

RIJKSINSTITUUT VOOR  
VOLKSGEZONDHEID EN MILIEU  
BILTHOVEN

Rapportnummer 714801 008

**Methode-ontwikkeling en analyse van PCB's,  
OC's, PAK's en triazines in grond in het kader  
van bodemkwaliteitskartering.**

G.H. Stil, J.A. Marsman, D.C. van Harten,  
R. Hoogerbrugge en E.G. van der Velde

Januari 1996

Aan dit onderzoek werkte verder mee:  
H.A.G. Heusinkveld

Dit onderzoek is verricht in opdracht en ten laste van het Directoraat-Generaal Milieubeheer Directie Bodem in het kader van project 714801, zoals omschreven in de onderzoeksplannen 714801-92/02/00 en 714801-93/03/00.

This investigation has been performed in order and for account of the Directorate-General for the Environmental Protection, Ministry of Housing, Physical Planning and Environment within the framework of project 714801, as described in study 724801-92/02/00 and 714801-93/03/00.

Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieu, Postbus 1, 3720 BA Bilthoven,  
tel. 030-2749111, fax 030-2742971

## VERZENDLIJST

- 1-3 Directoraat-Generaal Milieubeheer, Directie Bodem
- 4 Plv. Directeur Generaal Milieubeheer
- 5 Directoraat-Generaal Milieubeheer, Directie Lucht en Energie
- 6 Directoraat-Generaal Milieubeheer, Directie Stoffen, Veiligheid en Straling
- 7 Depôt voor Nederlandse Publicaties en Nederlandse Bibliografie
- 8 Directie RIVM
- 9 Ir. F. Langeweg
- 10 Dr. H.A. van 't Klooster
- 11 Drs. L.H.M. Kohsiek
- 12 Ir. R. van den Berg
- 13 Ir. W. van Duijvenbouden
- 14 Drs. P. Lagas
- 15 Drs. W.J. Willems
- 16 Dr.Ir. J.J.B. Bronswijk
- 17 Dr.Ir. R.F.M.J. Cleven
- 18 Dr. P. van Zoonen
- 19 Drs. A.K.D. Liem
- 20 Mw.Drs. J.A.M. Lijdsman Schrijvers
- 21-26 Auteurs en medewerkers
- 28 Documentatiecentrum ACT
- 29 Bibliotheek RIVM
- 30 Bureau Rapportenregistratie
- 31-51 Reserve exemplaren t.b.v. Bureau Rapportenbeheer

## INHOUDSOPGAVE

VERZENDLIJST	ii
INHOUDSOPGAVE	iii
SUMMARY	v
SAMENVATTING	vi
1 INLEIDING	1
1.1 Achtergronden	1
1.2 Onderzoeksopzet	2
2 METHODE ONTWIKKELING	4
2.1 Extractie	5
2.2 Zuivering	5
2.3 Chromatografische condities	8
2.4 Interne standaarden	8
3 MATERIAAL EN METHODE	9
3.1 Monstergegevens	9
3.2 Analysemethode PAK's, PCB's en lindaan	9
3.3 Analysemethode triazines	11
4 VALIDATIE	12
4.1 Opzet validatie	12
4.2 Uitvoering validatie (PAK's, PCB's en lindaan)	13
4.2.1 Kwaliteitsmonster (PAK en PCB/lindaan validatie)	13
4.2.2 Standaard ijklijn	13
4.2.3 Procedure ijklijn	14
4.3 Resultaten PAK-validatie	14
4.3.1 Analysevariatie	14
4.3.2 Binnenlab reproduceerbaarheid (kwaliteitsmonster)	15
4.3.3 Recoveries	16
4.3.4 Herhaalbaarheid (procedure ijklijn)	18
4.3.5 Bepalingsgrens	18
4.4 Resultaten PCB/lindaan validatie	19
4.4.1 Interne en externe standaarden	19
4.4.2 Binnenlab reproduceerbaarheid (kwaliteitsmonster)	21
4.4.3 Bepalingsgrens	21
4.5 Validatie triazines	22

5	RESULTATEN EN DISCUSSIE	23
5.1	PAK's	23
5.2	PCB's en lindaan	25
5.3	Triazines	26
5.4	Multivariate dataverwerking	26
6	CONCLUSIES	30
	REFERENTIES	32
	BIJLAGEN	
1.	Analysemethoden PAK's, PCB's, lindaan en triazines	33
2.	Analyseresultaten PAK's, PCB's, lindaan en triazines	38
3.	Chromatogrammen	49
4.	Streefwaarden voor PAK's, PCB's en lindaan	51
	FIGUREN	
1.	Correlatie gehalten PCB 153 en PCB 138.	26
2.	Projectie van de verschillende typen monsters op de eerste PC's.	27
3.	Projecties van de verschillende variabelen (stofgroepen; organische stof en watergehalte) op de eerste twee PC's.	28
	TABELLEN	
1.	Selektie van tien grondmonsters.	4
2.	Zuiveringsstappen.	6
3.	Monstergegevens.	10
4.	Selektie grondmonsters voor kwaliteitsmonster.	13
5.	Analysevariatie.	15
6.	Binnenlab reproduceerbaarheid van kwaliteitsmonster voor de verschillende PAK's (n=9).	16
7.	Recoveries en standaarddeviatie(%) voor individuele PAK's in grond.	16
8.	Herhaalbaarheid PAK's voor verschillende concentratieniveaus.	17
9.	Bepalingsgrens ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ droge stof).	18
10.	Relatieve piekhoogten van de interne standaarden in de kwaliteitsmonsters (t.o.v. PCB 155).	20
11.	Binnenlab reproduceerbaarheid kwaliteitsmonster voor lindaan/PCB's (n=6).	21
12.	Analyseresultaten van PAK's, PCB's, lindaan en triazines: medianen en hoogste en laagste gehalten.	24

## ABSTRACT

The Laboratory of Soil and Groundwater Research (LBG) has started several new monitoring studies for determining the environmental quality of soil, including the analysis of organic compounds. The project 'Mapping Soil Quality 1992' has been used to develop new analysis methods for these groups of compounds or to optimize conventional methods to reach lower limits of determination.

In this report, method development is described for the analysis of 13 polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) (16 EPA-PAH except naphthalene, acenaphthene en acenaphthylene); 15 polychlorobiphenyls (PCBs), i.e. indicator PCBs with IUPAC-nos. 28, 52, 101, 138, 153 and 180, and mono-ortho PCBs with IUPAC-nos. 60, 74, 105, 114, 118, 156, 157, 167 and 189; and organochloropesticides (OCs).

Method development has resulted in a combined sample pretreatment and clean-up for the analysis of PAHs, PCBs and lindane ( $\gamma$ -HCH). After extraction with acetone/light petroleum, a clean-up on deactivated alumina with sodium sulphite and sodium hydroxide has been performed to remove sulphur components from the extracts. Next, further chromatography on silica with sulphuric acid is necessary for the analysis of PCBs and lindane. The final methods resulted in lower limits of determination for all compounds than in previous methods, i.e. 1 to 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  dry matter for PAHs and 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  dry matter for PCBs and lindane. Triazines have been analyzed using existing methods with a limit of determination of 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  dry matter.

PAHs were found in all samples of this study, with a median concentration level between 5 and 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  dry matter; in some samples upto 1 mg/kg dry matter. PCB concentrations were low, from below determination limit of 0.1 to a maximum of 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  dry matter; levels for lindane varied between 0.2 en 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  dry matter. Triazines were found in nine samples (43 samples in total).

Individual samples were found to have large differences in concentrations of organic components. No effect could be distinguished for the different factors, the use and type of soil, and the location.

## SAMENVATTING

In het kader van de nieuwe opzet van een aantal meetnetten bij LBG, waarbinnen bemonstering van de bodem en bepaling van de gehalten van onder andere een aantal organische componenten in bodemmonsters centraal staat, is de kwaliteitskartering van 1992 aanleiding geweest om voor deze stofgroepen methoden te ontwikkelen of bestaande analysemethoden verder te optimaliseren om de gewenste lage bepalingsgrenzen te halen.

In dit rapport wordt de ontwikkeling van nieuwe methoden voor de bepaling van 13 polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK's) (16 EPA-PAK's met uitzondering van naftaleen, acenaftaleen en acenaftyleen); 15 polychloorbifenylen (PCB's), te weten de indicator PCB's met IUPAC-nrs. 28, 52, 101, 138, 153 en 180, en de mono-ortho PCB's met IUPAC-nrs. 60, 74, 105, 114, 118, 156, 157, 167 en 189; en organochloorbestrijdingsmiddelen (OC's) beschreven.

De ontwikkeling van de methode heeft geresulteerd in een gezamenlijke monstervoorbewerking en zuivering voor de analyse van de PAK's, PCB's en lindaan ( $\gamma$ -HCH). Na een tweevoudige extractie met aceton/petroleumether wordt een zuivering over gedeseactiveerde aluminiumoxide, beladen met natriumsulfiet, en natriumhydroxide uitgevoerd om met name zwavelverbindingen in de extrakten te verwijderen. Voor de PCB- en lindaan-analyse is vervolgens nog een zuivering over silica, beladen met zwavelzuur noodzakelijk. De methode resulteert voor alle componenten in lagere bepalingsgrenzen dan voorheen mogelijk waren, te weten van 1 tot 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. voor de verschillende PAK's en 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. voor de PCB's en lindaan. Voor de triazines is een bestaande methode toegepast; de bepalingsgrens bedraagt hierbij 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s..

In alle monsters van dit onderzoek naar de bodemkwaliteitskartering werden PAK's aangetroffen op een mediaan-niveau tussen 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. en 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s., met enkele uitschieters tot 1 mg/kg droge stof. PCB's komen op laag niveau (onder de bepalingsgrens van 0.1 tot maximaal 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s.) in de monsters voor; lindaan gehalten variëren tussen 0.2 en 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s.. Triazines worden slechts in negen van de 43 monsters aangetroffen.

De individuele verschillen tussen diverse monsters - met name voor de PAK's - zijn groot, maar er kan geen onderscheid gemaakt worden naar de verschillende factoren als grondgebruik, grondsoort en lokatie.

## 1 INLEIDING

### 1.1 Achtergronden

Binnen het Laboratorium voor Bodem en Grondwater (LBG) zijn een aantal meetnetten opgezet waarbinnen bemonstering van de bodem en bepaling van de gehalten van onder andere een aantal organische componenten in de verzamelde bodemmonsters centraal staat. Zo vond in 1988 een landsdekkende inventarisatie plaats waarbij van 40 lokaties op het gebied van de organische componenten de klassieke organochloorbestrijdingsmiddelen en de indicator PCB's onderzocht zijn. De bodemmonsters zijn geanalyseerd op 16 organochloorbestrijdingsmiddelen, te weten HCB,  $\alpha$ -HCH,  $\beta$ -HCH,  $\gamma$ -HCH,  $\delta$ -HCH, heptachloor (HEPTA),  $\beta$ -heptachloorepoxide (HEPO), aldrin, dieldrin, endrin,  $\alpha$ - en  $\beta$ -endosulfan (ENDO), p,p'-DDE, TDE, o,p'-DDT en p,p'-DDT en de 7 indicator PCB's, te weten PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 en 180. Het onderzoek is min of meer screenend uitgevoerd. De A-waarden, zoals gebruikt in de Leidraad Bodemsanering nov. 1988 werden herhaaldelijk overschreden voor HCB (10),  $\alpha$ -,  $\beta$ - en  $\gamma$ -HCH (1), dieldrin (10), endrin (1), endosulfan (10), p,p'-DDE (100), TDE (100) en PCB 52 (1) (A-waarden zijn tussen haakjes vermeld in  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s.; voor o,p'-DDT en p,p'-DDT werd in deze Leidraad geen A-waarde gegeven). B-waarden werden overschreden voor p,p'-DDE (500) en p,p'-DDT (500) in boomgaarden. De PCB's lagen voor de meeste monsters onder de bepalingsgrens van  $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. tot een maximum waarde van enkele  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. voor met name PCB 138 en 153 [2].

