheidsgraden.

De relatieve standaarddeviatie is berekend via de formule :

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} * 100\% \quad (1)$$

met s en \bar{x} in mg/kg.

De terugvinding T (in procenten) is berekend m.b.v. de formule:

$$T = \frac{\text{gemiddelde - blanco}}{\text{additieniveau}} * 100\% \quad (2)$$

met gehalten in mg/kg.

4. EXPERIMENTEN

4.1 Analyse algemeen

De gebruikte voorschriften zijn opgenomen in het eindrapport van NOVEM project fase 2a/2b (RIKILT-DLO rapport 97.27). Voor de bepaling van vluchtige componenten wordt van een veldvochtig grondmonster door middel van steekmonsters een analysemonsters volgens NVN 5730 genomen. Vervolgens wordt met propyleencarbonaat geëxtraheerd. Na centrifugeren wordt een gedeelte van het propyleencarbonaatextract in een purge-vat met water gebracht. De vluchtige verbindingen worden met helium uitgedreven en vervolgens in een "trap" ingevangen. De ingevangen verbindingen worden thermisch gedesorbeerd en door middel van een draaggasstroom naar een gaschromatograaf geleid. Voor de scheiding van de diverse verbindingen wordt een capillaire kolom met een apolaire immobiele fase gebruikt. De vluchtige organische stoffen worden met een massaspectrometer gedetecteerd. Identificatie vindt plaats door vergelijking van de retentietijden en de massaspectra. Kwantificatie vindt plaats door vergelijking van piekoppervlakten t.o.v. de toegevoegde interne standaarden met de overeenkomende grootheden van een extern standaardmengsel.

De door de laboratoria gebruikte parameters zijn weergegeven in tabel 1. Teleurstellend is dat ondanks de gemaakte afspraken een aantal laboratoria de voorgeschreven methode niet letterlijk hebben gevolgd.

Zo hebben twee laboratoria gekozen voor een off-line Purge en Trap methode welke wezenlijk andere resultaten oplevert. Een ander laboratorium heeft een afwijkende gaschromatografische kolom gebruikt, met een lengte van slechts 15 meter. Met deze afwijkende kolom verloopt de analyse weliswaar bijzonder snel, echter het scheidend vermogen en daarmee de selectiviteit van deze kolom is te laag, met als gevolg dat het samenvallen van de te bepalen componenten met matrixcomponenten kan optreden. Verder hebben bijna alle laboratoria gaschromatografische en massaspectrometrische parameters gekozen welke afwijken van het voorschrift. Het betreft b.v. een afwijkend temperatuurprogramma of het meten in SIM mode versus Full Scan.

Voor de bepaling van matig vluchtige componenten wordt een veldvochtig grondmonster cryogeen vermalen en achtereenvolgens geëxtraheerd met aceton en een mengsel van petroleum-ether en dichloormethaan waarna het extract wordt gedroogd met en gefiltreerd over natriumsulfaat en gesplitst in twee aliquots.

Eén deel van de fractie wordt geconcentreerd door indampen en na toevoeging van de interne standaarden geanalyseerd m.b.v. de gaschromatograaf-massaspectrometer. Het andere aliquot wordt droog gedampt en het residu wordt gemethyleerd met behulp van een oplossing van Trimethylsulfoniumhydroxide (TMSH). Het extract wordt na toevoeging van een interne standaard geanalyseerd op de gaschromatograaf-massaspectrometer.

4.2 Calibratie

Er is gebruik gemaakt van een éénpunscalibratie, waarbij de calibratie standaard ongeveer op het concentratieniveau van circa 1 mg/kg ligt.

4.3 Experimenten voor de bepaling van de reproduceerbaarheid

Om de reproduceerbaarheid op twee concentratieniveaus te bepalen zijn de componenten zowel op laag als op hoog niveau gespikt, zie voor spikeniveau tabel 4. Voor de validatie van de methode voor de bepaling van vluchtige componenten zijn de niveaus respectievelijk circa 1-1,5 mg/kg en 5-10 mg/kg.

Voor de validatie van de methode voor de bepaling van matige vluchtige componenten zijn de niveaus respectievelijk circa 0,2 mg/kg en 1 mg/kg.

Ter controle van de meetmethode is voor de bepaling van vluchtige componenten twee extracten meegezonden.

De bepalingen zijn per monster in enkelvoud uitgevoerd. In het protocol (bijlage 1) is aangegeven welke monsters op welk niveau gespikt zijn.

5 RESULTATEN EN DISCUSSIE

Per component is, aan de hand van de meetresultaten, de relatieve standaard deviatie volgens (1) en de terugvinding volgens (2) bepaald. De resultaten van het onderzoek naar vluchtige componenten is vermeld in tabel 2.

Bij de bepaling van de vluchtige componenten is een blanco bouwstofextract in het onderzoek betrokken. Dit had als doel de zgn valspositieve waarden te onderkennen.

Door de deelnemende laboratoria zijn een aantal opmerkingen gemaakt welke hieronder zijn samengevat. Indien van belang is de code van het betreffende laboratorium vermeld.

- * Bij de monsters Vc3 en Vc4 (waterbodems) waren na centrifugeren van het extract 3 fasen aanwezig, nl. een grondlaag, een fase propyleencarbonaat en een waterfase. Polaire componenten kunnen gedeeltelijk nog in de waterfase aanwezig zijn waardoor het rendement van de extractie negatief wordt beïnvloedt.

Bij het veenmonster moest driemaal gecentrifugeerd worden bij 3000 rpm gedurende 10 minuten alvorens er een duidelijk neerslag ontstond.

- * Er zijn een aantal bezwaren tegen propyleencarbonaat als extractiemiddel (lab1 en 5):
Hoge soortelijke massa, waardoor er minder snel een neerslag na centrifugeren ontstaat, vooral bij monsters met kleine deeltjes (klei) en organisch materiaal (veen) wat zelf al een lage soortelijke massa bezit.
Aanwezige verontreinigingen, dit geeft meer problemen bij vaststellen detectiegrenzen; methanol is bv zuiverder te verkrijgen.
Mengt slecht met water, derhalve zal het extractierendement relatief laag zijn. Tijdens het toevoegen van de interne standaard en het aangeleverde extract in het purge water (in een 10 ml glazen spuit) is opgevallen dat de propyleencarbonaat zich niet geheel vermengde met het water, maar gedeeltelijk als druppeltjes door het water verspreidde. Het zo gespiked water moet dan nog in ons purge en trap systeem geïntroduceerd worden, waarbij vermoedelijk niet alle propyleencarbonaat van de interne standaardoplossing en het extract in het systeem zijn gebracht. Hierdoor kan onderlinge discriminatie ontstaan van de interne standaard te opzichte van de in het extract aanwezige componenten, waardoor de resultaten onbetrouwbaar kunnen (en waarschijnlijk zullen) zijn.
- * In het voorschrift wordt een te lang programma voor de GC gebruikt, kan 15 minuten korter.
- * Op basis van een vergelijking van de verhouding tussen de signalen van de interne standaard en de surrogaat, blijkt dat er zeer zeker discriminatie plaats vindt.

5.1 Resultaten vluchtige componenten.

Zolas hierboven reeds vermeld hebben niet alle laboratoria, ondanks het dringende verzoek hiertoe, zich gehouden aan de tekst van het concept voorschrift. Het doel van de beperkte interlaboratoriumtest was de beperkte validatie van de ontwikkelde methode. Zoals in 4.1 reeds toegelicht hebben van de vijf deelnemende laboratoria twee een andere techniek toegepast, terwijl een derde laboratorium een, voor een voldoende scheiding, te korte gaschromatografische kolom heeft gebruikt. De resultaten van de twee laboratoria zijn wel opgenomen in de diverse tabellen maar niet meegenomen in de evaluatie. De analyseresultaten zoals gerapporteerd door de deelnemende laboratoria zijn vermeld in tabel 1 inclusief de statistische verwerking van de drie laboratoria die het voorschrift gevolgd hebben. Berekend is het gemiddelde, standaard deviatie en relatieve standaard deviatie. De resultaten van de laboratoria welke niet meegenomen zijn in de berekening van het gemiddelde etc zijn gearceerd. Uiteraard is het niet mogelijk om met een drie datasets een uitbijtertest te doen. Ook is het niet mogelijk om uit de resultaten van slechts drie laboratoria statistisch onderbouwde conclusies te trekken zijn, toch zijn er een aantal zaken welke in het oog springen, deze worden hieronder kort besproken. In hoeverre het niet letterlijk volgen van de voorschriften deze opvallende resultaten veroorzaakt is natuurlijk moeilijk na te gaan.

