

GASCHROMATOGRAFISCHE BEPALING
VAN ORGANOCHLOOR BESTRIJDINGSMIDDELEN IN WATER

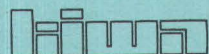
Mededeling nr. 34

**opgesteld
door
de**

**Werkgroep Ontwikkeling en Verbetering van Residu-
analysemethoden van Bestrijdingsmiddelen in Water**

van het

Rijksinstituut voor de Volksgezondheid



KEURINGSINSTITUUT VOOR WATERLEIDINGARTIKELEN KIWA N.V.

Mededeling nr. 34

Gaschromatografische bepaling
van organochloor bestrijdingsmiddelen in water

opgesteld
door
de

Werkgroep Ontwikkeling en Verbetering van Residu-
analysemethoden van Bestrijdingsmiddelen in Water

(OVR-W)

van het
Rijksinstituut voor de Volksgezondheid

Rijswijk (Z-H), juli 1974

Algemene inhoud

1. Doel en toepasbaarheid
2. Principe
3. Chemicalien
4. Standaardoplossingen
5. Apparatuur en glaswerk
6. Werkwijze
 - 6.1 Reiniging van glaswerk
 - 6.2 Extractie
 - 6.3 Zuivering
 - 6.4 Gaschromatografie
7. Berekening

De gaschromatografische bepaling van organochloor bestrijdingsmiddelen in water.

1. Doel en toepasbaarheid

Met de beschreven methode kunnen organochloor bestrijdingsmiddelen¹⁾ in water bepaald worden. De grens van aantoonbaarheid bedraagt voor de meeste stoffen 0,01 µg/l. De bepaling is geschikt voor drinkwater en oppervlaktewater. De recovery van de procedure is niet voor alle verbindingen gelijk en in alle gevallen kleiner dan honderd procent²⁾.

2. Principe

Het water wordt geëxtraheerd met petroleumether³⁾. Het extract wordt geconcentreerd en daarna gezuiverd over aluminiumoxyde. Het eluaat is direct geschikt voor gaschromatografische analyse met electroncapture detectie.

3. Chemicalien⁴⁾

- Petroleumether, kooktraject 40 °C - 60 °C, gedestilleerd.
- Natriumsulfaat, p.a. watervrij, gedurende 3 uren verhit op 500 °C.
- Aluminiumoxyde W 200, basisch, activiteit Super I Woelm. Droog een nacht (16 uren) bij 150 °C. Voeg aan 89 gram aluminiumoxyde 11 ml water toe. Schud tot alle klonten verdwenen zijn.
Gebruik na 24 uren.
- Kwartswol of gesilaniseerde glaswol, met PE gewassen.
- Hexaan, voor residuanalyse.
- n-Hexadecaan-oplossing, 10% in PE
- Aceton
- Stikstof, zeer zuiver.

1) Onder organochloor bestrijdingsmiddelen zijn in dit voorschrift de volgende stoffen begrepen: hexachloorbenzeen (HCB), α-hexachloorcyclohexaan (α-HCH), β-hexachloorcyclohexaan (β-HCH), γ-hexachloorcyclohexaan (γ-HCH), δ-hexachloorcyclohexaan (δ-HCH), aldrin, heptachloor, heptachloorepoxide, dieldrin, p,p'-DDE, p,p'-DDD, o,p'-DDT, α-endosulfan, β-endosulfan.

2) Zie ook onder punt 7.

3) In plaats van petroleumether (PE) kan hexaan worden toegepast.

4) Het vermelden van handels- of merknaam houdt geen aanbeveling in, doch dient slechts ter identificatie.

4. Standaardoplossingen

Bereid oplossingen van de genoemde bestrijdingsmiddelen in PE, die 100 mg per liter bevatten.

Uitgaande van deze oplossingen, die bij 4 °C ongeveer een maand houdbaar zijn, worden op de dag van de analyse verdunningen bereid overeenkomstig het te verwachten gehalte van het monster en het lineaire bereik van de detector.

5. Apparatuur en glaswerk

Scheitrechters 1000 ml.

Indampapparatuur volgens Kuderna Danish.

Erlenmeijers.

Gecalibreerde puntbuisjes met ingeslepen stop, inhoud 15 ml.

Chromatografiebuis (zie figuur).

Gaschromatograaf voorzien van electroncapture detector.

6. Werkwijze

6.1 Reiniging glaswerk

Het te gebruiken glaswerk dient volgens de normale reinigingsprocedure (zie SW-A1) behandeld te worden gevolgd door spoelen met PE.

