
Voorlopige Praktijkrichtlijn Bodem

VPR C85-17

- grond en grondwater, opwerking en analyse
- organo-stikstofbestrijdingsmiddelen (triazines)

1985

1. Onderwerp

Deze VPR beschrijft de methode voor de opwerking en analyse van grond- en grondwatermonsters op organo-stikstofbestrijdingsmiddelen (atrazine, propazine, simazine en terbutryn; som van deze stoffen is totaal organo-stikstof- bestrijdingsmiddelen).

2. Toepassingsgebied

De VPR is van toepassing op het opwerken en analyseren van grond- en grondwatermonsters in het kader van bodemverontreinigingsonderzoek.

3. Doel

Het doel van deze VPR is de opwerkings- en analysemethode voor organo-stikstofbestrijdingsmiddelen te omschrijven.

4. Opwerkingsmethode4.1. Grondwater
-----4.1.1. Het nemen van een deelmonster

Indien er sprake is van bezinksel (zand, slib etc.) wordt uitgegaan van de bovenstaande vloeistof na 16 uur bezinken (gekoeld tussen 2 en 5°C); voor monsterneming wordt gebruik gemaakt van een pipet.

4.1.2. Principe

De opwerking bestaat uit extractie van het zodanige grondwatermonster. Het extract wordt geconcentreerd.

4.1.3. Toepassingscriteria

De methode is geschikt, na een clean-up, voor de bepaling van organostikstofbestrijdingsmiddelen met behulp van gaschromatografie.

4.1.4. Werkwijze (1)

Circa 1 l van het zodanige watermonster wordt tweemaal geëxtraheerd met 100 ml dichloormethaan. De verzamelde extracten worden gedroogd over watervrij natriumsulfaat en tot ca. 10 ml geconcentreerd met behulp van een Kuderna-Danish indampapparaat. Daarna wordt onder een stikstofstroom bij kamertemperatuur geconcentreerd tot 1 ml.

4.2. Grond

4.2.1. Nemen van een deelmonster

Voor het nemen van een deelmonster wordt uitgegaan van de veldnatte grond. Hiertoe worden met behulp van een kaas- of appelboor 3 steken van elk ca. 15 ml uit de monsterpot genomen. Deze steken worden verzameld in een bekerglas en met een spatel gehomogeniseerd. Hieruit wordt een voor de analyse noodzakelijke hoeveelheid in bewerking genomen.

4.2.2. Principe

De opwerking bestaat uit extractie van het zodanige grondmonster. Het extract wordt geconcentreerd.

4.2.3. Toepassingscriteria

De methode is, na een clean-up, geschikt voor de bepaling van organostikstofbestrijdingsmiddelen met behulp van gaschromatografie. De extractie wordt uitgevoerd met een mengsel van aceton en dichloormethaan.

4.2.4. Werkwijze (1)

Ca. 10 gram grond (volgens 4.2.1.) wordt gedurende 10 minuten geschud met 50 ml aceton. Daarna wordt 100 ml dichloormethaan toegevoegd en weer 10 minuten geschud. De bovenstaande vloeistof (150 ml) wordt in een scheidrecter tweemaal met 100 ml water geëxtraheerd. De dichloormethaanfase wordt gedroogd over watervrij natriumsulfaat en geconcentreerd tot ca. 10 ml met een Kuderna-Danish indampapparaat. Daarna wordt onder een stikstofstroom bij kamertemperatuur geconcentreerd tot 1 ml. De clean-up staat beschreven in werkwijze 5.3.1.

5. Analysemethoden

5.1. Beschikbare techniek

Voor de analyse van organo-stikstofbestrijdingsmiddelen in grond- en grondwatermonsters is gaschromatografie de toe te passen methode. Hierbij kan worden gekozen uit twee detectiesystemen, te weten: een stikstof/fosfor detector (NPD) of een massaspectrometer (MS). Ter confirmatie zal regelmatig (eenmaal per serie overeenkomstige monsters) identificatie met GC/MS noodzakelijk zijn.

5.2. Toepassingscriteria

De analyse kan na een clean-up behandeling worden toegepast op extracten van grond en grondwater.

5.3. Werkwijze (1)

5.3.1. Clean-up

Het volgens de opwerkingsmethode (4.1.4. of 4.2.4.) verkregen extract wordt op een adsorptiekolom gebracht. Deze adsorptiekolom is gevuld met 1 gram, gedurende 15 uur, bij 200°C, gedeactiveerd silicagel. Deze kolom wordt eerst gespoeld met 2x1 ml dichloormethaan. Het extract wordt eerst geëluëerd met 15 ml mengsel van aceton en dichloormethaan (1:200 v/v %). Dit eluaat wordt verworpen.

Een tweede elutie wordt uitgevoerd met 10 ml mengsel van aceton en dichloormethaan (15:85 v/v %). Dit eluaat wordt onder een stikstofstroom bij kamertemperatuur geconcentreerd tot 1 ml. Een hoeveelheid (1-5 µl) wordt op de gaschromatograaf ingespoten.

5.3.2. Kolomkeuze

Een capillaire kolom met stationaire fase OV-101 is hiervoor bruikbaar.

6. Rapportage

Vermeld bij de rapportage:

- a. De gegevens die noodzakelijk zijn voor het identificeren van het monster.
- b. De toegepaste methode (VPR C85-17).
- c. Het gehalte uitgedrukt in µg/l voor grondwater en mg/kg droge stof voor grond.
- d. De eventuele bijzonderheden, tijdens de bepaling waargenomen.
- e. *Alle niet in de VPR voorgeschreven handelingen die het resultaat kunnen hebben beïnvloed. Hierbij dient met redenen te worden omschreven waarom voor de afwijkende handelingen is gekozen.*

7. Literatuur

- (1) Med. Fac. Landbouww. Rijksuniversiteit Gent, 49/3b, 1984: Determination of triazines, organophosphorus containing pesticides and aromatic amines in soil samples. R.C.C. Wegman, H.H. van den Broek, A.W.M. Hofstee and J.A. Marsman. Laboratory of Organic Chemistry National Institute of Public Health and Environmental Hygiene, P.O. Box 1, 3720 BA Bilthoven, the Netherlands