De relatieve standaard deviatie is voor de meeste componenten vrij hoog. In klei worden door de meeste laboratoria alle componenten met een acceptabel relatieve standaard deviatie en terugvinding percentage aangetoond. In veen is in het algemeen de relatieve standaard deviatie vrij hoog. Wel worden door bijna alle laboratoria alle componenten terug gevonden met een in fase 2b overeenkomend terugvindingspercentage. Voor waterbodembodem geldt dat de relatieve standaard deviatie veel te hoog is voor een aantal componenten. Dit wordt voornamelijk veroorzaakt door laboratorium 5, dit is het laboratorium welke een van het voorschrift afwijkende kolom heeft gebruikt. Het weglaten van de resultaten van laboratorium 5 zou het resultaten positief beïnvloeden. In bouwstof wordt door „n laboratorium een gehalte aan 1,1-dichlooretheen gevonden van 188 mg/kg, dit is dertigmaal te hoger dan het resultaat van de andere laboratoria. Ook vindt dit laboratorium een tienmaal hogere waarde voor MITC in een ander bouwstof monster. In dit andere bouwstof monster wordt nu wel een juiste waarde voor 1,1-dichlooretheen gevonden. In het blanco extract wordt door laboratorium 3 voor bijna alle componenten een relatief hoog gehalte gevonden. Laboratorium 2 rapporteert slechts voor naftaleen een gehalte van 0,3 mg/kg. De overige laboratoria rapporteerden geen vals positieven.

5.2 Resultaten matig vluchtige componenten.

Ook hier geldt, alhoewel niet zo sterk als bij de bepaling van vluchtige componenten, dat een aantal laboratoria zich niet geheel aan het voorschrift hebben gehouden. Zo hebben niet alle laboratoria een cryogene vermaling toegepast. Onderzoek door RIKILT-DLO heeft uitgewezen dat deze stap zeer kritisch kan zijn. Ook hebben niet alle laboratoria de monsters binnen de gestelde tijd onderzocht. Mede hierdoor is een verantwoorde statistische dataverwerking niet goed mogelijk. De analyseresultaten zoals gerapporteerd door de deelnemende laboratoria zijn vermeld in tabel 2 inclusief een beperkte statistische verwerking (bepaling gemiddelde, standaard deviatie, en relatieve standaard deviatie). Uitbijters zijn gearceerd en zijn uiteraard niet meegenomen in de berekening. De relatieve standaard deviatie is voor een aantal componenten vrij hoog. In klei worden door de meeste laboratoria alle componenten met een acceptabele relatieve standaard deviatie en terugvinding percentage aangetoond. De resultaten stemmen redelijk overeen met de resultaten zoals verkregen in fase 2a/2b. In veen is in het algemeen de relatieve standaard deviatie hoger dan in klei. De terugvinding in veen van dichlooraniline is bijzonder laag echter dit stemt volledig overeen met de resultaten uit fase 2a/2b. De resultaten voor waterbodembodem zijn redelijk goed. Naftaleen heeft, vermoedelijk ten gevolge van zijn vluchtigheid, een lage terugvinding. De terugvinding voor een aantal componenten uit bouwstof is bijzonder laag. Ook is de relatieve standaard deviatie voor deze componenten bijzonder groot, met name geldt dit voor linaan , DDT en permethrin. De terugvinding van o-cresol is in alle monsters te hoog. Dit kan mogelijk verklaard worden door een wisselende derivatisering.

6 STATISTISCHE INTERPRETATIE MEETRESULTATEN

Uit de validatie van fase 2 is gebleken dat de terugvinding voor alle componenten tussen 20% en 200% ligt.

Indien tijdens het screeningsonderzoek blijkt dat de meetwaarde tussen 20% en 200% van de referentiewaarde (G) ligt, dan is het zeer wel mogelijk dat de werkelijke waarde boven de referentiewaarde ligt. Een dergelijke meetwaarde zou dan ook tot een nader onderzoek met specifieke methoden moeten leiden. Indien geen specifieke methode voorhanden is dient gebruik gemaakt te worden van de methode van "matrix-spiking".

Uitgaande van een normaal-verdeling wordt voor de onnauwkeurigheid van de bepaling gecompenseerd door de ondergrens van de (referentie)range met 2x de standaarddeviatie te verlagen en de bovengrens met 2x de standaarddeviatie te verhogen. Hierdoor zal in maximaal 2,5% van de gevallen een waarde lager of gelijk aan de referentiewaarde een meetwaarde opleveren beneden de referentiewaarde, terwijl maximaal 2,5% van de gevallen een waarde lager of gelijk aan de referentiewaarden een meetwaarde oplevert boven de referentiewaarde.

In formulevorm is een nader onderzoek noodzakelijk als:

$$0,2 * G - 2 * < \text{meetwaarde} < 2 * G + 2 *$$

of

$$0,12 * G < \text{meetwaarde} < 2,8 * G$$

Indien de gevonden waarde lager is dan $0,12 * G$ kan gesteld worden, dat de werkelijke concentratie onder de grenswaarde ligt. Indien de gevonden waarde hoger is dan $2,8 * G$ kan gesteld worden, dat de werkelijke concentratie boven de grenswaarde ligt.

7 CONCLUSIES

Het beperkte ringonderzoek heeft aangetoond dat de relatieve standaard deviatie voor alle componenten vluchtig en matig vluchtig gemiddeld tussen 20 en 125 procent ligt. Deze variatie is significant groter dan de variatiecoëfficiënt die voor het intralaboratorium onderzoek werd gevonden (5 -30%).

Het terugvinding percentage is in het gespikte extract afwijkend van 100 % terwijl de variatiecoëfficiënt vrij hoog is. Dit betekent dat de fout met name veroorzaakt wordt door de feitelijke meting met name de afstelling van de purge en trap apparatuur.

Het toepassen van propyleencarbonaat blijkt uit de gemaakte opmerkingen van de diverse laboratoria soms problematisch te zijn. Met name de geringe oplosbaarheid in water kan tot problemen leiden.

Bij de meting van veenextracten voor de bepaling van matig vluchtig componenten treedt er vrij snel vervuiling van het systeem te ontstaan. Deze vervuiling treedt met name op bij de liner van de injector van de gaschromatograaf en het voorste gedeelte van de kolom. Hierdoor is het niet mogelijk om meer dan tien monsters per serie te meten.

Na het meten van een serie is onderhoud noodzakelijk.

8 AANBEVELINGEN

Ondanks de grote relatieve standaard deviatie wordt aanbevolen om de gemodificeerde screeningsmethoden tot norm te verheffen waarbij de prestatiekenmerken zoals vastgesteld in NOVEM project 104 opgenomen dienen te worden.

Aanbevolen wordt om in de toekomst stringenter toe te zien, bij interlaboratorium studies, op het naleven van het protocol. Bij het niet letterlijk volgen van de bijgeleverde voorschriften kan het doel van de studie niet gehaald worden.

BESCHIKBARE INFORMATIE

RIKILT-DLO-rapport 94.32; "Literatuurstudie naar multi(residu)methodes voor de bepaling van diverse bestrijdingsmiddelen en overige organische stoffen in grond"

RIKILT-DLO-rapport 95.13 1995, project V24 ; "Ontwikkelen van methoden voor de bepaling van diverse bestrijdingsmiddelen en overige organische stoffen in grond".

RIKILT-DLO rapport 95.22 Project 105 ; Het ontwikkelen, optimaliseren en beperkt valideren van voorbehandelings-, extractie-, en opwerkingsvoorschriften ten behoeve van het bepalen van organische verbindingen in de vaste matrices; grond, waterbodem en bouwstoffen voor de in project V24/104 ontwikkelde GCMS-voorschriften. (Project 105 fase 1).

BCO-rapport 3095050534 project 104; Uitbreiden en beperkt valideren van de GC/MS voorschriften, zoals ontwikkeld in project V24, voor het bepalen van organische verbindingen in grond.

Inventarisatie van bestaande normen en prioritering van ontwikkeling normen voor de bepaling van overige bestrijdingsmiddelen, Haskoning, september 1994 (project 44).

Verslag workshop GC-MS-voorschriften d.d. 17 februari 1995 van de begeleidingscommissie project V24.