In 1992 is een landelijke bodemkwaliteitskartering uitgevoerd waarbij gebruik gemaakt is van grondmonsters die door het Bedrijfslaboratorium voor Grond- en Gewasonderzoek (BLGG) te Oosterbeek routinematig worden verzameld en geanalyseerd [1]. Het betreft hier een geselecteerd aantal monsters van voornamelijk landbouwbedrijven, welke een representatief beeld - zowel gebiedsgericht als qua grondgebruik en grondsoort - geven van de situatie in Nederland. De kwaliteit van de bodem wordt bepaald aan de hand van gemeten gehalten van organische en anorganische componenten, welke getoetst worden aan streefwaarden en achtergrondgehalten [1]. Voor een aantal organische componenten die binnen de diverse meetnetten geanalyseerd zouden moeten worden, zijn nog geen methoden beschikbaar of moeten bestaande analysemethoden verder geoptimaliseerd worden om de gewenste lage bepalingsgrenzen te halen. De kwaliteitskartering van 1992 is aanleiding geweest om voor deze stofgroepen methoden te ontwikkelen. Een aantal componenten uit de volgende stofgroepen zijn hiertoe gekozen: polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK's), organochloorbestrijdingsmiddelen (OC's), polychloorbifenylen (PCB's) en triazines.

In 1993 is gestart met het Landelijk Meetnet Bodemkwaliteit, waarbij 200 over Nederland verspreide vaste lokaties elke vijf jaar worden bemonsterd.

## 1.2 Onderzoeksopzet

Bij de opzet van het onderzoek bodemkwaliteitskartering is vooral gekeken naar de relevantie van de verschillende componenten, het gebruik (wat betreft de bestrijdingsmiddelen) en informatie over het voorkomen.

De keuze voor PAK's komt voort uit de toenemende belangstelling voor deze componentgroep op basis van de beschikbare gegevens over mogelijke carcinogeniteit en de diffuse verspreiding van deze contaminant over het Nederlandse grondgebied. Van de 16 EPA-PAK's zullen 13 PAK's geanalyseerd worden. Naftaleen, acenaftaan en acenaftyleen zijn redelijk vluchtig zodat de opbrengst van deze componenten bij de gekozen analysemethode niet betrouwbaar is; verder zullen deze componenten, gezien het feit dat de monsters gedroogd werden aangeleverd, slechts in geringe mate in de monsters aanwezig zijn. De gewenste waarde voor de bepalingsgrenzen ligt tussen 0.1 en 0.5 µg/kg d.s. (in de ontwerp NEN 5731 is dit 10 - 100 µg/kg d.s.).

Met betrekking tot de PCB's zullen naast de indicator PCB's (PCB 28, 52, 101, (118), 138, 153 en 180), welke zijn opgezet om een representatief beeld te geven van het voorkomen van het totaal aan PCB's, een aantal mono-ortho PCB's (PCB 105 en 118 en afhankelijk van het validatie onderzoek PCB 60, 74, 114, 123, 156, 157 en 167) geanalyseerd worden. Mono-ortho PCB's hebben 'dioxine'achtige eigenschappen en hebben een meer vlakke structuur dan de overige PCB's. De vlakke of non-ortho PCB's zullen niet onderzocht worden, omdat bij het begin van dit onderzoek nog geen analysemethode beschikbaar was; gezien te verwachten lage concentratieniveaus is analyse met GC-MS analoog aan de dioxine-analyse noodzakelijk.

Voor de organochloorbestrijdingsmiddelen is gekozen voor een aantal bestrijdingsmiddelen, die momenteel nog steeds worden toegepast in tegenstelling tot het merendeel van de klassieke OC's, die al jaren niet meer toegepast mogen worden. Wanneer een geschikte analysemethode ontwikkeld kan worden zullen de volgende OC's onderzocht worden: lindaan (γ-HCH), chloorthalonil, dicofol en vinchlozolin. De gewenste waarde voor de bepalingsgrenzen van PCB's en OC's is gesteld op 0.1 µg/kg d.s.

De verschillende triazines zijn in dit onderzoek opgenomen, gezien de toepassing van deze polaire herbiciden tegen éénjarige onkruiden en kweekgras. In Nederland zijn atrazin en simazin als bestrijdingsmiddelen toegestaan bij de teelt van snijmais en korrelmais. Atrazin en ook simazin kunnen in de bodem worden omgezet in een aantal metabolieten. Door hydrolyse wordt atrazin omgezet in hydroxyatrazin en door N-dealkylering in desethyl- en desisopropylatrazin. De N-dealkylering is een belangrijk afbraakmechanisme omdat desethyl- en desisopropylatrazin de herbicide eigenschappen behouden, terwijl hydroxyatrazin een lage fyto-toxiciteit heeft. De omzettingsproducten van simazin zijn identiek aan verschillende omzettingsproducten van atrazin; zo wordt uit simazin o.a. desisopropylatrazin gevormd. De gewenste waarde voor de bepalingsgrenzen is gesteld op 5 to 10 µg/kg d.s.



In dit rapport wordt de ontwikkeling danwel optimalisatie van nieuwe of bestaande methoden voor de bepaling van PAK's, PCB's en OC's in grondmonsters weergegeven. Doelstelling hierbij was om te streven naar een gezamenlijke monsteropwerking en zuivering voor de analyse van de PAK's, PCB's en OC's, welke methoden waren gebaseerd op bestaande ervaring met deze stofgroepen binnen het Laboratorium voor Organisch-Analytische Chemie (LOC). Daarnaast zijn de analysemethoden verder geoptimaliseerd zodat lagere bepalingsgrenzen voor de verschillende stofgroepen gerealiseerd konden worden. Hoofdstuk 2 geeft de ontwikkeling van de methode weer voor de analyse van de PAK's, PCB's en OC's in grond. In hoofdstuk 3 en 4 worden resp. de toegepaste methoden en de validatie van de afzonderlijke stofgroepen beschreven. In hoofdstuk 5 worden de analyseresultaten van PAK's, PCB's, lindaan en triazines in de grondmonsters van het onderzoek bodemkwaliteitskartering besproken.

## 2 METHODE ONTWIKKELING

Doelstellingen voor de analytisch chemische methodeontwikkeling voor de analyse van PAK's, PCB's en OC's in grondmonsters zijn de volgende:

1. Gezien het grote aantal grondmonsters van dit en komende meetnetten, wordt vanuit efficiency overwegingen gestreefd naar een gezamenlijke monsteropwerking voor de analyse van PAK's, PCB's en OC's.
2. Gezien de lage te verwachten gehalten, worden bestaande analysemethoden verder geoptimaliseerd om lagere bepalingsgrenzen te kunnen halen.
3. Nieuwe methoden worden ontwikkeld voor een aantal componenten, chloorthalonil, dicofol en vinchlozolin en de mono-ortho PCB's, waarmee geen ervaring is opgedaan in het verleden en waarover geen informatie omtrent het voorkomen in de Nederlandse bodem bestaat.

Bij de methodeontwikkeling is in eerste instantie uitgegaan van vijf verschillende referentiegronden, afkomstig van LBG. De in deze monsters voorkomende PCB-niveaus waren veelal hoger dan de verwachte niveaus, zoals gerapporteerd bij het Landelijk Meetnet Bodem in 1988 [2]. Aangezien voor de keuze van een aantal stappen van de te ontwikkelen analysemethode behoefte was aan representatieve grondmonsters, is besloten om tien grondmonsters uit het gehele aanbod van monsters uit de bodemkartering 1992 te selekteren op basis van grondsoort, gebruik en lokatie. In tabel 1 wordt deze selectie van grondmonsters weergegeven.

Tabel 1. Selectie van tien grondmonsters.

grondsoort	gebruik	lokatie	LOCMON nr.
zeeklei	gras	noordelijk zeeklei	921274
zeeklei	gras	westelijk weidegrond	921411
zeeklei	bouwland	zuidelijke zeeklei	930005
zand	gras	noordelijk veenw	930033
zand	bouwland	zuidelijk zandgebied	921296
veen	gras	noordelijk veenw	930001
veen	gras	westelijk weidegrond	921270
rivierklei	gras	westelijk weidegrond	921403
rivierklei	fruit	rivierkleigebied	930025
rivierklei	gras	zuidelijk zandgebied	930029

De tien geselecteerde grondmonsters zullen onderzocht worden op de volgende parameters:

- Eventuele steringen die voorkomen, afhankelijk van de grondsoort (zoals zwavelverbindingen en humuszuren). Op basis van deze steringen zal een geschikte zuiveringsmethode worden

ontwikkeld.

- Het niveau van de te analyseren componenten voor de validatie van de analysemethode.
- Het voorkomen van mono-ortho PCB's op het niveau van 0.1 µg/kg grond. Afhankelijk van het voorkomen van één of meer mono-ortho PCB's en de concentratie, is het noodzakelijk om een scheiding van de mono-ortho PCB's van de overige PCB's toe te passen met behulp van Carbosphere; dit zou een verdubbeling van de analysetijd opleveren.
- De keuze van de te gebruiken interne standaarden. Dit is afhankelijk van mogelijke "schone plaatsen" in het chromatogram.

## 2.1 Extractie

Als basis voor de opwerking van de grondmonsters diende ontwerp NEN 5731 [3] en ervaringen op het gebied van grondextractie voor PAK's en PCB's. Voor PAK's wordt in het algemeen een meervoudige extractie toegepast met petroleum ether, terwijl voor de PCB's een gecombineerde extractie met aceton en petroleum ether wordt gebruikt. Voor dit onderzoek is gekozen voor een tweevoudige extractie met aceton:petroleum ether (1:3), welke in bijlage 1 gedetailleerd wordt weergegeven.

## 2.2 Zuivering

De verkregen extracten waren licht geel tot oranje gekleurd, zodat een verdere zuivering noodzakelijk was. In de PAK-chromatogrammen was met name een verhoging van de basislijn en veel ruis te zien, terwijl in de PCB-chromatogrammen daarnaast ook nog een grote verstoring als gevolg van zwavel aanwezig was. Wanneer alleen een zuivering over 2 gram gedesactiveerde aluminiumoxyde werd uitgevoerd, gaven de chromatogrammen van zowel veengrond als rivierklei een forse verhoging van de basislijn te zien in het gebied waar de PCB's elueren, waarschijnlijk veroorzaakt door zwavelverbindingen. Ten gevolge hiervan werd gezocht naar een zuiveringsstap die zou resulteren in een chromatogram met een rechte basislijn (GC-analyse) en tevens voor de analyse van de verschillende componenten (PAK's, PCB's en lindaan) *gecombineerd* kon worden uitgevoerd.

De verschillende mogelijkheden met het resultaat zijn in tabel 2 beknopt weergegeven, en worden vervolgens per zuiveringsstap besproken.

### 1) *Zuivering over gedesactiveerde aluminiumoxide (10% water)*

In het GC-chromatogram van de PCB-analyse was een forse verhoging van de basislijn te zien in het gebied waar de PCB's elueren.

