

Voorlopige Praktijkrichtlijn Bodem

VPR C85-18

- grond en grondwater, opwerking en analyse
- organo-fosforbestrijdingsmiddelen

1985

1. Onderwerp

Deze VPR beschrijft de methode voor de opwerking en analyse van grond- en grondwatermonsters op organofosforbestrijdingsmiddelen (dichlorvos, mevinphos, dimethoat, diazinon, disulfoton, parathion-methyl, malathion, fenthion, parathion-ethyl, chloorpyrifos, bromophos en bromophos-ethyl; som van deze stoffen is totaal organo-fosforbestrijdingsmiddelen).

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-fosforbestrijdingsmiddelen te omschrijven.

4. Opwerkingsmethode4.1. Grondwater4.1.1. Nemen van een deelmonster

Indien er sprake is van bezinksel (zand, slib etc.) wordt uitgegaan van de bovenstaande vloeistof na 16 uur bezinken (gekoel tusschen 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 , na een eventuele clean-up, geschikt voor de bepaling van organofosforbestrijdingsmiddelen m.b.v. gaschromatografie.

4.1.4. Werkwijze (1)

Ca. 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 tot droog ingedampt.

Het residu wordt opgenomen in 1 ml aceton voor directe injectie in de gaschromatograaf. Voor een eventuele clean-up wordt het residu opgenomen in 10 ml mengsel van aceton en water (1:10 v/v). De clean-up staat beschreven in 5.3.1.

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 eventuele clean-up, geschikt voor de bepaling van organofosforbestrijdingsmiddelen met behulp van gaschromatografie.

De extractie wordt uitgevoerd in een mengsel van aceton en dichloormethaan.

4.2.4. Werkwijze (1)

Ca. 10 gram (volgens 4.2.1.) wordt gedurende 10 minuten geschud met 50 ml aceton. Daarna wordt 100 ml dichloormethaan toegevoegd. De bovenstaande vloeistof (150 ml) wordt in een scheidertrechter tweemaal met 100 ml water geëxtraheerd. De dichloormethaanfase wordt gedroogd over watervrij natriumsulfaat en tot ca. 10 ml geconcentreerd in een Kuderna-Danish indampapparaat. Daarna wordt onder een stikstofstroom bij kamertemperatuur tot droog ingedampt.

Het residu wordt opgenomen in 1 ml aceton voor directe injectie in de gaschromatograaf.

Voor een eventuele clean-up wordt het residu opgenomen in een mengsel van aceton en water (1:10 v/v). De clean-up staat beschreven in 5.3.1.

5. Analysemethoden

5.1. Beschikbare techniek

Voor de analyse van organo-fosforbestrijdingsmiddelen 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 worden toegepast op extracten van grond en grondwater na een eventuele clean-up behandeling.

5.3. Werkwijze (1)

5.3.1. Clean-up (1)

Indien nodig (storende componenten) wordt een clean-up uitgevoerd. Het volgens de opwerkingsmethode (4.1.4. of 4.2.4.) verkregen extract wordt op een adsorptiekolom gebracht. Deze adsorptiekolom is gevuld met 350 mg Sep-pak C-18 en een propje glaswol. Ten eerste wordt geëluëerd met 20 ml mengsel van aceton en water (10:20 v/v %) (=eluaat A). Ten tweede wordt geëluëerd met 20 ml mengsel van aceton en water (50:50 v/v %) en 10 ml mengsel van aceton en water (60:40 v/v %) (= eluaat B). Aan beide eluaten (A en B) wordt 50 ml water toegevoegd en de mengsels worden achtereenvolgens met 3x20 ml dichloormethaan geschud. De samengevoegde dichloormethaanextracten (van A en B) worden gedroogd over watervrij natriumsulfaat en in een Kuderna-Danish indampapparaat geconcentreerd tot ca. 10 ml. Daarna wordt onder een stikstofstroom bij kamertemperatuur tot droog ingedampt. Het residu wordt opgenomen in 1 ml aceton. Een hoeveelheid (1-5 µl) wordt ingespoten op de gaschromatograaf.

5.3.2. Kolomkeuze (1)

Een capillaire kolom met stationaire fase CP-sil 5 CB of SE-30 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 C85-18).
- 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. Rijksuniv. 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, 3721 BA Bilthoven, the Netherlands