BODEM: Gaschromatografische bepaling van het gehalte aan vluchtige aromatische koolwaterstoffen en vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen met behulp van de "purge and trap" methode en thermische desorptie NVN 5732

BODEM: Monstervoorbehandeling voor de bepaling van organische parameters in grond NVN 5730.

BODEM: Bepaling van de gehalten aan organochloorbestrijdingsmiddelen, chloorbenzenen en polychloorbifenylen in waterbodem met behulp van gaschromatografie NEN 5718.

BODEM: Bepaling van de gehalten aan organochloorbestrijdingsmiddelen, chloorbenzenen en polychloorbifenylen in grond NEN 5734.

Prestatiekenmerken voor meetmethoden, RIVM rapportnr. 219101994, H.J. van de Wiel et al., november 1994.

Ontwerp NEN 7310-serie , 1994

Resultaten project 13: " Validatie van NVN 5730" (TNO).

TNO-rapport r94/207 1994; "Een interim protocol voor de toetsing van partijen grond "

Bijlage 6, Behorende bij conceptcirculaire d.d. 28 april 1994, artnr. 2, Leidraad Bodembescherming 3^e
Nota Waterhuishouding MilBoWa

RINGTEST NAAR DE BEPALING VAN BESTRIJDINGSMIDDELEN, ORGANISCHE VERBINDINGEN EN VLUCHTIGE COMPONENTEN IN GROND, WATERBODEM EN BOUWSTOFFEN.

Protocol voor de analyse van bestrijdingsmiddelen en organische verbindingen

Dit protocol bevat een aantal richtlijnen en informatie met betrekking tot de ringtest naar het gehalte aan bestrijdingsmiddelen en organische contaminanten in grond en bouwstoffen. Tevens zijn een aantal rapportage formulieren bijgevoegd om de resultaten en de kwaliteit van het uitgevoerde onderzoek onderling te kunnen vergelijken.

Het doel van deze derde fase van het onderzoek binnen NOVEM project 105 is de prestatiekenmerken van de methode vast te leggen.

Van de deelnemende laboratoria wordt verwacht dat de nodige voorzorgsmaatregelen worden genomen om de bepalingen zo goed mogelijk uit te kunnen voeren en dat de methoden zover mogelijk conform de voorschriften worden uitgevoerd.

ALGEMENE RICHTLIJNEN

A) MATIG VLUCHTIGE COMPONENTEN

1) Componenten

De te onderzoeken componenten zijn: naftaleen; 2,3-dichlooraniline; p,p-ddt; benzo(a)pyreen; o-cresol; parathion-methyl; 2,4,5,-trichloorfenol; pcb-28; lindaan; permethrin; mecoprop; mcpa; dichloorprop; 2,4-D en 2,4,5-T

2) Monsters

1) Voor de analyse van matig vluchtige componenten ontvangt u de hieronder genoemde monsters.

MONSTERS	spike niveau	code
klei	hoog niveau	mv1
veen	hoog niveau	mv2
waterbodem 1	laag niveau	mv3
waterbodem 2	hoog niveau	mv4
bouwstof 1	laag niveau	mv5
bouwstof 2	hoog niveau	mv6

- 2) Eén surrogaat standaard oplossing acenafteen(d10) en chryseen(d12) concentratie 20 ug/ml (10 ml)
- 3) Eén interne standaard oplossing naftaleen(d8) en fenantreen(d10) concentratie 5 ug/ml (20 ml)
- 4) Derivatiseringsreagens TMSH 3 ampullen van elk 1 ml.
- 4) lege vials van 4 ml met schroefdop voorzien van teflon inlage

U wordt verzocht de flesjes waarin de standaard zich bevindt na ontvangst te wegen. Op het etiket van de verpakking is het gewicht aangegeven, mocht het gewicht van de vial ontvangst meer afwijken dan 50 mg wordt u verzocht dit telefonisch te melden (0317-475587) zodat een nieuwe vial toegezonden kan worden.

2) UITVOERING VAN HET ONDERZOEK

a) Algemeen

De deelnemers worden verzocht de extracties direct of in ieder geval binnen één week na ontvangst van de monsters uit te voeren. Dit om eventuele afbraak c.q. omzetting te voorkomen. De monsters dienen in enkelvoud te worden opgewerkt. Vervolgens dienen de extracten zo spoedig mogelijk naar RIKILT-DLO verzonden te worden.

b) Uitvoering

Het hieronder staande schema is een uittreksel van het voorschrift en dient zo letterlijk mogelijk nagewerkt te worden.

- 01) Vermaal het gehele monster cryogeen
- 02) weeg 40 gram monster af en breng over in een centrifugebuis
- 03) Voeg 1 ml surrogaat standaard toe (20 ug/ml)
- 04) Voeg toe 20 ml 0,2 N ammoniumchloride oplossing (bij veen 40 ml)
- 05) Voeg 30 ml aceton toe
- 06) Meet de pH (wanneer de pH waarde neutraal of zuur is ga door met punt 7, voer anders eerst punt 16 uit)
- 07) Voeg zoveel 9,6 N zoutzuur toe totdat de pH 2 wordt.
- 08) Laat monster enkele minuten bezinken en meet de pH opnieuw
- 09) Herhaal indien de pH > 2 is herhaal vanaf 7 (maximaal nog tweemaal)
- 10) Meng met een Ultra Turrax gedurende 20 seconden.
- 11) Voeg 30 ml dichloormethaan en 30 ml petroleumether toe
- 12) Meng met de Ultra Turrax gedurende 60 seconden
- 13) Centrifugeer
- 14) Schenk de bovenstaande organische vloeistof af over een filter met Na_2SO_4 in een maatcilinder van 200 ml
- 15) Voeg 30 ml acetone toe en meet de pH
- 16) Voeg onder omroeren zoveel 10 N NAOH toe totdat de pH 10 wordt.
- 17) laat monster enkele minuten bezinken en meet de pH opnieuw
- 18) Herhaal indien de pH <10 is herhaal vanaf 16 (maximaal nog tweemaal)
- 19) Meng met een Ultra Turrax gedurende 20 seconden.
- 20) Voeg 30 ml dichloormethaan en 30 ml petroleumether toe
- 21) Meng met de Ultra Turrax gedurende 60 seconden
- 22) Voeg zoveel Na_2SO_4 totdat al het water gebonden is
- 23) Centrifugeer en breng via het filter in de maatcilinder
- 24) Vul de maatcilinder aan tot 200 ml
- 25) Splits het extract in twee porties van 100 ml

Opwerking voor de direct te meten componenten zonder derivatisering

- 01) Damp 100 ml in aan de rotavapor tot circa 10 ml
- 02) Breng over in gecalibreerde puntbuis
- 03) Damp in tot volume < 8 ml
- 04) Voeg toe 2 ml interne standaard oplossing (concentratie 5 ug/ml)
- 05) Vul aan met iso-octaan tot 10 ml
- 06) Breng 2 ml over in de geëtiketteerde*¹ vial sluit goed af (teflon laag naar beneden)
- 07) Weeg de vial en noteer het gewicht op de vial
- 08) Bewaar het restant van het extract in de vriezer
- 09) Verzend de vial naar RIKILT-DLO

Opwerking voor de na derivatisering te meten componenten

- 01) Damp van het extract 10 ml in een gecalibreerde puntbuis droog (bewaar de overige 90 ml in de vriezer)
- 02) Voeg toe 0,5 ml methanol
- 03) Voeg toe 0,2 ml TMSH oplossing
- 04) Voeg toe 0,2 ml interne standaard oplossing (concentratie 5 ug/ml)
- 05) Vul aan tot 1 ml
- 06) Vortex gedurende minimaal 1 minuut
- 07) Breng over in de geëtiketteerde*¹ vial sluit goed af (teflon laag naar beneden)
- 08) Verzend de vial naar RIKILT-DLO

W.A. Traag
Bornsesteeg 45
6708 PD Wageningen

*1 Gebruik de vial voorzien van het etiket dat verwijst naar het in bewerking genomen monster.

B) VLUCHTIGE COMPONENTEN

1) Componenten

De te onderzoeken componenten zijn: broomdichloormethaan; cis-1,2-dichlooretheen; dibroomchloormethaan; dichloormethaan; trans-1,2-dichlooretheen; 1,1-dichlooretheen; octaan; MITC; 1-butylacetaat; naftaleen

2) Monsters

1) Voor de analyse van vluchtige componenten ontvangt u de hieronder genoemde monsters. Alle monsters bevatten 50,0 gram materiaal waaraan naast de surrogaatstandaard (1 ml met een concentratie van 10 ug/ml) 50,0 ml propyleencarbonaat is toegevoegd (bij het monster veen is 100 ml toegevoegd).