### 2) *Extract uitschudden met natriumsulfiet-oplossing*

Het extract werd in 15 ml petroleumether gebracht en hieraan werd 100 ml milliQ-water en 5 ml

Tabel 2. Zuiveringsstappen.

nr.	Zuiveringsstap	Resultaat (GC-analyse -> PCB's/lindaan))
1	Zuivering over gedesactiveerde aluminiumoxide (10%)	negatief (verhoging van basislijn - PCB)
2	Extract uitschudden met natriumsulfiet-oplossing	negatief (storingen in chromatogram)
3	Extract uitschudden met tetrabutylammonium-sulfietreagens (TBA)	negatief (nieuwe storingen in chromatogram)
4	Toevoeging TBA-reagens tijdens extractie grond	negatief (nieuwe storingen in chromatogram)
5	Zuivering over silica-gel (geactiveerd)	negatief (PAK's/OC niet van silica)
6	fraktionering over een SPE-silica-kolom	negatief
7	Zuivering over (SPE) sulfonic kolom (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> SO <sub>3</sub> H)	negatief (storingen blijven aanwezig)
8	Zuivering over gedesactiveerde (10%) en met natriumsulfiet (9%) en natriumhydroxide (1%) beladen aluminiumoxide.	positief (storingen en verhoging basislijn voor groot gedeelte gereduceerd)
9	Scheiding mono-ortho-PCB's van de PCB-bulk m.b.v. Carbosphere.	negatief

verzadigde natriumsulfiet-oplossing toegevoegd (1 minuut schudden). Natriumsulfiet wordt gebruikt om de zwavelverstoring te verminderen. De forse verhoging in het chromatogram bleef, na deze handeling, aanwezig.

### 3) *Extract uitschudden met tetrabutylammonium-sulfietreagens (TBA-reagens)*

TBA-reagens wordt bereid door ca. 2 gram af te wegen en op te lossen in 50 ml milliQ-water, vervolgens drie maal uit te schudden met 20 ml petroleumether en het reagens te verzadigen met natriumsulfiet. Aan het grondmonsterextract werd na de zuivering 1-propanol en TBA-reagens toegevoegd in de verhouding 1:1:1 (1 minuut schudden). De petroleumether-laag werd vervolgens geanalyseerd. De forse verhoging in het chromatogram was gereduceerd tot een acceptabel niveau, maar er werden door deze stap wel nieuwe storingen in het chromatogram geïntroduceerd.

### 4) *Toevoeging TBA-reagens tijdens de extractie van het grondmonster*

Deze stap gaf evenmin een beter resultaat. Daarbij vond er geen goede menging plaats van de grond met de petroleumether in combinatie met het TBA-reagens.

5) *Zuivering over 5 gram silica-gel (geactiveerd)*

De PAK's en OC's, met uitzondering van naftaleen, werden niet geëluëerd van de silica-kolom (15% opbrengst bij elutie met 35 ml petroleumether). De PCB's, met uitzondering van PCB 21 en 29, werden geëluëerd met 40 ml petroleumether, maar de zuiveringsstap gaf geen verbetering in het chromatogram.

6) *Fraktionering over SPE-silica-kolom*

Deze zuiveringsstap gaf hetzelfde resultaat als de zuivering over 5 gram geactiveerde silica, de storingen bleken in dezelfde fraktie van de PCB's aanwezig te zijn.

7) *Zuivering over een SPE benzeensulfonzuur-kolom ( $C_6H_5SO_3H$ )*

De kolom werd geconditioneerd met 3 ml hexaan, waarna 0.5 ml van het monsterextract op de kolom werd gebracht. Na 10 minuten werden steeds frakties van 1 ml opgevangen. In de PCB-frakties (nr.1 en 2) waren de storingen nog steeds aanwezig.

8) *Zuivering over "Japenga" aluminiumoxide*

Deze zuivering over gedesactiveerde (10% water) en met natriumsulfiet (9%) en natriumhydroxide (1%) beladen aluminiumoxide [8] gaf een positief resultaat. De forse verhoging en de storingen in het chromatogram zijn gereduceerd tot een acceptabel niveau. De PAK's bleken ook bestand te zijn tegen deze zuiveringsstap en de opwerking kan dus gezamenlijk worden uitgevoerd. De OC's chloorthalonil, dicofol, vinchlozolin vertonen een zeer lage recovery (0-2%) bij deze zuivering. Eluentia als PE/diëthylether of toluen in plaats van petroleumether gaven evenmin een positief effect. Voor een hoeveelheid grondmonster van 20 gram bleek 10 gram aluminiumoxide (Japenga) voldoende te zijn. Het extract bleef echter geel gekleurd en dit zal naar verwachting gevolgen hebben voor de levensduur van de capillaire GC-kolom. Een zuiveringsstap over een kolom gevuld met 1.5 gram silica, beladen met zwavelzuur (bereiding zie bijlage 1), leverde een helder kleurloos extract op. Deze zuiveringsstap zal alleen voor het PCB-deel van het extract worden gebruikt omdat de PAK's afbraak vertonen bij deze zuiveringstechniek.

9) *Scheiding mono-ortho-PCB's van de PCB-bulk m.b.v. carbosphere*

Hiervoor werd een kolom met een diameter van 5 mm en een lengte van 21 cm gevuld met 1200 mg Carbosphere. Een standaardmix van mono-ortho- en di-ortho PCB's werd geëluëerd over deze kolom, waarbij getracht werd door optimalisatie van de samenstelling én de hoeveelheid eluens de di-ortho's (fraktie 1) te scheiden van de mono-ortho's (fraktie 2). De hoger gechlorideerde di-ortho PCB's (IUPAC nrs. 138, 153 en 180) bleken niet volledig te scheiden, van de laag gechlorideerde mono-ortho PCB 28.

De hierboven beschreven resultaten hebben geresulteerd in een zuivering over "Japenga" aluminiumoxide, waarna het extract in twee frakties gesplitst wordt voor PAK- resp. PCB-analyse. De analyse van de OC's, met uitzondering van linaan, bleek niet mogelijk omdat er geen geschikte zuiveringsmethode voor deze componenten gevonden werd.

### 2.3 Chromatografische condities

Voor de bepaling van PAK's en PCB's werd uitgegaan van de HPLC en GC-condities, zoals vermeld in respectievelijk SOP LOC/141 en 142 [5, 6]. De uiteindelijke condities zijn vermeld in bijlage 2.

### 2.4 Interne standaarden

#### *PAK-analyse*

Voor de analyse van de PAK's is onderzocht of de PAK's 6-methylchryseen, retene en/of coroneen gebruikt kunnen worden als interne standaard. Het blijkt dat in alle tien de geselecteerde grondmonsters "storingen" aanwezig zijn die dezelfde retentie ondervinden als deze drie mogelijk interne standaarden. Bij de uiteindelijke analyse zijn dan ook geen interne standaarden toegepast voor de kwantitatieve analyse.

#### *PCB-analyse*

Voor de PCB-analyse zijn de volgende interne PCB standaarden geselecteerd IUPAC nrs. 29, 72, 143, 155 en 207. Van deze PCB's is door ondervinding vastgesteld dat deze niet of in zeer lage concentraties voorkomen in grondmonsters, verder zijn deze door de verschillende chloreringsgraad representatief voor de verschillende PCB-congeneren. Een mengsel bestaande uit deze vijf PCB-standaarden wordt toegevoegd aan het extract vóór de clean-up over "Japenga" aluminiumoxide (zie ook bijlage 1).

De keuze voor het gebruik van één of meer van deze PCB's zal gedaan worden op grond van de aanwezigheid van storingen in de grondmonsters met een vergelijkbare retentie. De interne standaarden worden gebruikt om te corrigeren voor verliezen tijdens de opwerking, afwijkingen in het eindvolume van het extract en het injectievolume.

### 3 MATERIAAL EN METHODE

#### 3.1 Monstergegevens

Bij de selectie van de grondmonsters is uitgegaan van de 13 LEI-gebieden (LEI = Landbouw Economisch Instituut), die heel Nederland omvatten [1]. Per gebied is gekeken naar de vier grootste arealen grondgebruik en grondsoort, die in dat gebied voorkomen. In totaal ontstaan zo 56 combinaties gebied/grondgebruik/grondsoort. Per combinatie worden 80 monsters genomen, die verdeeld worden in 4 mengmonsters door steeds 20 monsters samen te voegen (bemonsterd in periode sept. - dec. 1992). Combinaties waarop te weinig monsters zijn binnengekomen zijn komen te vervallen, zodat uiteindelijk 43 combinaties overbleven.

De mengmonsters zijn samengesteld uit door routinematige bemonstering verkregen grondmonsters van het Bedrijfslaboratorium voor Grond- en Gewasonderzoek (BLGG) te Oosterbeek. De monsters zijn mechanisch verkruid en in een droogstoof bij ten hoogste 40 °C gedroogd tot luchtdroog en vervolgens mechanisch gebroken en daarna gezeefd over een 2 mm zeef ( om de grindfractie af te scheiden). De monsters zijn in geplastificeerde papieren zakken aangeleverd en zijn bij 4 °C in het donker opgeslagen.

Van de vier mengmonsters wordt steeds één mengmonster geanalyseerd op het voorkomen van PAK's, PCB's, lindaan en triazines. Deze selectie wordt in tabel 3 weergegeven.

Naast de analyse op organische componenten vinden analyses plaats op bodemkenmerken (pH, organisch stof, vocht, lutum, koolzure kalk, C-elementair en CEC) en zware metalen (cadmium, chroom, koper, nikkel lood, zink, kwik en arseen) [1].

#### 3.2 Analysemethode PAK's, PCB's en lindaan

De monstervoorbewerking voor de analyse van de verschillende PAK's, PCB's en lindaan vindt gezamenlijk plaats, waarna de extracten voor de analyse gescheiden worden. Grond wordt twee maal geëxtraheerd met aceton en petroleumether (PE), waarna water wordt toegevoegd, en de monsters met PE worden geëxtraheerd. Na zuivering over gedesactiveerde (10%) en met natriumsulfiet (9%) en natriumhydroxide (1%) beladen aluminiumoxide, vindt een splitsing van het extract plaats in een fractie voor de PAK-analyse en een fractie voor de analyse van de PCB's en lindaan. Deze laatste fractie ondergaat vervolgens nog een zuivering over silica beladen met zwavelzuur, waarna het extract wordt geanalyseerd met behulp van gaschromatografie met ECD-detectie. De analyse van de PAK's in de eerder genoemde fractie wordt, nadat deze fractie in acetonitril is overgebracht, uitgevoerd met behulp van HPLC met programmeerbare fluorescentie-detectie. Berekening van het gehalte van de verschillende componenten wordt uitgevoerd door gebruik te maken van een procedure ijklijn, verkregen door toevoegingen van een standaard aan een samengesteld grondextract. Voor meer gedetailleerde informatie omtrent de toegepaste analysemethode (en materiaal) wordt verwezen naar bijlage 1.

Tabel 3. Monstergegevens.