6.2 Extractie

Breng 500 ml water over in een scheitrechter van 1 liter. Extraheer achtereenvolgens met 100, 50 en 50 ml PE door middel van krachtig schudden, gedurende telkens drie minuten. Verzamel de extracten in een erlenmeijer. Laat een eventuele emulsie steeds in de scheitrechter achter. Voeg ten einde het extract te drogen, naar behoefte natriumsulfaat toe. Schud gedurende een halve minuut, decantreer en was na met (3 x 10 ml) PE. Damp het gedroogde extract in, in een indampapparaat volgens Kuderna Danish, tot ongeveer 10 ml. Concentreer zonder verwarmen en onder overblazen van stikstof tot 1 ml.

6.3 Zuivering

Vul de chromatografiebuis, nadat een propje kwartswol is aangebracht, met $2,00 \pm 0,01$ gram aluminiumoxyde.

Breng het ingedampde extract op de kolom, spoel na met $3 \times 0,5$ ml PE en elueer vervolgens met 12 ml PE. Voeg aan het eluaat enkele druppels van een 10% oplossing van n-hexadekaan in PE toe. Damp de oplossing in tot juist droog en neem het residu op in 1,0 ml PE.

6.4 Gaschromatografie

Injecteer 1 μ l in de gaschromatograaf. Als de concentraties van de te bepalen componenten zo hoog zijn dat deze buiten het lineaire bereik van de detector vallen, dient het monster verdund te worden.

Gaschromatografische condities:

kolom: pyrex, 180 cm, $\frac{1}{4}$ inch uitw; 2 mm inw.

vulling: 1,5% OV-17 en 1,95% OV-210 op Supelcoport

temperatuur: kolom 190°C , injector 230°C

detector: minimaal 25° boven kolomtemperatuur

overige condities: volgens handleiding apparatuur.

Vergelijk de piekhoogte van het monster met de piekhoogte van standaarden van vergelijkbare gehalten.

7. Berekening

Bereken de gehalten als volgt:

$$g_m = g_s \times \frac{h_m}{h_s} \times \frac{v_s}{v_m} \times \frac{V_e}{V_m} \times \frac{100}{R} \quad 1)$$

g_m = gehalte van het monster ($\mu\text{g}/\text{l}$)

g_s = gehalte van de standaard (mg/l)

h_m = piekhoogte monster (mm)

h_s = piekhoogte standaard (mm)

v_s = geïnjecteerd volume standaard (μl)

v_m = geïnjecteerd volume monster (μl)

V_m = volume in behandeling genomen water (l)

V_e = eindvolume extract (ml)

R = recovery

1)

recoveries

HCB, α -BHC, aldrin, heptachloor

ca. 95%

β -BHC, γ -BHC, dieldrin

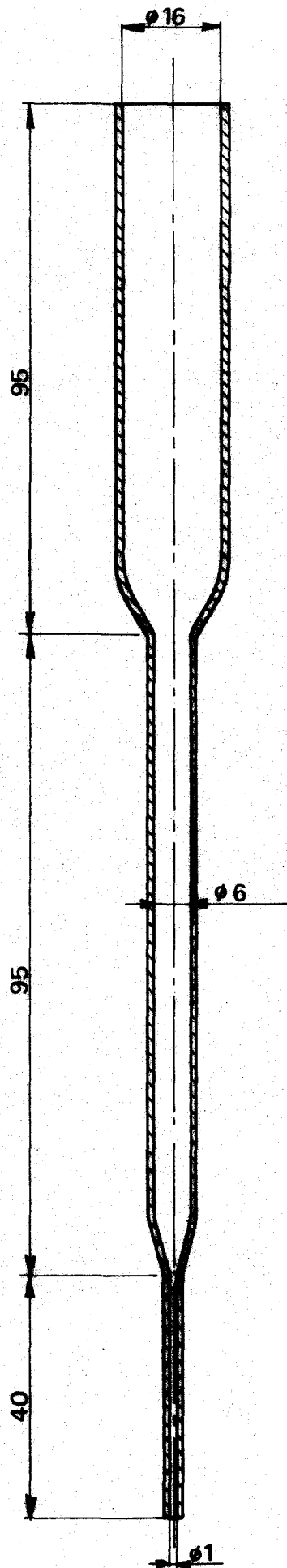
ca. 90%

p, p'-DDE, p, p'-DDT, p, p'-DDT

90 - 95%

heptachloorepoxide

85%



Chromatografiebuis

Schaal 1:1