MONSTERS	VLUCHTIGE COMPONENTEN	code
klei	hoog niveau	v1
veen	hoog niveau	v2
waterbodem 1	laag niveau	v3
waterbodem 2	hoog niveau	v4
bouwstof 1	laag niveau	v5
bouwstof 2	hoog niveau	v6
bouwstof extract 1	Blanco	extr 1
bouwstof extract 2	hoog niveau	extr 2

- 2) Eén interne standaard oplossing toluen(d5) en naftaleen(d8) concentratie 1 ug/ml (1 ml)
3) Calibratieoplossing concentratie 0,2 ug/ml (1 ml)

U wordt verzocht de flesjes waarin de standaard zich bevindt na ontvangst te wegen. Op het etiket van de verpakking is het gewicht aangegeven, mocht het gewicht van de vial ontvangst meer afwijken dan 50 mg wordt u verzocht dit telefonisch te melden (0317-475587) zodat een nieuwe vial toegezonden kan worden.

2) UITVOERING VAN HET ONDERZOEK

a) Algemeen

De deelnemers worden verzocht de analyses direct of in ieder geval binnen één week na ontvangst van de monsters uit te voeren. Dit om eventuele afbraak c.q. omzetting en verliezen te voorkomen. De monsters dienen in enkelvoud te worden geanalyseerd.

b) Uitvoering

Het hieronder staande schema is een uittreksel van het voorschrift en dient zo letterlijk mogelijk nagewerkt te worden

1) Calibratie

- 01) Stel de apparatuur in conform het voorschrift
- 02) Breng 10 of 35 ml water (vrij van storende bestanddelen in het purgevat)
- 03) Voeg 50 ul van de calibratiestandaard toe
- 04) Voeg 10 ul van de interne standaardoplossing toe
- 05) Voer de analyse uit conform voorschrift

2) Meting monsters

- 01) Breng de monsters (in z'n geheel) over in een afsluitbare centrifugebuis
- 02) Centrifugeer conform voorschrift
- 03) Breng 10 of 35 ml water (vrij van storende bestanddelen in het purgevat)
- 04) Voeg 50 ul van het monsterextract toe
- 05) Voeg 10 ul van de interne standaardoplossing toe
- 06) Voer de analyse uit conform voorschrift

3) Meting extracten

- 01) Breng 10 of 35 ml water (vrij van storende bestanddelen in het purgevat)
- 02) Voeg 50 ul van een monsterextract toe
- 03) Voeg 10 ul van de interne standaardoplossing toe
- 04) Voer de analyse uit conform voorschrift

4) Rapportage

U wordt verzocht de analytische omstandigheden betreffende het Purge and Trap systeem alsmede de gebruikte gaschromatograaf-massaspectrometer in te vullen in formulier 1
De massaspectrometrische parameters dienen in formulier 2 ingevuld te worden.
De resultaten in mg/kg op produkt basis dient u in te vullen in formulier 3. Gaarne een chromatogram van de calibratiestandaard, de gemeten blanco, monsters en extracten meesturen.

FORMULIER 1

GASCHROMATOGRAFISCHE BEPALING

MERK GASCHROMATOOGRAAF

KOLOM KARAKTERISTIEK

- Stationaire fase
- Lengte
- Inwendige diameter
- Filmdikte

PARAMETERS

GAS

- Draaggas
- Lineaire snelheid

TEMPERATUREN

- Detector
- Injector
- Kolom

- Temperatuur programma

PURGE and TRAP

- Purge temperatuur
- Purge tijd
- Purge Flow
- Desorptie tijd
- Desorptie temperatuur
- Cryogene focussereing ja/nee
- Splitflow

KWANTIFICERING

- Piekhoogte
- Piekoppervlak
- Manuele berekening
- Electronische berekening

*1) Doorhalen wat niet van toepassing is

FORMULIER 2

MASSASPECTROMETRISCHE OMSTANDIGHEDEN

MERK MASSASPECTROMETER

- Scan bereik*¹
- Scan snelheid
- Vacuum
- Temperatuur manifold
- Temperatuur bron
- Temperatuur interface

*1) Wanneer specifieke ionen gemeten zijn gaarne aangeven welke

FORMULIER 3

Gehalten in mg/kg op productbasis

Monster	klei	veen	waterbodem 1	waterbodem 2	bouwstof 1	bouwstof 2	extract 1	extract 2
spike niveau	v1	v2	v3	v4	v5	v6	Extr 1	extr 2
Code								
Naftaleen								
Broomdichloormethaan								
cis-1,2-dichlooretheen								
Dibroomchloormethaan								
trans-1,2-dichlooretheen								
1,1-dichlooretheen								
Octaan								
Mitc								
1-butylacetaat								
Dichloormethaan								

Tabel 1: Gaschromatografische bepaling van de vluchtige componenten

	Voorschrift	1	2	3	4	5
MERKGASCHROMATOGRAAF		Varian Star 3400 CX	Varian Star 3400 CX	Varian	HP 5890	Varian
KOLOM KARAKTERISTIEK						
- Stationaire fase	CP-sil 13 CB	DB 5	DB 624	DB-5	HP1	DB 5
- Lengte	50 m	60 m	30 m	60 m	50 m	50 m
- Inwendige diameter	0,32 mm	0,25 mm	0,32 mm	0,25 mm	0,22 mm	0,32 mm
- Filmdikte	1,2 µm	1,0 µm	1,8 µm	0,25 µm	0,33 µm	1,2 µm
PARAMETERS						
GAS						
- Draaggas	He	He	He	He	He	He
- Lineaire snelheid	1-2 ml/min	1-2 ml/min	Druk 12 psi	~ 25 cm/sec	0,57 ml/min	?
TEMPERATUREN						
- Injector	200 °C	?	?	?	250 °C	220 °C
- Kolom	35 °C - 2 min.	Volgens voorschrift	35 °C - 5 min.	0 °C - 3 min.	40 °C - 4 min.	35 °C - 4 min.
- Temperatuur programma	5 °C/min - 80 °C		12 °C/min - 175 °C	3 °C/min - 90 °C	5 °C/min - 100 °C	4 °C/min - 170 °C
	6 °C/min - 140 °C		50 °C/min - 225 °C/min	10 °C/min - 250 °C	15 °C/min - 200 °C	170 °C/min - 2,25 min
	20 °C/min - 220 °C		225 °C/min - 5 min	250 °C/min - 2 min	30 °C/min - 300 °C	
	220 °C/min - 5 min					
PURGE and TRAP						
- Purge temperatuur	30 °C	Ambient	40 °C	30 °C	95 °C	20 °C ± 1 °C
- Purge tijd	11 min	8 min	10 min	11 min	30 min	12 min
- Purge flow	35 ml/min	35 ml/min	35 ml/min	30 ml/min	40 ml/min	40 ml/min
- Desorbtië tijd	2,4 min.	10 min.	6 min.	5 min.	7 min	6 min.
- Desorbtië temperatuur	260 °C	250 °C	240 °C	350 °C	150 °C	250 °C
- Cryogene focussering	ja	nee	nee	ja	nee	nee
- Splitflow	n.v.t.	10 ml/min.	6 ml/min.	n.v.t.	6 ml/min.	1:10
KWANTIFICERING						
- Piekhoogte	X	X	X	X	X	X
- Piekoppervlak	X	X	X	X	X	X
- Manuele berekening	X	X	X	X	X	X
- Electronische berekening	X	X	X	X	X	X

* 100 % dimethylpolysiloxane

** off-line purge op Tenax GR

*** off-line purge op Tenax TA

**** 15 min. Opwarmen zonder N₂ + 15 min. Purgen

MASSASPECTROMETRISCHE OMSTANDIGHEDEN

	Voorschrift	1	2	3	4	5
MERK MASSASPECTROMETER		Varian Saturn 3	Varian Saturn 3	Finnigan	HP 5970	Varian Saturn
- Scan bereik	35 - 300 amu/sec.	45 - 300 amu/sec.	47 - 300 amu/sec.	40 - 210 amu/sec.	n.v.t. SIM mode	30 - 350 amu/sec.
- Scan snelheid	1,7 scan/sec	2 scan/sec	2,7 scan/sec	1 scan/sec	?	1 (4 u scan)
- Temperatuur manifold	200 °C	250 °C	200 °C	210 °C	280 °C	280 °C
- Temperatuur bron	200 °C	250 °C	200 °C	210 °C	280 °C	230 °C
- Temperatuur interface	200 °C	240 °C	200 °C	210 °C	280 °C	180 °C