LOCMON-nr	Grondsoort	Gebruik	Lokatie	Organische stof gehalte (%)
921270	Veen	Gras	Westelijk weidegebied	37.0
921274	Zeeklei	Gras	Noordelijk zeekleigebied	8.0
921278	Zeeklei	Bouwland	Zuidelijk zeekleigebied	2.7
921296	Zand	Bouwland	Zuidelijk zandgebied	2.5
921300	Zand	Gras	Noordelijk zandgebied	8.3
921304	Zand	Mais	Oostelijk zandgebied	3.7
921308	Rivierklei	Gras	Rivierkleigebied	12.8
921312	Zand	Mais	Zuidelijk zandgebied	3.2
921316	Zand	Gras	Noordelijk zandgebied	7.7
921320	Zand	Gras	Centraal zandgebied	5.4
921324	Zand	Gras	Oostelijk zandgebied	5.5
921328	Zeeklei	Gras	Noordelijk veenweidegebied	16.6
921332	Zand	Gras	Zuidelijk zandgebied	4.5
921403	Rivierklei	Gras	Westelijk weidegebied	14.0
921407	Rivierklei	Gras	Centraal zandgebied	10.8
921411	Zeeklei	Gras	Westelijk weidegebied	19.9
921415	Zeeklei	Gras	Zuidelijk zeekleigebied	14.0
930001	Veen	Gras	Noordelijk veenweidegebied	26.5
930005	Zeeklei	Bouwland	Zuidelijk zeekleigebied	1.7
930009	Zand	Mais	Centraal zandgebied	3.1
930013	Zeeklei	Bouwland	Noordhollandse droogmakerij	2.2
930017	Zand	Gras	Noordhollandse droogmakerij	5.7
930021	Veen	Gras	Noordhollandse droogmakerij	25.6
930025	Rivierklei	Fruit	Rivierkleigebied	3.0
930029	Rivierklei	Gras	Zuidelijk zandgebied	6.1
930033	Zand	Gras	Noordelijk veenweidegebied	8.3
930037	Zand	Gras	Westelijk weidegebied	9.1
930053	Veen	Gras	Oostelijk zandgebied	21.4
930057	Zand	Gras	Rivierkleigebied	3.5
930061	Zand	Bollen	Westelijk weidegebied	1.3
930065	Zeeklei	Bouwland	Westelijk weidegebied	2.5
930069	Veen	Gras	Noordelijk zandgebied	28.6
930073	Zand	Gras	Zuidelijk zeekleigebied	4.9
930077	Zeeklei	Bouwland	Noordelijk zeekleigebied	2.2
930081	Veen	Gras	Noordelijk zandgebied	23.9
930085	Zand	Gras	Veenkoloniën	4.8
930089	Rivierklei	Gras	Oostelijk zandgebied	7.3
930093	Zeeklei	Gras	Noordhollandse droogmakerij	6.9
930097	Dalgrond	Gras	Noordelijk zandgebied	11.1
930101	Zand	Gras	Noordelijk zeekleigebied	6.1
930105	Zand	Bouwland	Noordelijk zandgebied	5.2
930109	Leem	Gras	Zuid-Limburg	6.6
930113	Zand	Bouwland	Veenkoloniën	5.0



### 3.3 Analysemethode triazines

De opwerking van de monsters voor de analyse van triazines wordt uitgevoerd volgens een voorschrift van Smith [7]. Een hoeveelheid grond wordt geschud met een mengsel van acetonitril en water. Een aliquot van het extract wordt ingedampt op een roterende filmverdamer waarna de waterige rest geëxtraheerd wordt met dichloormethaan. Nadat de dichloormethaan fase is drooggedampt wordt het residu opgelost in methyltert-butylether, waaraan metazachlor als injectie standaard is toegevoegd. De componenten worden na gaschromatografische scheiding bepaald met behulp van een NP-detector. De berekening van het gehalte van de verschillende componenten vindt plaats door gebruik te maken van een externe standaard (éénpunscalibratie). Voor meer gedetailleerde informatie omtrent de toegepaste analysemethode (en materiaal) wordt verwezen naar bijlage 1.

## 4 VALIDATIE

### 4.1 Opzet validatie

De validatie van deze analysemethode wordt uitgevoerd om de volgende analysekarakteristieken vast te leggen:

- recovery
- bepalingsgrens
- herhaalbaarheid
- binnenlab reproduceerbaarheid
- analysevariatie

In dit geval is deze validatie voor zowel PAK's als PCB's/lindaan in eerste instantie vergelijkbaar van opzet geweest. De extractie van organische componenten uit de matrix, zeker wanneer er sprake is van verschillende soorten grond, is altijd een moeilijk te beschrijven parameter. Eén van de problemen hierbij is wanneer met een gespiked monster gewerkt wordt, hoeveel intrektijd van de spike aangehouden moet worden om een reel beeld van de extractie uit een veldmonster te kunnen geven. Daarbij werd in dit geval nog een extra gekomplicerende factor geïntroduceerd doordat de monsters gedroogd werden aangeleverd, waarbij niet bekend was wat het effect van dit drogen op de verschillende componenten voor invloed had (vervluchtiging, binding aan de matrix e.d.). In een duurproef zal daartoe aan verschillende typen grond (zand, veen en klei) een toevoeging gedaan worden, waarna in de tijd de terugvinding van de verschillende component groepen gevolgd zal worden. Tevens zullen enkele van deze monsters voorafgaand aan de analyse gedroogd worden om het effect hiervan op de verschillende componenten te kunnen vaststellen. Dit onderzoek loopt over een periode van enkele jaren. De resultaten zullen in een later stadium gerapporteerd worden.

Voor dit onderzoek is daarom besloten om het extraktierendement te bepalen vanuit een gepooled extrakt van verschillende grondsoorten, het zogenaamde kwaliteitsmonster. Hieraan zijn op verschillende niveaus toevoegingen gedaan van zowel PAK's als PCB's/lindaan om de verliezen tijdens de opwerking te kunnen vaststellen (de zogenaamde procedure ijklijn). Naast deze *recovery* bepaling kan uit deze toevoegingen de *bepalingsgrens* en de *herhaalbaarheid* worden vastgesteld. Tevens zal dit kwaliteitsmonster tijdens de analyses van de monsters een aantal malen geanalyseerd worden, zodat een uitspraak gedaan kan worden over de *binnenlab reproduceerbaarheid*. De procedure ijklijn wordt vervolgens ook gebruikt voor de kwantificering van de componenten in de grondmonsters, zodat direct voor de opwerkingsverliezen ed. gecorrigeerd wordt. De *analysevariatie* als gevolg van de eventuele fluctuaties van de analyse-apparatuur wordt ondervangen door de repeterende analyse van een externe standaard.

Tijdens de uitvoering van de analyses bleek dat er voor de PCB's discriminatie van de verschillende componenten in de injector is opgetreden; hiervoor is met behulp van de repeterende externe standaard gecorrigeerd. Echter, hierdoor kon voor de PCB's geen uitspraak meer gedaan worden over de analysevariatie.

Bij de PCB's wordt gebruik gemaakt van een set van interne standaarden, waardoor alle monsters direkt gecorrigeerd worden voor recovery. Hierdoor kan de recovery niet afgeleid worden vanuit de standaard ijklijn.

#### 4.2 Uitvoering validatie (PAK, PCB en linaan)

##### 4.2.1 *Kwaliteitsmonster (PAK en PCB/linaan validatie)*

Voor de validatie van de PAK- en PCB/linaan-analyse wordt een kwaliteitsmonster samengesteld door een grondextract te maken uit een pool van vijf verschillende typen grondmonsters (tabel 4). Van elk type grondmonster wordt steeds 20 gram afgewogen op de bovenweger en geëxtraheerd volgens bijlage 1. Deze extractie wordt herhaald zodat voor elk der vijf grondsoorten 10 extracten aanwezig zijn. De extracten worden vervolgens bij elkaar gevoegd in een 100 ml maatkolf en aangevuld met petroleumether (conc. ca. 10 gram grond/ml poolextract).

Tabel 4. Selectie grondmonsters voor kwaliteitsmonster.

grondsoort	gebruik	lokatie	locmon nr.	organische stof gehalte
zeeklei	gras	noordelijk zeeklei	921274	8.0
zand	gras	noordelijk veenw	930033	8.3
veen	gras	noordelijk veenw	930001	26.5
rivierklei	gras	westelijk weidegrond	921403	14.0
rivierklei	gras	zuidelijk zandgebied	930029	6.1

##### 4.2.2 *standaard ijklijn*

###### *PAK-validatie*

Met behulp van een gecertificeerde mengstandaard (SRM 1647: 16 EPA PAK's) worden acht verschillende verdunningen gemaakt (concentratieniveaus zijn vergelijkbaar met de niveaus van de procedure ijklijn). Deze acht verdunningen worden vervolgens in enkelvoud geanalyseerd volgens de condities vermeld in bijlage 1. De zo verkregen piekoppervlakten worden, na correctie met behulp van de externe standaard van de standaard ijklijn-serie ten opzichte van de externe standaard van de procedure ijklijnserie, uitgezet tegen de concentratie zodat een standaard ijklijn wordt verkregen. Tijdens deze analyse wordt een externe standaard zes maal geanalyseerd, ter correctie van de piekoppervlakte ten opzichte van de analyses in de procedure ijklijn-serie (hoofdstuk 4.2.3).

###### *PCB/linaan validatie*

Bij de analyse van PCB's en linaan kan geen gebruik gemaakt worden van een standaard ijklijn om de recovery te bepalen omdat reeds gecorrigeerd wordt voor recovery, zowel voor de monsters als voor de procedure ijklijn, door het gebruik van interne standaarden. Deze interne standaarden

worden direct na de extractie toegevoegd.

#### 4.2.3 *procedure ijklijn*

##### *PAK-validatie*

Met behulp van een verdunde mengstandaard (SRM 1647: 16 EPA PAK's) wordt een reeks van 9 verdunningen gemaakt. Van elk van deze verdunningen wordt 1.00 ml aan 1.00 ml deextract van het kwaliteitsmonster (ca. 2 gram/ml extract) toegevoegd. De zo verkregen niveaus ( $\mu\text{g}/\text{kg}$  grond) worden in tabel 8 weergegeven. Het verkregen extract wordt verder opgewerkt en geanalyseerd volgens de condities vermeld in bijlage 1. De zo verkregen piekoppervlakten worden uitgezet tegen de concentraties met behulp van het softwareprogramma "REGRES1.1" [8]. Tijdens de analyse wordt een externe PAK-standaard acht maal en een blanco kwaliteitsmonster drie maal geanalyseerd. Deze dient ter correctie van de piekoppervlakten ten opzichte van de analyses in de procedure ijklijnserie. Het gehalte van de PAK's in de grondmonsters wordt berekend uit de procedure ijklijn in REGRES1.1.

##### *PCB/lindaan-validatie*

De procedure ijklijn is gemaakt door verdunningen van de mengstandaard Mo205 op 8 verschillende niveaus toe te voegen aan deextracten van het kwaliteitsmonster. Deze extracten komen overeen met 10 gram grond. De range van toevoegingen is afgestemd op de gevonden gehalten in de 10 representatieve monsters die vooraf zijn geanalyseerd met behulp van externe standaarden. De 6 blanco kwaliteitsmonsters, die tussen de monsters in de analysegang zijn geplaatst, werden na berekening van de PCB-gehalten m.b.v. externe standaarden aan de procedure ijklijn toegevoegd.

Fluctuaties in de gevoeligheid van de GC-ECD tijdens de monsterseries kunnen worden gecorrigeerd door de repeterende analyse van een externe standaard.

### 4.3 Resultaten PAK-validatie

#### 4.3.1 *Analysevariatie*

De analysevariatie is berekend aan de hand van de tijdens de validatie (procedure ijklijn-, standaard ijklijn- en monsterserie) geanalyseerde externe standaard. De resultaten hiervan worden in tabel 5 weergegeven.

De gemiddelde relatieve standaardafwijking over de drie series is 4%, beneden de norm van 10% [5] en varieert van 1% tot 8% met enkele uitschieters, zoals voor de component benzo(ghi)peryleen. De relatieve standaardafwijking is voor deze component bij de procedure ijklijn- en monster-serie respectievelijk 10% en 12%, waarbij ook nog dient te worden opgemerkt dat het piekoppervlak ruim verdubbeld is t.o.v. de standaard ijklijn serie. Een mogelijke verklaring is dat het achtergrondsignaal bij de procedure ijklijn- en monsterserie beïnvloed wordt door de relatief "vuile" monsters waartussen de externe standaard is gespoten. Hierdoor kan er een groter oppervlak, mede gezien het feit dat het hier een component betreft met een lage gevoeligheid,

worden bepaald.