TABEL 2: RESULTATEN VLUCHTIGE VERBINDINGEN

Reproduceerbaarheid en terugvinding in: KLEI
 Monstercode: V1

Component	spike	Concentratie [mg/kg]					gem.	Standaarddeviatie	Reprod.	RSD [%]	Terugv. [%]
		1	2	3	4	5					
Naftaleen	7,366	5,768	7,194	6,6	-	8,6	7,187	1,42	4,25	20	98
Broomdichloormethaan	6,412	5,763	7,059	6,7	8,31	7,6	6,807	0,94	2,83	14	106
cis-1,2-Dichlooretheen	0	-	2,4	-	-	-	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.
Dibroomchloormethaan	5,354	3,089	3,32	3,0	2,23	4,1	3,503	0,53	1,59	15	65
trans-1,2-Dichlooretheen	6,654	4,063	4,213	-	-	4,7	4,325	0,33	1,00	8	65
1,1-Dichlooretheen	6,226	3,147	3,044	1,5	-	3,5	3,230	0,24	0,72	7	52
Octaan	7,096	7,899	0,216	4,5	7,18	10	6,038	5,15	15,45	85	85
MITC	7,062	9,821	8,0	8,0	11,85	12	10,911	1,54	4,62	14	154
1-Butylacetaat	5,99	4,816	-	2,9	0,76	6,7	5,758	1,33	4,00	23	96
Dichloormethaan	6,524	2,481	2,95	1,0	-	1,7	2,377	0,63	1,89	27	36

Reproduceerbaarheid en terugvinding in: VEEN
 Monstercode: V2

Component	spike	Concentratie [mg/kg]					gem.	Standaarddeviatie	Reprod.	RSD [%]	Terugv. [%]
		1	2	3	4	5					
Naftaleen	7,366	5,102	3,454	7,2	-	14	7,519	5,67	17,02	75	102
Broomdichloormethaan	6,412	5,349	2,953	6,3	3,64	11	6,434	4,13	12,40	64	100
cis-1,2-Dichlooretheen	0	-	1,1	1,1	1,53	-	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.
Dibroomchloormethaan	5,354	2,749	1,478	2,8	1,08	6,0	3,409	2,33	7,00	68	64
trans-1,2-Dichlooretheen	6,654	1,886	0,97	-	3,43	2,9	1,919	0,97	2,90	50	29
1,1-Dichlooretheen	6,226	2,333	1,383	0,7	22,70	3,9	2,539	1,27	3,81	50	41
Octaan	7,096	5,155	0,108	4,1	-	12	5,754	5,97	17,91	104	81
MITC	7,062	3,606	-	3,0	1,42	12	7,803	5,94	17,81	76	110
1-Butylacetaat	5,99	3,472	-	3,8	10,50	7,3	5,386	2,71	8,12	50	90
Dichloormethaan	6,524	1,256	1,601	0,3	1,69	1,4	1,419	0,17	0,52	12	22

Opmerkingen:
 -: niet aangetroffen

VERVOLG TABEL 2: RESULTATEN VLUCHTIGE VERBINDINGEN

Reproduceerbaarheid en terugvinding in: Waterbodern 1

Monstercode: v3

Component	spike	Concentratie [mg/kg]					gem.	Standaarddeviatie	Reprod.	RSD [%]	Terugv. [%]
		1	2	3	4	5					
Naftaleen	1,4732	1,023	1,551	1,9	-	7,3	3,291	3,48	10,44	106	223
Broomdichloormethaan	1,2824	1,026	1,128	1,0	0,020	5,3	2,485	2,44	7,32	98	194
cis-1,2-Dichlooretheen	0	-	-	0,6	-	-	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.
Dibroomchloormethaan	1,0708	0,530	0,607	0,5	-	2,9	1,346	1,35	4,04	100	126
trans-1,2-Dichlooretheen	1,3308	0,872	0,800	-	-	3,4	1,691	1,48	4,44	88	127
1,1-Dichlooretheen	1,2452	0,686	0,648	0,4	4,11	2,5	1,278	1,06	3,18	83	103
Octaan	1,4192	0,514	0,039	1,0	0,010	6,8	2,451	3,77	11,32	154	173
MITC	1,4124	2,097	-	2,2	0,083	8,7	5,399	4,67	14,01	86	382
1-Butylacetaat	1,198	0,397	-	0,7	0,024	2,6	1,499	1,56	4,67	104	125
Dichloormethaan	1,3048	0,512	0,589	0,3	0,044	1,3	0,800	0,43	1,30	54	61

Reproduceerbaarheid en terugvinding in: Waterbodern 2

Monstercode: v4

Component	spike	Concentratie [mg/kg]					gem.	Standaarddeviatie	Reprod.	RSD [%]	Terugv. [%]
		1	2	3	4	5					
Naftaleen	7,366	5,531	0,09	7,7	-	10	5,207	4,96	14,89	95	71
Broomdichloormethaan	6,412	5,838	0,08	8,1	8,51	9,0	4,973	4,52	13,57	91	78
cis-1,2-Dichlooretheen	0	-	-	3,7	-	-	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.
Dibroomchloormethaan	5,354	3,077	0,03	4,0	2,46	4,7	2,602	2,37	7,11	91	49
trans-1,2-Dichlooretheen	6,654	4,368	0,421	-	13,35	5,6	3,463	2,71	8,12	78	52
1,1-Dichlooretheen	6,226	3,029	0,050	4,2	17,72	3,7	2,260	1,94	5,83	86	36
Octaan	7,096	1,997	-	5,9	-	8,2	5,099	4,39	13,16	86	72
MITC	7,062	11,671	-	13,1	10,53	16	13,836	3,06	9,18	22	196
1-Butylacetaat	5,99	1,449	-	3,3	1,75	6,4	3,925	3,50	10,50	89	66
Dichloormethaan	6,524	2,611	0,122	1,3	20,34	2,0	1,578	1,30	3,89	82	24

Opmerkingen:

-: niet aangetroffen

VERVOLG TABEL 2: RESULTATEN VLUCHTIGE VERBINDINGEN

Reproduceerbaarheid en terugvinding in: Bouwstof 1
 Monstercode: V5

Component	Concentratie [mg/kg]					gem.	Standaard- deviatie	Reprod.	RSD [%]	Terugv. [%]
	spike	1	2	3	4					
Naftaleen	1,4732	1,024	2,029	1,6		2,184	1,25	3,74	57	148
Broomdichloormethaan	1,2824	1,032	1,247	1,2	1,7	1,660	0,91	2,72	55	129
cis-1,2-Dichlooretheen	0	-	-	0,7	4,23	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.
Dibroomchloormethaan	1,0708	0,521	0,617	0,2	0,67	0,846	0,48	1,45	57	79
trans-1,2-Dichlooretheen	1,3308	0,905	0,988	-	-	1,264	0,55	1,66	44	95
1,1-Dichlooretheen	1,2452	0,630	0,783	0,8	-	1,004	0,52	1,56	52	81
Octaan	1,4192	0,226	0,044	1,2	1,03	1,390	2,18	6,53	157	98
MITC	1,4124	1,976	-	1,6	10,53	3,138	1,64	4,93	52	222
1-Butylacetaat	1,198	0,231	-	0,7	1,32	1,166	1,32	3,96	113	97
Dichloormethaan	1,3048	0,470	0,782	0,3		0,677	0,18	0,54	27	52

Reproduceerbaarheid en terugvinding in: Bouwstof 2
 Monstercode: V6

Component	Concentratie [mg/kg]					gem.	Standaard- deviatie	Reprod.	RSD [%]	Terugv. [%]
	spike	1	2	3	4					
Naftaleen	7,366	5,962	8,309	7,1		7,124	1,17	3,52	16	97
Broomdichloormethaan	6,412	6,067	7,406	7,6	8,82	6,491	0,79	2,38	12	101
cis-1,2-Dichlooretheen	0	-	-	3,1	4,94	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.
Dibroomchloormethaan	5,354	3,174	3,749	3,4	2,16	3,374	0,32	0,97	10	63
trans-1,2-Dichlooretheen	6,654	4,768	5,299	-	18,78	4,622	0,76	2,28	16	69
1,1-Dichlooretheen	6,226	3,476	3,664	3,4	187,80	3,313	0,45	1,36	14	53
Octaan	7,096	1,990	0,232	5,5	10,16	2,107	1,94	5,81	92	30
MITC	7,062	11,237	-	10,4	8,88	10,619	0,87	2,62	8	150
1-Butylacetaat	5,99	0,923	-	3,1	3,65	2,262	1,89	5,68	84	38
Dichloormethaan	6,524	2,782	3,475	1,0	348,84	2,586	1,00	3,01	39	40