Tabel 5. Analysevariatie.

component	procedure ijklijn serie (n=8)		standaard ijklijn serie (n=6)		monster serie (n=18)	
	piek-opp.	RSD (%)	piek-opp.	RSD (%)	piek-opp.	RSD (%)
fluoreen	75793	2.4	71113	1.2	68011	2.1
phenanthreen	72753	3.0	52939	2.2	64863	2.0
anthraceen	36451	3.3	36199	2.5	31409	3.0
fluoranthreen	25675	8.1	21372	1.3	22541	4.1
pyreen	49839	9.6	25631	3.1	44659	8.3
benzo(a)anthraceen	120410	6.3	82128	2.3	106627	4.6
chryseen	168710	6.6	110950	2.1	145350	4.7
benzo(b)fluoreen	76849	4.1	55841	1.0	65259	3.2
benzo(k)fluoreen	133934	2.2	110854	0.7	114551	1.7
benzo(a)pyreen	70411	6.2	39368	1.9	61899	5.0
dibenzo(a,h)anthraceen	11046	7.8	6245	3.8	9699	8.1
benzo(ghi)peryleen	20996	10	7385	4.8	18091	12
indeno(1,2,3-cd)pyreen	8807	4.0	7964	5.2	7593	3.9

De piekoppervlakten van de standaard-ijklijn serie zijn gecorrigeerd m.b.v. een correctie-factor (gem. piekopp.externe st. procedure-ijklijn / gem. piekopp.externe st. standaard-ijklijn).

De piekoppervlakten van de monster serie (monsters + kwaliteitsmonsters) zijn gecorrigeerd m.b.v. een correctie-factor (gem. piekopp.externe st. procedure-ijklijn / gem. piekopp.externe st. monster serie).

#### 4.3.2 Binnenlab reproduceerbaarheid (kwaliteitsmonster)

Ter controle zijn tijdens de procedure ijklijn-serie en de monster-serie blanco kwaliteitsmonsters geanalyseerd, waarvan in tabel 6 de gemiddelde piekoppervlak en de standaardafwijking(%) weergegeven worden.

De relatieve standaardafwijkingen van de verschillende PAK-componenten van het kwaliteitsmonster variëren van 2 tot 9 %. Uitzondering hierop vormen de componenten fluoreen, dibenzo(a,h)anthraceen. De hogere standaardafwijking van dibenzo(a,h)anthraceen is te wijten aan de zeer kleine hoeveelheid en lage gevoeligheid van deze component, mede gezien het feit dat dibenzo(a,h)anthraceen in dat gebied van het chromatogram voorkomt waar ook veel storingen bij grondmonsters worden gedetecteerd.

Tabel 6. Binnenlab reproduceerbaarheid van kwaliteitsmonster voor de verschillende PAK's (gemeten tijdens procedure-ijklijn serie en tijdens monsterserie) (n=9).

component	gehalte (µg/kg d.s.)	RSD (%)
fluoreen	5.6	13.2
phenanthreen	41.1	6.1
anthraceen	6.8	9.1
fluorantheen	82.8	5.7
pyreen	52.9	3.9
benzo(a)anthraceen	31.7	3.4
chryseen	40.6	5.7
benzo(b)fluoreen	38.1	2.5
benzo(k)fluoreen	17.1	3.4
benzo(a)pyreen	28.4	5.5
dibenzo(a,h)anthraceen	9.8	12.6
benzo(ghi)peryleen	30.9	5.1
indeno(1,2,3-cd)pyreen	29.3	3.0

#### 4.3.3 Recoveries

De gemiddelde recovery is uitgerekend als de verhouding van de hellingen van de procedure ijklijn en de standaard ijklijn. De standaard deviatie van het gemiddelde is uitgerekend met behulp van de standaard deviaties van beide hellingen. Voor de standaard deviatie in de individuele recoveries wordt verwezen naar hoofdstuk 4.3.4 (tabel 8).

Tabel 7. Recoveries en standaarddeviatie (%) voor individuele PAK's in grond.

component	recovery (%)	RSD (%)
fluoreen	81.0	1.4
phenanthreen	85.7	1.5
anthraceen	87.9	1.2
fluorantheen	95.0	1.0
pyreen	98.7	0.8
benzo(a)anthraceen	103.7	0.8
chryseen	104.8	1.6
benzo(b)fluoreen	104.7	1.0
benzo(k)fluoreen	105.8	0.8
benzo(a)pyreen	105.8	1.1
dibenzo(ah)anthraceen	77.4	0.9
benzo(ghi)peryleen	80.7	1.0
indeno(1,2,3-cd)pyreen	93.0	1.2

Tabel 8. Herhaalbaarheid PAK's voor verschillende concentratieniveaus (met gebruikmaking van twee procedure ijklijnen voor lage resp. hoge niveaus).

component	fluoreen		phenanthreen		anthraceen		fluorantheen		pyreen	
	conc.	std	conc.	std	conc.	std	conc.	std	conc.	std
	(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)	
niveau 1	5.3	1.1	n.a.	-	n.a.	-	n.a.	-	n.a.	-
niveau 2	8.9	1.1	7.4	1.4	1.8	0.4	n.a.	-	11	4
niveau 3	15.7	1.0	13.3	1.3	2.7	0.4	30	4	32	4
niveau 4	34.3	1.0	24.4	1.3	5.5	0.4	51	4	65	4
niveau 5	67.3	1.1	49.3	1.3	11.5	0.4	114	4	125	4
niveau 6	136.4	1.3	102.6	1.6	22.0	0.5	232	6	244	4
niveau 7	280	10	212	7	45.8	1.3	479	10	499	6
niveau 8	357	10	265	8	57.7	1.4	576	10	611	6
niveau 9	530	11	396	9	87.0	1.5	914	11	984	7

component	benzo(a)anthr.		chryseen		benzo(b)fluor.		benzo(k)fluor.	
	conc.	std	conc.	std	conc.	std	conc.	std
	(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)	
niveau 1	3.2	0.8	n.a.	-	n.a.	-	n.a.	-
niveau 2	6.6	0.8	5.5	1.2	7	2	8.2	1.2
niveau 3	15.7	0.8	14.7	1.2	18	2	18.7	1.2
niveau 4	29.6	0.8	27.8	1.2	32	2	35.7	1.1
niveau 5	59.4	0.8	55.7	1.2	63	2	70.8	1.2
niveau 6	117.7	1.0	108.9	1.4	121	3	139.6	1.4
niveau 7	240	3	224	4	248	4	282	4
niveau 8	291	3	270	4	304	4	345	4
niveau 9	474	4	439	4	492	4	565	5

component	benzo(a)pyreen		dibenzo(ah)anthr.		benzo(ghi)per.		indeno(1,2,3-cd)pyreen	
	conc.	std	conc.	std	conc.	std	conc.	std
	(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)		(µg/kg d.s.)	
niveau 1	n.a.	-	n.a.	-	n.a.	-	n.a.	-
niveau 2	8	2	n.a.	-	n.a.	-	n.a.	-
niveau 3	21	2	11	3	18	3	19	4
niveau 4	39	2	32	3	29	3	32	4
niveau 5	74	2	55	3	59	3	72	4
niveau 6	147	3	109	4	111	4	134	4
niveau 7	296	6	223	5	223	4	265	4
niveau 8	362	6	274	5	281	4	339	4
niveau 9	599	7	438	6	457	5	546	5

n.a. : niet aantoonbaar.

De opbrengsten van de verschillende PAK-componenten liggen tussen de 81 en 106%. Dit betreft de opbrengst van de opwerking (clean-up etc.), waarbij de extractie niet meegenomen is. Het rendement van de extractie stap zal in een later onderzoek worden vastgesteld, waarbij verschillende grondsoorten op diverse tijdstippen na toevoeging geanalyseerd zullen worden.

#### 4.3.4 Herhaalbaarheid (procedure ijklijn)

Tabel 8 geeft de herhaalbaarheid (absolute standaardafwijking) van elke PAK-component weer, zoals bepaald met behulp van 9 toevoegingsniveaus aan het kwaliteitsmonster. Deze herhaalbaarheid is berekend met behulp van twee procedure ijklijnen, één voor de lage concentraties (6 additieniveaus) en één voor de hoge concentraties (9 additieniveaus). Voor het verkrijgen van deze procedure ijklijnen is het regres-model  $y=ax+b$  [8] toegepast. De standaardafwijkingen, behorende bij de verschillende concentratie-niveaus, zijn in absolute waarden weergegeven. Op het lage concentratie-niveau is de standaard deviatie 1 - 4  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. bij een toevoeging van 5 tot 200  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s.; bij de hogere niveaus is dit 5 - 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. bij een toevoeging van 200 tot 1000  $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s.. De procentuele standaardafwijking is hoger bij de lagere concentratie-niveaus, hetgeen van belang is voor de standaard deviaties van de waarden die verkregen zijn voor de gehalten PAK's in de verschillende grondmonsters (zie bijlage 2).

#### 4.3.5 Bepalingsgrens

In tabel 9 wordt de bepalingsgrens weergegeven, zoals afgeleid uit de procedure ijklijnen. Het zo verkregen gehalte wordt vermenigvuldigd met de faktor 0.5 voor omrekening van  $\text{ng}/\text{ml}$  naar  $\mu\text{g}/\text{kg}$  droge stof (uitgaande van 2.0 gram inweeg en 100% droge stof).

Tabel 9. Bepalingsgrens ( $\mu\text{g}/\text{kg}$  droge stof).

component	( $\mu\text{g}/\text{kg}$ d.s.)
fluoreen	2.9
phenanthreen	3.9
anthraceen	1.1
fluorantheen	14
pyreen	10
benzo(a)anthraceen	2.2
chryseen	3.2
benzo(b)fluoreen	7
benzo(k)fluoreen	3.1
benzo(a)pyreen	6
dibenzo(ah)anthraceen	9
benzo(ghi)peryleen	9
indeno(1,2,3-cd)pyreen	10

De bepalingsgrens wordt berekend uit de procedure ijklijn, door  $b_0$  (y-as afsnede) + 3 maal st.dev.residues (zie REGRES1.1) in te voeren als een monster.



De bepalinggrens van de verschillende PAK-componenten varieert van 1.1 tot 14 µg/kg d.s. Dibenzo(a,h)anthraceen, benzo(ghi)peryleen en indeno(1,2,3-cd)pyreen vertonen een hogere bepalingsgrens, als gevolg van het feit dat het hier gaat om ongevoelige componenten die in het gedeelte van het chromatogram voorkomen waar veel storingsstoffen aanwezig zijn. De bepalingsgrenzen van de componenten fluorantheen en pyreen liggen ook hoger dan het gemiddelde, wat toegeschreven kan worden aan het feit dat de procedure ijklijnen bij deze componenten doorgaan tot een hogere concentratie dan de overige componenten, namelijk tot ca. 1 mg/kg d.s. t.o.v. ca. 0.5 mg/kg d.s. (zie tabel 8).

Met de in tabel 9 weergegeven bepalingsgrenzen wordt aan de gevraagde bepalingsgrens van 5 tot 25 µg/kg d.s. voldaan.

#### 4.4 Resultaten PCB/lindaan-validatie

##### 4.4.1 *Interne en externe standaarden*

Voorafgaand aan de analyses van de monsters is de methode gevalideerd aan de hand van toevoegingen van de referentiestoffen aan een kwaliteitsmonster bestaande uit een grondextract van een vijftal verschillende typen grond. De zo verkregen procedure ijklijn wordt toegepast voor de bepaling van het gehalte aan de te bepalen componenten in de grondmonsters, gelijk aan de procedure toegepast bij de bepaling van de PAK-componenten. Met behulp van interne standaarden (zie hoofdstuk 2.4) wordt een correctie uitgevoerd voor de verliezen tijdens de opwerking, verschillen in het volume van het eindextract, variaties van het injectievolume en matrixeffecten. Na de GC-analyse werd aan de hand van de dataset van piekhoogten bepaald welke interne standaarden voor de berekening bruikbaar zijn. Door de piekhoogte van de interne standaard PCB 155 te delen op de piekhoogte van de andere interne standaarden in hetzelfde chromatogram werd vastgesteld welke interne standaarden bruikbaar zijn voor de berekening (zie tabel 10). Uit deze tabel blijkt dat PCB 143 niet geschikt is als interne standaard, omdat de piekhoogte niet correleert met de andere vier interne standaarden

Tevens blijkt uit de tabel dat er een verandering in de piekhoogte als gevolg van discriminatie van de verschillende componenten in de injector optreedt. In de tijd (aantal GC-runs) worden de pieken achterin het chromatogram lager ten opzichte van de pieken voorin. Er is voor een berekeningswijze gekozen waarbij de invloed van deze discriminatie op de uiteindelijke gehalten zo klein mogelijk is.

De correctie voor de verandering in discriminatie kan in twee delen worden gesplitst nl.:

1. Door gebruik te maken van, én een juiste keuze te maken van meerdere interne standaarden.
2. Vóór de berekening met behulp van de procedure ijklijn, zijn de piekhoogten van de tussen liggende monsters gecorrigeerd op de piekhoogte van de externe standaarden en de hierin aanwezige interne standaarden.

Ad 1. Juiste keuze interne standaard

Berekend wordt, welke componenten met welke interne standaard gecorrigeerd dienen te worden.

Deze berekening vindt als volgt plaats. De piekhoogten van alle tussen de monsters gespoten externe standaarden (dit zijn er twaalf) worden gedeeld door de piekhoogten van de respectievelijke geschikte interne standaarden in hetzelfde chromatogram. Hieruit wordt per component en per interne standaard de relatieve standaarddeviatie berekend. De interne standaard die voor een bepaalde component de laagste RSD geeft wordt gebruikt voor de correctie. Bij de componenten linaan, PCB 28 en 52 blijkt PCB 29 de beste interne standaard, voor de componenten PCB 74, -101, -105, -114, -118, -138 en 156 blijkt PCB 155 de beste keuze te zijn. Voor de componenten PCB 180 en 189 wordt interne standaard PCB 207 gebruikt.

#### Ad 2. correctie door middel van externe standaarden

De piekhoogten van de monsters worden gecorrigeerd met behulp van de vóór en nà deze monsters gespoten externe standaarden (na elke vier monsters wordt een externe standaard gespoten). In de externe standaarden komen dezelfde interne standaarden voor als in de monsters, en absoluut gezien in dezelfde hoeveelheid als ze aan het monster zijn toegevoegd.

Tabel 10. Relatieve piekhoogten (rel. piekh.) van de interne standaarden in de kwaliteitscontrole monsters (t.o.v. PCB 155). In de tijd (aantal GC-runs) worden de pieken achterin het chromatogram lager t.o.v. de pieken voorin.

runnr	LOCnr	PCB 29 rel. piekh.	PCB 72 rel. piekh.	PCB 155 rel. piekh.	PCB 143 rel. piekh.	PCB 207 rel. piekh.
003	blanco2	0.86	0.82	1.00	1.06	0.97
054	blanco3	0.89	0.83	1.00	1.04	0.80
013	pool 1	0.90	0.85	1.00	1.17	0.88
026	pool 2	0.91	0.90	1.00	1.18	0.80
039	pool 3	0.91	0.89	1.00	1.19	0.77
052	pool 4	0.94	0.87	1.00	1.16	0.77
066	pool 5	0.95	0.87	1.00	1.12	0.73
076	pool 6	0.96	0.89	1.00	1.14	0.71
002	ext. st.	0.86	0.82	1.00	1.04	0.96
009	ext. st.	0.85	0.81	1.00	1.00	0.84
016	ext. st.	0.85	0.80	1.00	0.99	0.80
023	ext. st.	0.87	0.82	1.00	1.01	0.83
030	ext. st.	0.89	0.81	1.00	0.99	0.78
037	ext. st.	0.87	0.81	1.00	1.01	0.78
044	ext. st.	0.87	0.82	1.00	0.99	0.75
051	ext. st.	0.91	0.84	1.00	1.00	0.76
058	ext. st.	0.89	0.81	1.00	0.99	0.73
065	ext. st.	0.89	0.84	1.00	0.97	0.71
072	ext. st.	0.89	0.83	1.00	0.97	0.72
078	ext. st.	0.88	0.81	1.00	0.92	0.66

Alle piekhoogten van de monsters en die van de procedure ijklijn zijn voor de uiteindelijke berekening gecorrigeerd volgens de formule :

$$\frac{\text{piekhoogte component monster}}{\text{piekhoogte externe standaard}} * \frac{\text{piekhoogte. interne standaard in de standaard}}{\text{piekhoogte. interne standaard in het monster}}$$

Hierna worden deze gecorrigeerde waarden in de procedure ijklijn ingevoerd

#### 4.4.2 Binnenlab reproduceerbaarheid (kwaliteitsmonster )

De binenlab reproduceerbaarheid van de methode kan berekend worden uit de 6 kwaliteitsmonsters die tussen de monsters in de analysegang zijn geplaatst. De resultaten hiervan worden in tabel 11 weergegeven. De relatieve standaardafwijkingen van de verschillende PCB's zijn goed, deze variëren van 1 tot 4 %; voor lindaan is deze 8 %.

Tabel 11. Binenlab reproduceerbaarheid kwaliteitsmonster voor lindaan/PCB's (n=6).

component	gehalten (µg/kg nat gew.)	st.dev. (%)
PCB 28	0.26	2.4
PCB 52	0.17	2.0
PCB 74	0.06	3.8
PCB 101	0.38	1.6
PCB 118	0.20	3.0
PCB 138	0.50	3.4
PCB 153	0.55	1.0
PCB 156	0.09	4.0
PCB 180	0.27	2.8
lindaan	0.35	7.9

#### 4.4.3 Bepalingsgrens

De bepalingsgrens ligt voor PCB's en lindaan op 0.1 µg/kg grond d.s.. Hiermee wordt voldaan aan de gevraagde bepalingsgrens van 0.1 µg/kg grond droge stof.

#### 4.5 Validatie triazines

Bij de analyse van triazines is geen sprake van methodeontwikkeling. De analyse is uitgevoerd volgens een voorschrift van Smith [7], wat in een later stadium is uitgewerkt tot SOP LOC/262 [9]. De methode werd geborgd door het uitvoeren van recovery bepalingen in blanco grond. Aan veen, zand en zeeklei werden de te bepalen stoffen toegevoegd in een concentratie die overeen kwam met de bepalingsgrenzen van de betreffende stoffen. Hierdoor is de bepalingsgrens, die voor alle componenten op 10 µg/kg d.s. ligt, geborgd. Desethylatrazin, atrazin en simazin werden goed teruggevonden; door het optreden van een in hoogte variërende stoorpiek op de plaats van desisopropylatrazin in de blanco is voor deze stof de bepalingsgrens statistisch berekend op 10 µg/kg d.s.

## 5 RESULTATEN EN DISCUSSIE

In bijlage 2 zijn de gehalten ( $\mu\text{g}/\text{kg}$  d.s.) van de PAK's, PCB's, lindaan en triazines met de bijbehorende standaarddeviatie (absoluut) weergegeven. De standaardafwijkingen welke in de resultaten worden weergegeven zijn bepaald met REGRES1.1. Hierbij zijn fouten in onder andere droge stof bepaling en afweegfout, van het grondmonster, niet meegenomen. In tabel 12 zijn voor de 43 monsters, de medianen en hoogst en laagst gevonden waarden weergegeven (de gehalten onder de bepalingsgrenzen zijn hierbij als getalswaarden van de bepalingsgrenzen meegenomen). In bijlage 3 zijn representatieve chromatogrammen opgenomen voor PAK's met behulp van HPLC met fluorescentie detectie en voor PCB's met GC-ECD.

### 5.1 PAK's

De PAK-gehalten in de monsters zijn berekend met behulp van twee procedure ijklijnen, één voor monsters met een lage concentratie (ijklijn bestaande uit 6 additieniveaus), en één voor monsters met een hoge concentratie (ijklijn bestaande uit 9 additieniveaus). Gebruik van laatstgenoemde ijklijn wordt in bijlage 2 weergegeven met (1). Het monster met LOCMON nr. 921411 is twee maal verdund en er zijn een aantal componenten met deze verdunning berekend, weergegeven in bijlage 2 met (2) of (3). Het gehalte van dibenzo(a,h)antraceen moet, gezien de aanwezigheid van een storing in alle 43 grondmonsters, als indicatief worden geïnterpreteerd (evenzo de andere gehalten, opgegeven met een "s").

Uit de analysesresultaten van de PAK's blijkt dat de mediaanwaarden van de gevonden niveaus globaal tussen de  $5 \mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. en  $100 \mu\text{g}/\text{kg}$  d.s. liggen, met enkele uitschieters tot  $1 \text{ mg}/\text{kg}$  d.s.. De individuele verschillen tussen diverse monsters zijn groot, wat blijkt uit de grote verschillen tussen de laagst en hoogst gevonden waarden (voor alle componenten een faktor 10 of meer). De componenten naftaleen en acenafteen (worden volgens het onderzoeksplan niet meegenomen in de rapportage) worden in geen van de grondmonsters gevonden boven de bepalingsgrens. Deze vluchtige PAK's worden meestal op lage niveaus, danwel onder de bepalingsgrens in grondmonsters aangetroffen. Over de gevolgen van de gekozen methode van voorbereiding van de monsters - drogen bij  $40^\circ\text{C}$  - voor de gehalten van de meer vluchtige PAK's, waaronder ook fluoreen, kan met de huidige gegevens geen uitspraak worden gedaan. Een aanvullend onderzoek, waarbij de invloed van drogen van de monsters op het PAK-gehalte wordt onderzocht, kan hier mogelijk meer duidelijkheid over geven.

De hoogste PAK-gehalten worden gevonden voor fluorantheen, pyreen, benzo(a)anthraceen, chryseen, benzo(b)fluorantheen, benzo(ghi)peryleen en indeno(123cd)pyreen; de streefwaarden (bijlage 4) worden voor verschillende componenten in een groot aantal monsters overschreden (zie hiervoor het betreffende RIVM rapport [1]). De hoogste gehalten worden aangetroffen in de

Tabel 12. Analyseresultaten van PAK's, PCB's, lindaan en triazines: medianen en hoogste en laagste gehalten (in µg/kg droge stof).

component	mediaan *	laagste waarde	hoogste waarde
<i>PAK's</i>			
Fluoreen	3.5	<2.9	95.1
Phenanthreen	30.8	14.0	836
Anthraceen	3.9	1.0	146
Fluorantheen	60	22	830
Pyreen	42	11	540
Benzo(a)anthraceen	25.7	7.6	264
Chryseen	31.9	10.2	296
Benzo(b)fluorantheen	39	12	310
Benzo(k)fluorantheen	13.2	<3.1	135
Benzo(a)pyreen	22	<6	261
Dibenzo(ah)anthraceen	<9	<9	58
Benzo(ghi)peryleen	30	11	283
Indeno(123cd)pyreen	31	<10	290
<i>PCB's / lindaan</i>			
PCB28	0.17	<0.10	0.90
PCB52	0.14	<0.10	1.26
PCB74	<0.10	<0.10	0.41
PCB101	0.31	0.16	2.27
PCB118	0.15	<0.10	2.02
PCB138	0.39	0.20	2.48
PCB153	0.40	0.24	2.24
PCB156	<0.10	<0.10	0.42
PCB180	0.19	<0.10	1.19
Lindaan	0.55	0.17	1.83
<i>Triazines</i>			
Desisopropylatrazin	2 positief **	<10	12
Desethylatrazin	1 positief	<10	13
Atrazin	5 positief	<10	20
Simazin	1 positief	<10	16

\* Gehalten "< bepalingsgrens" zijn vervangen door de getalswaarden van de bepalingsgrens.