Opmerkingen:
 -: niet aangetroffen

VERVOLG TABEL 2: RESULTATEN VLUCHTIGE VERBINDINGEN

Reproduceerbaarheid en terugvinding in: Bouwstof extract 1
 Monstercode: extr 1

Component	Concentratie [mg/kg]					gem.
	spike	1	2	3	4	
Naftaleen	0	< 0.01	0,283	2,7		0,272
Broomdichloormethaan	0	< 0.01	-	3,7		n.v.t.
cis-1,2-Dichlooretheen	0	-	-	2,1		n.v.t.
Dibroomchloormethaan	0	< 0.01	-	3,8		n.v.t.
trans-1,2-Dichlooretheen	0	< 0.01	-	-		0,110
1,1-Dichlooretheen	0	< 0.01	-	3,7		n.v.t.
Octaan	0	< 0.05	-	1,6		0,260
MITC	0	< 0.01	-	2,5		n.v.t.
1-Butylacetaat	0	< 0.05	-	1,7		n.v.t.
Dichloormethaan	0	< 0.01	0,018	1,0		0,119

Reproduceerbaarheid en terugvinding in: Bouwstof extract 2
 Monstercode: extr 2

Component	Concentratie [mg/kg]					gem.	Standaarddeviatie	Reprod.	RSD [%]	Terugv. [%]
	spike	1	2	3	4					
Naftaleen	7,366	6,038	7,608	8,0		10,349	6,16	18,47	59	140
Broomdichloormethaan	6,412	5,696	6,554	7,7	8,77	8,750	4,57	13,70	52	136
cis-1,2-Dichlooretheen	0	-	-	3,6	2,87	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.	n.v.t.
Dibroomchloormethaan	5,354	3,107	3,374	4,2	2,27	4,660	2,46	7,39	53	87
trans-1,2-Dichlooretheen	6,654	3,393	3,668	-	8,59	4,687	2,01	6,02	43	70
1,1-Dichlooretheen	6,226	2,028	2,256	3,9	0,84	2,861	1,25	3,75	44	46
Octaan	7,096	3,306	0,172	6,7	10,73	6,059	7,65	22,94	126	85
MITC	7,062	11,001	-	10,6	11,60	16,001	7,07	21,21	44	227
1-Butylacetaat	5,99	0,951	-	3,8	4,50	4,376	4,84	14,53	111	73
Dichloormethaan	6,524	2,194	2,537	1,9	1,50	2,444	0,22	0,66	9	37

Opmerkingen:
 -: niet aangetroffen

TABEL 3: RESULTATEN MATIG VLUCHTIGE VERBINDINGEN

MV1 niet gederivatiseerd (KLEI)
Monsters gespiked op 2 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	0,89	0,79	1,16	0,90	1,22	0,99	0,19	19%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,82	0,59	0,87	0,43	0,79	0,70	0,19	26%
NAFTALEEN	1,25	1,17	1,03	1,00	2,03	1,30	0,42	33%
DICHLOR-2,3-ANILINE	0,38	0,58	0,56	0,35	0,92	0,56	0,23	40%
LINDAAN	1,02	1,20	0,80	1,19	1,53	1,15	0,27	23%
PCB-28	0,93	1,23	0,89	1,26	1,66	1,19	0,31	26%
PARATHION-ETHYL	1,49	2,03	1,33	1,52	3,11	1,90	0,73	39%
P,P-DDT	1,05	1,05	0,45	0,81	1,61	0,99	0,42	43%
PERMETHRIN	2,03	2,91	1,46	1,77	3,42	2,32	0,82	35%
BENZO[A]PYREEN	0,29	0,37	0,44	0,37	1,20	0,53	0,37	70%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	44%	39%	58%	45%	61%	50%
CHRYSEEN-D12	82%	59%	87%	43%	79%	70%
NAFTALEEN	62%	59%	51%	50%	102%	65%
DICHLOR-2,3-ANILINE	19%	29%	28%	18%	46%	28%
LINDAAN	51%	60%	40%	59%	76%	57%
PCB-28	47%	62%	44%	63%	83%	60%
PARATHION-ETHYL	75%	102%	66%	76%	156%	95%
P,P-DDT	52%	52%	22%	41%	81%	50%
PERMETHRIN	101%	145%	73%	88%	171%	116%
BENZO[A]PYREEN	15%	18%	22%	18%	60%	27%

MV1 gederivatiseerd (KLEI)
Monsters gespiked op 2 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	1,19	0,54	1,29	0,04	0,76	0,94	0,35	37%
ACENAFTHEEN-D10 (0 ng/µl)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,97	0,56	0,90	0,49	0,58	0,70	0,22	31%
O-CRESOL-CH ₃	7,71	7,80	7,32	1,74	8,37	6,59	2,74	42%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH ₃	0,86	1,38	0,73	0,80	1,20	0,99	0,28	28%
MECOPROP-CH ₃	0,69	1,21	0,51	0,38	0,73	0,70	0,32	45%
MCPA-CH ₃	0,62	1,24	0,46	0,28	0,63	0,65	0,36	56%
DICHLORPROP-CH ₃ (A)	0,61	1,17	0,51	0,35	0,68	0,66	0,31	47%
2,4-D-CH ₃	0,60	1,20	0,45	0,24	0,54	0,61	0,36	59%
2,4,5-T-CH ₃	0,58	1,07	0,50	0,24	0,57	0,59	0,30	51%
DICHLORPROP-CH ₃ (B)	1,29	1,40	1,02	1,23	1,50	1,29	0,18	14%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	59%	27%	64%	2%	38%	47%
ACENAFTHEEN-D10						
CHRYSEEN-D12	97%	56%	90%	49%	58%	70%
O-CRESOL-CH ₃	385%	390%	366%	87%	419%	329%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH ₃	43%	69%	37%	40%	60%	50%
MECOPROP-CH ₃	35%	60%	26%	19%	37%	35%
MCPA-CH ₃	31%	62%	23%	14%	32%	32%
DICHLORPROP-CH ₃ (A)	30%	59%	25%	18%	34%	33%
2,4-D-CH ₃	30%	60%	23%	12%	27%	30%
2,4,5-T-CH ₃	29%	53%	25%	12%	28%	30%
DICHLORPROP-CH ₃ (B)	64%	70%	51%	62%	75%	64%

VERVOLG TABEL 3: RESULTATEN MATIG VLUCHTIGE VERBINDINGEN

MV2 niet gederivatiseerd (VEEN)
Monsters gespiked op 2 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	0,51	0,63	0,67	0,54	0,67	0,60	0,07	12%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,28	0,31	0,48	0,27	0,32	0,33	0,09	26%
NAFTALEEN	0,94	1,02	0,57	1,01	1,94	1,10	0,51	46%
DICHLOR-2,3-ANILINE	0,17	0,29	0,14	0,17	0,03	0,19	0,06	34%
LINDAAN	1,44	1,81	0,62	1,54	2,34	1,78	0,41	23%
PCB-28	1,21	1,40	0,64	1,47	2,41	1,62	0,54	33%
PARATHION-ETHYL	2,00	2,48	0,97	2,70	3,62	2,39	0,35	15%
P,P-DDT	1,38	1,14	0,08	0,31	0,15	1,26	0,17	13%
PERMETHRIN	1,56	0,90	0,59	1,54	1,47	1,37	0,31	23%
BENZO[A]PYREEN	0,77	0,45	0,21	0,53	0,51	0,57	0,14	25%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	25%	32%	33%	27%	33%	30%
CHRYSEEN-D12	28%	31%	48%	27%	32%	33%
NAFTALEEN	47%	51%	29%	50%	97%	55%
DICHLOR-2,3-ANILINE	9%	14%	7%	8%	1%	10%
LINDAAN	72%	91%	31%	77%	117%	89%
PCB-28	60%	70%	32%	74%	121%	81%
PARATHION-ETHYL	100%	124%	49%	135%	176%	120%
P,P-DDT	69%	57%	4%	15%	7%	63%
PERMETHRIN	78%	45%	29%	77%	73%	68%
BENZO[A]PYREEN	39%	23%	11%	26%	26%	28%

MV2 gederivatiseerd (VEEN)
Monsters gespiked op 2 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	1,01	1,37	1,35	1,12	2,02	1,38	0,39	29%
ACENAFTHEEN-D10 (0 ng/µl)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,20	0,28	0,35	0,22	0,33	0,28	0,07	25%
O-CRESOL-CH3	3,71	0,05	1,70	4,33	7,96	3,25	1,38	42%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	1,67	1,69	0,63	1,94	2,59	1,97	0,43	22%
MECOPROP-CH3	0,23	0,89	0,38	0,60	1,21	0,77	0,36	47%
MCPA-CH3	0,23	1,05	0,43	0,58	1,08	0,68	0,38	56%
DICHLORPROP-CH3(A)	0,24	0,98	0,42	0,62	1,13	0,68	0,37	55%
2,4-D-CH3	0,22	1,30	0,49	0,54	0,94	0,70	0,42	61%
2,4,5-T-CH3	0,18	2,19	0,77	0,49	0,90	0,90	0,77	85%
DICHLORPROP-CH3(B)	0,82	1,37	0,39	1,16	1,44	1,04	0,43	42%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	51%	68%	68%	56%	101%	69%
ACENAFTHEEN-D10						
CHRYSEEN-D12	20%	28%	35%	22%	33%	28%
O-CRESOL-CH3	185%	2%	85%	217%	398%	162%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	83%	84%	32%	97%	130%	99%
MECOPROP-CH3	11%	45%	19%	30%	60%	38%
MCPA-CH3	12%	52%	21%	29%	54%	34%
DICHLORPROP-CH3(A)	12%	49%	21%	31%	57%	34%
2,4-D-CH3	11%	65%	24%	27%	47%	35%
2,4,5-T-CH3	9%	109%	38%	24%	45%	45%
DICHLORPROP-CH3(B)	41%	69%	20%	58%	72%	60%

VERVOLG TABEL 3: RESULTATEN MATIG VLUCHTIGE VERBINDINGEN

MV3 niet gederivatiseerd (WATERBODEM)
Monsters gespiked op 0,625 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	0,88	0,86	1,03	0,97	0,97	0,94	0,07	8%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,73	0,95	0,84	0,47	0,75	0,75	0,18	24%
NAFTALEEN	0,02	0,02	0,21	0,10	0,23	0,18	0,07	38%
DICHLOR-2,3-ANILINE	0,21	0,15	0,44	0,30	0,51	0,32	0,15	47%
LINDAAN	0,41	0,34	0,51	0,32	0,49	0,41	0,09	21%
PCB-28	0,14	0,16	0,27	0,17	0,27	0,20	0,06	31%
PARATHION-ETHYL	0,20	0,29	0,42	0,20	0,43	0,31	0,11	37%
P,P-DDT	0,21	0,46	0,36	0,19	0,35	0,31	0,12	37%
PERMETHRIN	0,21	0,28	0,42	0,27	0,56	0,35	0,14	41%
BENZO[A]PYREEN	0,25	0,27	0,39	0,16	0,44	0,30	0,11	37%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	44%	43%	51%	49%	48%	47%
CHRYSEEN-D12	73%	95%	84%	47%	75%	75%
NAFTALEEN	4%	2%	33%	16%	37%	29%
DICHLOR-2,3-ANILINE	34%	24%	70%	49%	81%	52%
LINDAAN	66%	54%	82%	51%	79%	66%
PCB-28	22%	26%	43%	27%	42%	32%
PARATHION-ETHYL	32%	47%	68%	32%	69%	50%
P,P-DDT	33%	74%	58%	30%	56%	50%
PERMETHRIN	33%	44%	67%	44%	89%	56%
BENZO[A]PYREEN	40%	43%	62%	25%	70%	48%

MV3 gederivatiseerd (WATERBODEM)
Monsters gespiked op 0,625 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	0,72	0,70	0,55	0,00	0,45	0,60	0,13	21%
ACENAFTHEEN-D10 (0 ng/µl)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	123%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,89	0,87	0,93	0,73	0,73	0,83	0,09	11%
O-CRESOL-CH3	0,12	0,11	3,33	0,12	2,22	0,12	0,01	7%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	0,50	0,34	0,77	0,20	0,52	0,53	0,18	34%
MECOPROP-CH3	0,50	0,30	0,54	0,33	0,31	0,40	0,11	29%
MCPA-CH3	0,47	0,34	0,45	0,29	0,24	0,36	0,10	28%
DICHLORPROP-CH3(A)	0,57	0,32	0,54	0,35	0,30	0,42	0,13	32%
2,4-D-CH3	0,50	0,39	0,41	0,29	0,20	0,36	0,12	32%
2,4,5-T-CH3	0,48	0,36	0,36	0,25	0,15	0,32	0,13	39%
DICHLORPROP-CH3(B)	0,40	0,35	0,64	0,55	0,46	0,48	0,12	24%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	36%	35%	27%	0%	22%	30%
ACENAFTHEEN-D10						
CHRYSEEN-D12	89%	87%	93%	73%	73%	83%
O-CRESOL-CH3	20%	17%	511%	19%	355%	19%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	79%	54%	124%	32%	83%	74%
MECOPROP-CH3	79%	47%	86%	53%	50%	63%
MCPA-CH3	75%	54%	71%	46%	38%	57%
DICHLORPROP-CH3(A)	92%	51%	87%	56%	47%	67%
2,4-D-CH3	80%	62%	65%	46%	32%	57%
2,4,5-T-CH3	77%	57%	58%	40%	24%	51%
DICHLORPROP-CH3(B)	63%	56%	102%	89%	73%	77%

VERVOLG TABEL 3: RESULTATEN MATIG VLUCHTIGE VERBINDINGEN

MV4 niet gederivatiseerd (WATERBODEM)
 Monsters gespiked op 2 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	1,08	0,85	0,92	0,71	1,09	0,93	0,16	18%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,88	0,86	0,97	0,29	0,60	0,72	0,28	39%
NAFTALEEN	0,02	0,20	0,32	0,51	1,51	0,63	0,60	94%
DICHLOR-2,3-ANILINE	0,15	1,02	1,74	0,78	1,99	1,38	0,57	42%
LINDAAN	1,36	0,80	1,45	0,76	1,99	1,27	0,51	40%
PCB-28	0,31	0,76	0,74	0,69	1,96	1,04	0,61	59%
PARATHION-ETHYL	1,51	0,84	1,83	0,69	2,37	1,90	0,43	23%
P,P-DDT	1,15	0,69	0,96	0,63	1,40	0,97	0,32	33%
PERMETHRIN	1,81	0,87	1,91	0,60	1,54	1,35	0,58	43%
BENZO[A]PYREEN	1,23	0,79	1,95	0,54	1,25	1,15	0,54	47%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	54%	43%	46%	35%	55%	47%
CHRYSEEN-D12	88%	86%	97%	29%	60%	72%
NAFTALEEN	1%	10%	16%	25%	76%	32%
DICHLOR-2,3-ANILINE	7%	51%	87%	39%	99%	69%
LINDAAN	68%	40%	73%	38%	100%	64%
PCB-28	15%	38%	37%	35%	98%	52%
PARATHION-ETHYL	75%	42%	91%	34%	118%	95%
P,P-DDT	57%	34%	48%	32%	70%	48%
PERMETHRIN	91%	44%	96%	30%	77%	67%
BENZO[A]PYREEN	61%	39%	98%	27%	63%	58%

MV4 gederivatiseerd (WATERBODEM)
 Monsters gespiked op 2 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	1,33	0,67	1,15	0,00	0,61	0,94	0,35	37%
ACENAFTHEEN-D10 (0 ng/µl)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	73%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,80	0,79	0,99	0,47	0,99	0,81	0,21	27%
O-CRESOL-CH3	0,33	8,16	12,98	0,09	12,05	6,72	6,22	92%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	1,50	1,21	1,89	0,90	2,17	1,69	0,42	25%
MECOPROP-CH3	1,38	1,35	0,89	0,78	1,76	1,23	0,40	33%
MCPA-CH3	1,26	1,28	0,62	0,47	1,58	1,04	0,47	46%
DICHLORPROP-CH3(A)	1,38	1,30	0,78	0,68	1,70	1,17	0,43	36%
2,4-D-CH3	1,39	1,31	0,52	0,33	1,58	1,03	0,56	55%
2,4,5-T-CH3	1,61	1,33	0,69	0,43	1,29	1,07	0,49	46%
DICHLORPROP-CH3(B)	1,34	0,81	2,27	1,09	2,16	1,53	0,65	42%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	66%	34%	58%	0%	31%	38%
ACENAFTHEEN-D10						
CHRYSEEN-D12	80%	79%	99%	47%	99%	81%
O-CRESOL-CH3	17%	408%	649%	4%	602%	336%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	75%	60%	95%	45%	108%	77%
MECOPROP-CH3	69%	67%	44%	39%	88%	62%
MCPA-CH3	63%	64%	31%	23%	79%	52%
DICHLORPROP-CH3(A)	69%	65%	39%	34%	85%	58%
2,4-D-CH3	70%	65%	26%	17%	79%	51%
2,4,5-T-CH3	81%	67%	35%	21%	64%	54%
DICHLORPROP-CH3(B)	67%	40%	114%	55%	108%	77%