\*\* Voor de triazines zijn het aantal monsters vermeld waarin deze componenten boven de bepalingsgrens werden aangetroffen.

monsters 'gras op zeeklei' (LOCMON 921411) en 'gras op veen' (LOCMON 921270). Andere veenmonsters hebben wisselende PAK-gehalten; veenafbrandingen kunnen hierbij altijd een rol spelen. Ook andere monsters 'zeeklei' hebben geen opvallende hoge PAK-gehalten, zodat een verklaring uit slibbelasting niet voor de hand ligt. In principe komt de PAK-belasting voornamelijk voort uit atmosferische depositie van verkeer, industrie en verbrandingsprocessen [1, 10].

## 5.2 PCB's en lindaan

Uit de analysesresultaten van lindaan blijkt dat de gevonden niveaus tussen de 0.2 en 2.0 µg/kg d.s. liggen. Lindaan wordt in alle monsters aangetroffen, als gevolg van het vroegere gebruik en het nog steeds toegestane gebruik van dit pesticide. In alle monsters wordt de streefwaarde voor lindaan, die varieert tussen 0.01 en 0.15 µg/kg d.s. overschreden [1].

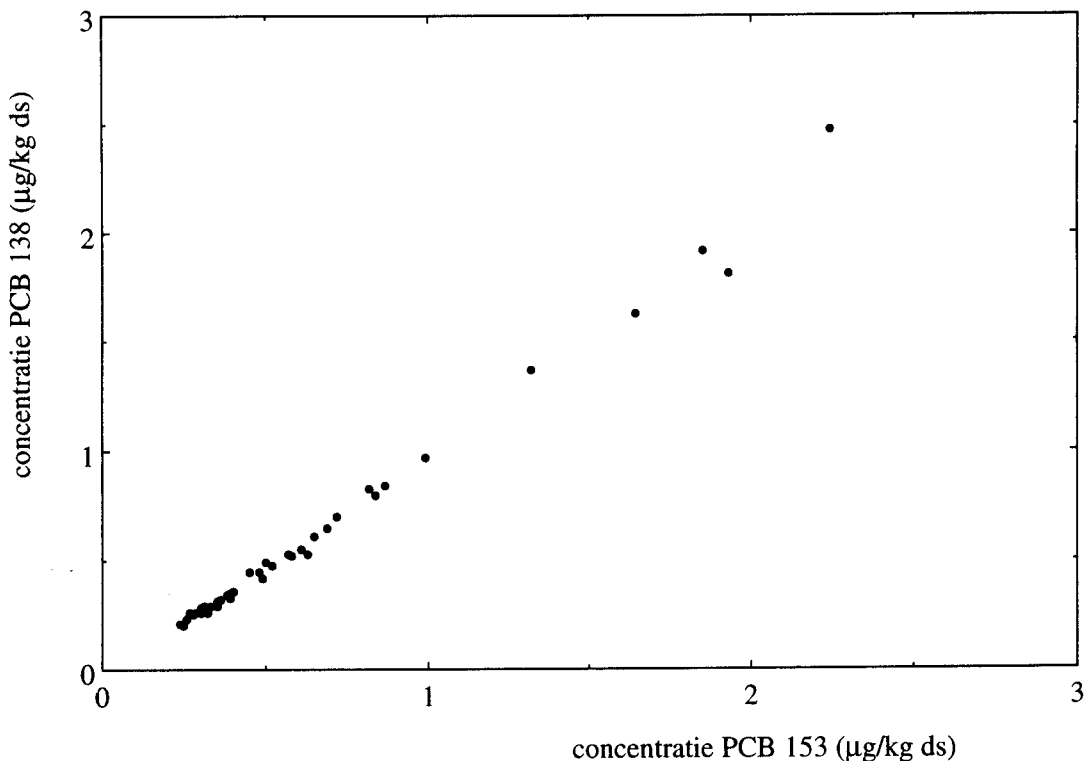
Uit de analysesresultaten van de PCB's blijkt dat de gevonden niveaus voor de PCB's globaal tussen de 0.1 en 2.0 µg/kg d.s. liggen. De gehalten van de PCB's 114, 157, 167 en 189 liggen voor alle 43 monsters beneden de bepalingsgrens van 0.1 µg/kg d.s. PCB 60 kan vanwege een storing met bijna dezelfde retentie (beide kolommen) in geen van de 43 grondmonsters bepaald worden. PCB 105 wordt op beide kolommen onvoldoende gescheiden en moet als indicatief worden geïnterpreteerd (het gehalte aan PCB 105 wordt geschat op 10% van de concentratie van PCB 153).

De range van de PCB-gehalten in de diverse grondmonsters is klein en wordt sterk beïnvloed door één monster 'gras op veen' (LOCMON 921270) met hoge gehalten van 2.02 tot 2.48 µg/kg d.s. voor PCB's 101, 118, 138 en 153. Opvallend is dat dit hetzelfde monster is, waarin ook hoge PAK-gehalten worden aangetroffen. De monsters 'rivierklei' en 'veen' hebben over het algemeen wat hogere PCB-gehalten.

Over het algemeen komt de PCB concentratie in alle monsters redelijk overeen en is deze vrij laag. Van de mono-ortho PCB's, die in deze bodemkwaliteitskartering voor de eerste keer onderzocht zijn, komen alleen de PCB's 74 en 156 in een aantal monsters boven de bepalingsgrens uit. Vooral PCB 156 blijkt goed te correleren met de andere hooggechloroerde PCB's.

Het PCB-patroon, zoals dit in de monsters wordt aangetroffen, geeft een grote mate van overeenkomst, vooral de gehalten van de hoger gechloroerde PCB's correleren goed (figuur 1). Dit kan duiden op eenzelfde bron, die verantwoordelijk is voor de PCB-verontreiniging op de verschillende lokaties. Alleen bij het al eerder genoemde monster 'gras op veen' (LOCMON 921270) correleren enkele congenere (PCB 101 en 118) minder.

Dit onderzoek naar het voorkomen van PCB's in de Nederlandse bodem geeft aan dat lage PCB-gehalten worden aangetroffen in de Nederlandse bodem, op een enkel uitzondering na. Als belangrijkste bron voor de bodembelasting met PCB's wordt de atmosferische depositie aangemerkt [1]; onbekend is de bijdrage van zowel dierlijke als slibbemesting. Ook de historie van de onderzochte gronden is niet bekend.



Figuur 1. Correlatie gehalten PCB 153 en PCB 138.

### 5.3 Triazines

Uit de analyseresultaten van de triazines blijkt dat de gehalten van de vier te bepalen componenten voor het grootste deel van de monsters beneden de bepalingsgrens van 10 µg/kg liggen. Slechts in negen van de 43 monsters worden triazines gevonden. Op alle drie beschikbare 'mais op zand' gronden wordt atrazin aangetroffen, hetgeen in overeenstemming is met het toegestane gebruik van triazines bij mais-teelt. Ook in een drietal 'bouwland' monsters, een 'gras', een 'bollen' en een 'fruit' monster worden atrazin, simazin, danwel de metaboliëten desisopropylatrazin of desethylatrazin, aangetroffen.

### 5.4 Multivariate dataverwerking

#### *Vorbewerking*

Om een meer compleet overzicht van de informatie die in de bovenstaande dataset aanwezig is te kunnen krijgen is een multivariate dataverwerking van deze gegevens uitgevoerd. Op de geselecteerde dataset is een Principale Component Analyse (PCA) uitgevoerd. Hierbij is de eerste

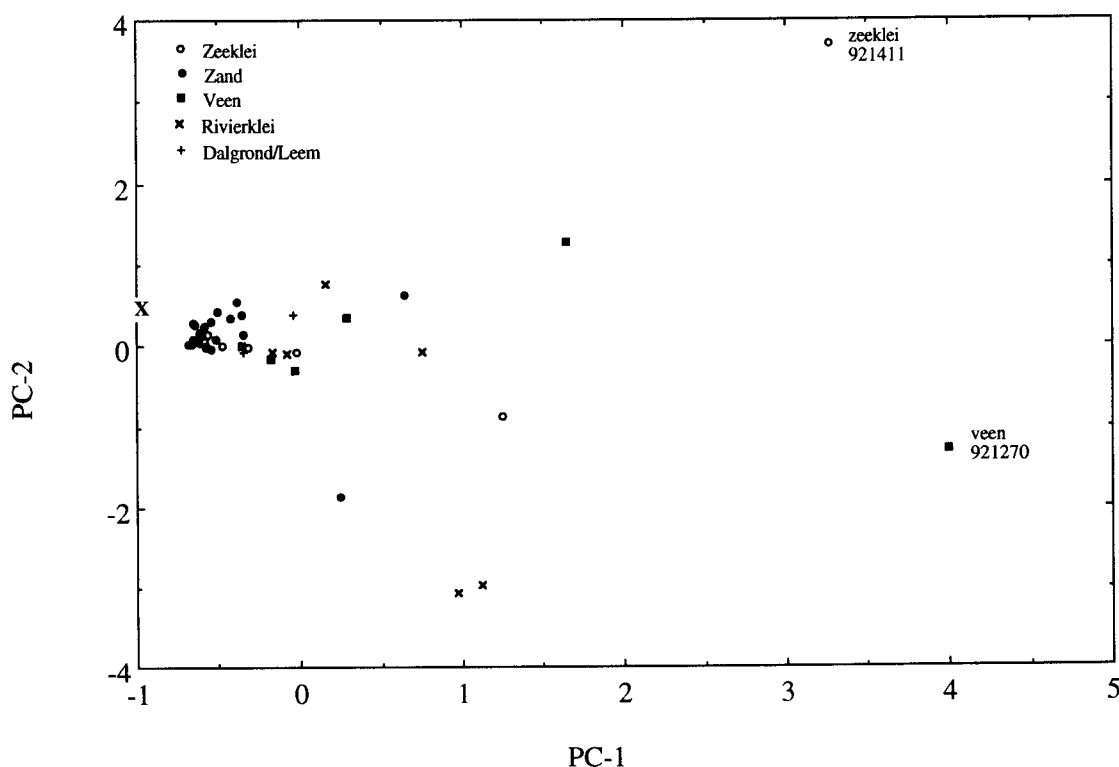


Principale Component (PC-1) gedefinieerd als die lineaire combinatie van variabelen waarop een maximale projectie vanuit de dataset wordt gevonden. Dit betekent dat de eerste PC de maximale hoeveelheid variantie in de dataset beschrijft. Van het restant van de variantie beschrijft de tweede PC weer het maximum enz. Om de PC's te kunnen uitrekenen zijn de volgende keuzes gemaakt:

- PCB's, PAK's en de grondparameters watergehalte en organisch stofgehalte zijn in de dataset opgenomen omdat zij onderling een interessante correlatie vertonen (correlatie coëfficiënt > 0.4).
- Lindaan en de overige grondparameters vertonen deze correlatie niet en zijn daarom buiten deze evaluatie gelaten.
- De triazines zijn meestal kleiner dan de bepalingsgrens en daarom ook buiten deze dataset gelaten.
- De variabelen die in de dataset zijn opgenomen zijn a priori even informatief vandaar dat elke variabele is gestandaardiseerd (gedeeld door de standaarddeviatie).
- Op de resultaten zijn per monsters geen normalisatiestappen uitgevoerd.