VERVOLG TABEL 3: RESULTATEN MATIG VLUCHTIGE VERBINDINGEN

MV5 niet gederivatiseerd (BOUWSTOF)
Monsters gespiked op 0,4 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	0,46	0,51	0,52	0,85	1,05	0,68	0,26	38%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,50	0,42	0,47	1,36	1,10	0,77	0,43	56%
NAFTALEEN	0,09	0,12	0,03	0,34	0,34	0,18	0,14	80%
DICHLOR-2,3-ANILINE	0,26	0,19	0,13	0,49	0,45	0,30	0,16	51%
LINDAAN	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	101%
PCB-28	0,31	0,08	0,09	0,45	0,64	0,31	0,24	77%
PARATHION-ETHYL	0,06	0,02	0,08	0,39	0,41	0,19	0,19	101%
P,P-DDT	0,00	0,00	0,01	0,07	0,03	0,02	0,03	134%
PERMETHRIN	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	104%
BENZO[A]PYREEN	0,43	0,19	0,18	1,06	1,09	0,59	0,45	77%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	23%	25%	26%	42%	53%	34%
CHRYSEEN-D12	50%	42%	47%	136%	110%	77%
NAFTALEEN	21%	29%	8%	84%	84%	45%
DICHLOR-2,3-ANILINE	66%	48%	34%	122%	112%	76%
LINDAAN	0%	0%	0%	1%	1%	1%
PCB-28	77%	20%	22%	113%	159%	78%
PARATHION-ETHYL	14%	4%	20%	98%	102%	48%
P,P-DDT	0%	0%	2%	18%	9%	6%
PERMETHRIN	0%	1%	0%	2%	1%	1%
BENZO[A]PYREEN	107%	48%	44%	264%	271%	147%

MV5 gederivatiseerd (BOUWSTOF)
Monsters gespiked op 0,4 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	0,86	1,47	0,09	1,11	0,94	0,90	0,51	57%
ACENAFTHEEN-D10 (0 ng/µl)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	224%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,71	0,76	0,72	1,90	0,67	0,95	0,53	56%
O-CRESOL-CH3	2,16	0,56	0,40	3,06	2,28	1,69	1,16	68%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	0,12	0,09	0,10	0,48	0,41	0,24	0,19	79%
MECOPROP-CH3	0,01	0,01	0,08	0,05	0,01	0,03	0,03	97%
MCPA-CH3	0,02	0,01	0,09	0,02	0,01	0,03	0,03	109%
DICHLORPROP-CH3(A)	0,00	0,00	0,14	0,00	0,00	0,03	0,06	224%
2,4-D-CH3	0,00	0,03	0,11	0,00	0,02	0,03	0,04	146%
2,4,5-T-CH3	0,01	0,02	0,09	0,03	0,01	0,03	0,03	110%
DICHLORPROP-CH3(B)	0,51	0,12	0,15	0,68	0,44	0,38	0,24	63%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	43%	74%	5%	55%	47%	45%
ACENAFTHEEN-D10						
CHRYSEEN-D12	71%	76%	72%	190%	67%	95%
O-CRESOL-CH3	539%	140%	101%	764%	570%	423%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	29%	23%	25%	120%	103%	60%
MECOPROP-CH3	4%	3%	19%	13%	1%	8%
MCPA-CH3	5%	4%	21%	4%	3%	7%
DICHLORPROP-CH3(A)	0%	0%	35%	0%	0%	7%
2,4-D-CH3	0%	7%	27%	0%	4%	8%
2,4,5-T-CH3	2%	4%	21%	7%	3%	7%
DICHLORPROP-CH3(B)	129%	30%	38%	170%	109%	95%

VERVOLG TABEL 3: RESULTATEN MATIG VLUCHTIGE VERBINDINGEN

MV6 niet gederivatiseerd (BOUWSTOF)
 Monsters gespiked op 2 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	1,15	1,09	1,16	1,23	0,89	1,10	0,13	12%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	1,07	0,94	1,00	1,45	0,71	1,03	0,27	26%
NAFTALEEN	1,27	1,00	0,24	2,47	1,44	1,55	0,64	41%
DICHLOR-2,3-ANILINE	1,21	0,93	0,73	3,13	1,41	1,07	0,30	28%
LINDAAN	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	98%
PCB-28	1,57	0,93	0,82	3,78	1,45	1,19	0,37	31%
PARATHION-ETHYL	0,10	0,09	0,46	3,98	1,86	0,63	0,84	134%
P,P-DDT	0,00	0,00	0,03	1,87	0,33	0,45	0,81	180%
PERMETHRIN	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	83%
BENZO[A]PYREEN	1,79	1,04	0,92	4,84	1,47	1,30	0,40	31%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	58%	55%	58%	61%	44%	55%
CHRYSEEN-D12	107%	94%	100%	145%	71%	103%
NAFTALEEN	64%	50%	12%	123%	72%	77%
DICHLOR-2,3-ANILINE	60%	46%	36%	156%	70%	53%
LINDAAN	0%	0%	0%	0%	0%	0%
PCB-28	78%	47%	41%	189%	72%	60%
PARATHION-ETHYL	5%	5%	23%	199%	93%	31%
P,P-DDT	0%	0%	2%	94%	16%	22%
PERMETHRIN	0%	0%	0%	0%	0%	0%
BENZO[A]PYREEN	89%	52%	46%	242%	73%	65%

MV6 gederivatiseerd (BOUWSTOF)
 Monsters gespiked op 2 ng/µl in eindextract

Component	Concentratie (ng/µl)					Gem.	St.dev.	RSD%
	1	2	3	4	5			
NAFTALEEN-D8 (2 ng/µl)	1,27	1,08	0,68	1,24	0,69	0,99	0,29	29%
ACENAFTHEEN-D10 (0 ng/µl)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	224%
CHRYSEEN-D12 (1 ng/µl)	0,89	0,62	0,79	1,37	0,81	0,89	0,29	32%
O-CRESOL-CH3	7,90	1,23	3,91	25,11	6,24	4,82	2,90	60%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	0,55	0,36	0,77	3,04	1,53	0,80	0,51	64%
MECOPROP-CH3	0,05	0,03	0,32	0,44	1,44	0,46	0,58	126%
MCPA-CH3	0,03	0,01	0,17	0,18	1,38	0,35	0,58	165%
DICHLORPROP-CH3(A)	0,09	0,00	0,30	0,64	1,43	0,49	0,58	118%
2,4-D-CH3	0,04	0,00	0,14	0,24	1,33	0,35	0,55	158%
2,4,5-T-CH3	0,05	0,01	0,24	0,83	1,31	0,49	0,56	116%
DICHLORPROP-CH3(B)	1,54	0,71	0,73	4,16	1,28	1,06	0,41	39%

JUISTHEID IN PROCENTEN

Component	1	2	3	4	5	Gem.
NAFTALEEN-D8	64%	54%	34%	62%	34%	50%
ACENAFTHEEN-D10						
CHRYSEEN-D12	89%	62%	79%	137%	81%	89%
O-CRESOL-CH3	395%	61%	196%	1256%	312%	444%
2,4,5-TRICHLORFENOL-CH3	28%	18%	38%	152%	77%	63%
MECOPROP-CH3	3%	1%	16%	22%	72%	23%
MCPA-CH3	1%	0%	9%	9%	69%	18%
DICHLORPROP-CH3(A)	4%	0%	15%	32%	71%	25%
2,4-D-CH3	2%	0%	7%	12%	66%	17%
2,4,5-T-CH3	3%	0%	12%	41%	65%	24%
DICHLORPROP-CH3(B)	77%	35%	36%	208%	64%	84%