### Resultaat

De eerste twee PC's beschrijven respectievelijk 71% en 18 % van de variantie. Dit betekent dat de plot van de projecties van de monsters op deze beide PC's (figuur 2) bijna 90 % van de in de dataset aanwezige variantie weergeeft.

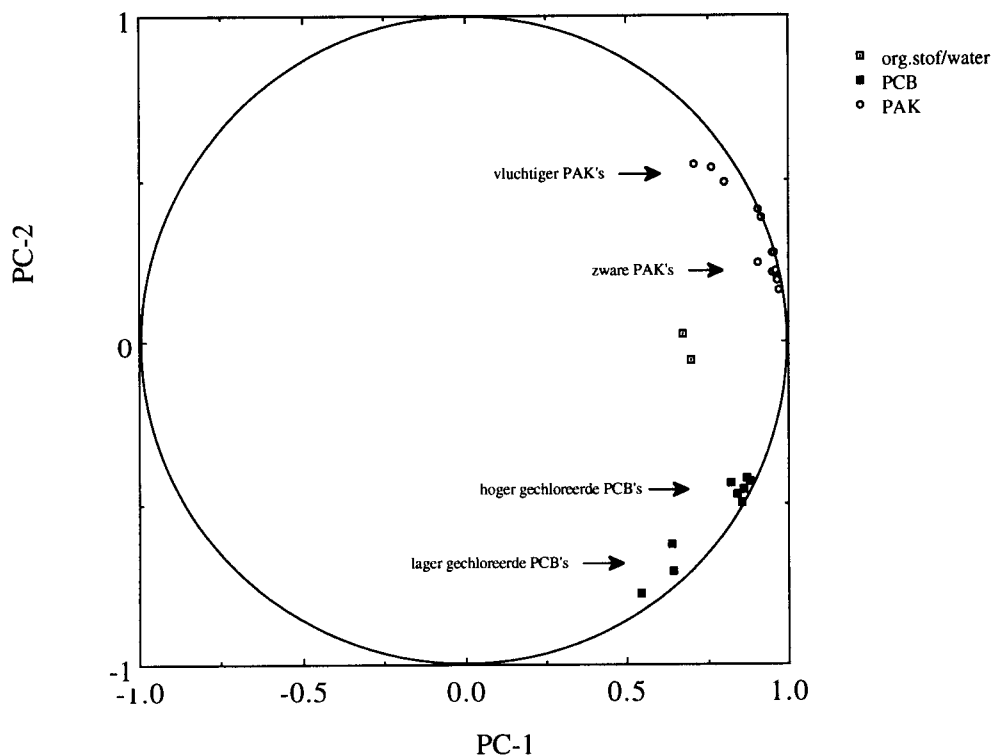


Figuur 2. Projectie van de verschillende typen monsters op de eerste twee PC's (geeft 90 % van de in de dataset aanwezige variantie weer).

Omdat de resultaten per monster niet genormeerd zijn is in dit plaatje als referentie de projectie van een denkbeeldig monster dat geheel uit nullen bestaat weergegeven met een kruis. In het algemeen geldt dat monsters met hogere gehalten verder van dit nul-monster verwijderd zullen zijn. Voor een verdere interpretatie moet worden gekeken hoe de PC's zijn opgebouwd uit de oorspronkelijke variabelen.

In figuur 3 zijn de projecties van deze variabelen op de PC's weergegeven. Hier is te zien dat alle variabelen projecteren op de positieve kant van de eerste PC. Dit betekent dat monsters met een hoger PAK-gehalte ook een hoger gehalte aan PCB's hebben. Op de tweede PC vindt een uitsplitsing plaats naar PAK's (positieve projectie) en PCB's (negatieve projectie). Opvallend is dat voor beide stofgroepen de zware componenten dicht bij de eerste hoofdcomponent projecteren dan de lichtere, meer vluchtige componenten. Dit geeft aan dat in vergelijking tussen lichte en zware componenten, een mogelijke gezamenlijke oorzaak voor zowel PAK's als PCB's bij de zware componenten een grotere rol speelt. Dit kan zowel duiden op een groter belang tijdens de immissie of op een betere conservering van deze componenten.

Een ander opvallende karakteristiek in deze figuur is het feit dat ook het organisch stof gehalte en het water gehalte een interessante correlatie vertonen met zowel de PAK's als de PCB's. Bij het zoeken naar gezamenlijke bronnen voor PAK's en PCB's kan deze correlatie met de grondparameters wellicht behulpzaam zijn.



Figuur 3. Projecties van de verschillende variabelen (stofgroepen; organische stof en watergehalte) op de eerste twee PC's.

Uit een gecombineerde regressie/ANOVA analyse van de gehalten van de diverse componenten tegen de diverse grondtypes, het gebruik en de lokatie zijn nauwelijks significante verschillen gebleken. Dit sluit aan bij het gegeven dat de grootste bijdrage in de verspreiding voor zowel PAK's als PCB's wordt gevormd door atmosferische depositie, wat een diffuse verspreiding van deze componenten tot gevolg zal hebben. Er is geen informatie over gerichte bronnen voor de diverse gebieden beschikbaar.

De meest interessante parameter die uit de gecombineerde regressie/ANOVA analyse volgde was het grondtype vandaar dat in figuur 2 door middel van verschillende symbolen dit onderscheid is aangegeven. Ook uit deze presentatie volgt dat zelfs dit grondtype nauwelijks invloed heeft op de gevonden gehalten. Uit deze analyse bleek tevens dat de al eerder genoemde grondparameters organisch stof en watergehalte wel een significante invloed hebben.

## 6 CONCLUSIES

### *Methode ontwikkeling*

De gevraagde doelstelling met betrekking tot de ontwikkeling van een methode, waarbij wordt gestreefd naar een gezamenlijke monsteropwerking en zuivering voor de analyse van de PAK's, PCB's en OC's, en lage bepalingsgrenzen voor genoemde stofgroepen heeft geresulteerd in de beschreven methode. Er is veel onderzoek verricht naar een geschikte chromatografie om de storingen op de PCB-analyse, veroorzaakt door met name zwavelverbindingen, te verwijderen. Na een tweevoudige extractie van de grondmonsters met aceton/petroleumether wordt eerst een gecombineerde zuivering over gedesactiveerde aluminiumoxide beladen met natriumsulfiet en natriumhydroxide uitgevoerd. Voor de PCB- en lindaan-analyse is vervolgens nog een zuivering over silica, beladen met zwavelzuur noodzakelijk. Een onderzoek naar de extractie efficiency uit verschillende grondtypen (zand, veen en klei) en de invloed van het drogen van grondmonsters op de gehalten van de verschillende organische componenten wordt momenteel in de vorm van een duurproef uitgevoerd en zal later separaat gerapporteerd worden.

De analyse van chloorthalonil, dicofol en vinchlozolin bleek niet mogelijk omdat er geen geschikte – te combineren - zuiveringsmethode voor deze componenten gevonden werd.

De validatie berust op de analyse van een kwaliteitsmonster, bestaande uit een gepooled extract van verschillende grondsoorten, waaraan op verschillende niveaus de diverse componenten zijn toegevoegd. Daarnaast wordt dit kwaliteitsmonsters tijdens de analyse van de monsters een aantal malen geanalyseerd. De PAK- en PCB-gehalten worden berekend op deze zogeheten procedure ijklijn, waardoor de monsters direkt gecorrigeerd worden voor recovery. Voor de PCB's wordt hieraan voorafgaand nog een correctie toegepast door middel van verschillende interne standaarden, die corrigeren voor de hiermee meest overeenkomende PCB's; hierdoor kan de recovery voor de PCB's niet bepaald worden.

De methode resulteert voor alle componenten in lagere bepalingsgrenzen dan voorheen mogelijk waren, te weten van 1 tot 10 µg/kg d.s. voor de verschillende PAK's en 0.1 µg/kg d.s. voor de PCB's en lindaan. De recovery voor de PAK's varieert van 77 tot 105 %. De interlab reproduceerbaarheid, afgeleid van het kwaliteitsmonster, bedraagt voor de verschillende PAK's 1 tot 9 % met uitzondering van fluoreen en dibenzo(a,h)antracene, voor de PCB's is dit 1 tot 4 % en voor lindaan 8 %.

### *Voorkomen in monsters*

De mediaanwaarden van de PAK-gehalten liggen globaal tussen de 5 µg/kg d.s. en 100 µg/kg d.s., met enkele uitschieters tot 1 mg/kg d.s.. De individuele verschillen tussen diverse monsters zijn groot, wat blijkt uit de grote verschillen tussen de laagst en hoogst gevonden waarden (voor alle componenten een faktor 10 of meer). De vluchtiger PAK's worden niet aangetroffen; onduidelijk is of dit veroorzaakt wordt door de monsterbehandeling.

De lindaan-gehalten variëren tussen 0.2 en 2.0 µg/kg d.s. en de PCB-gehalten liggen globaal

tussen 0.1 en 2.0 µg/kg d.s.. Van de mono-ortho PCB's komen alleen PCB 74 en 156 in een aantal monsters boven de bepalingsgrens uit; PCB's 114, 157, 167 en 189 liggen voor alle monsters onder de bepalingsgrens van 0.1 µg/kg d.s.. Het PCB-patroon geeft voor alle monsters een grote mate van overeenkomst, vooral voor de hoger gechlorideerde PCB's.

De triazine gehalten van de onderzochte monsters liggen voor het grootste deel onder de bepalingsgrens van 10 µg/kg d.s.. Er werden negen positieve monsters aangetroffen, waaronder een aantal bij landbouwgrond die in gebruik is voor maisteelt, waarop het gebruik van triazines is toegestaan.

Uit multivariate dataverwerking van deze dataset blijkt dat monsters met een hoger PAK-gehalte ook een hoger gehalte aan PCB's bevatten, waarbij een onderscheid gemaakt kan worden tussen zwaardere en lichtere (vluchtiger) componenten. Dit kan mogelijk duiden op een gezamenlijke oorzaak voor zowel PAK's als PCB's bij de zware componenten, door een groter belang tijdens de immissie of door een betere conservering van deze componenten. Daarnaast bestaat er een interessante correlatie met het organisch stofgehalte en deze organische componenten.

Er kan echter geen onderscheid gemaakt worden op basis van grondsoort, grondgebruik of lokatie. Dit sluit aan bij het gegeven dat PAK's, maar ook PCB's voornamelijk door atmosferische depositie verspreid worden en daarom diffuus over heel Nederland in alle gebieden worden teruggevonden.

## REFERENTIES

1. P. Lagas et al. Bodemkwaliteitskartering van de Nederlandse landbouwgronden. RIVM rapport 714801 003, 1996.
2. P.A. Greve, H.A.G. Heusinkveld, R. Hoogerbrugge, A.P.J.M. de Jong, G.A.L. de Korte, A.K.D. Liem, P. van Zoonen Organochloorbestrijdingsmiddelen en PCB's in bodemmonsters. RIVM rapport 728709.001 april 1989
3. NEN 5731, Bodem -- Bepaling van de gehalten aan tien polycyclische aromatische koolwaterstoffen met behulp van hogedruk-vloeistofchromatografie (jan. 1992).
4. J.Japenga, W.J. Wagenaar, F. Smedes, W. Salomons A new, rapid clean-up procedure for the simultaneous determination of different groups of organic micropollutants in sediments; application in two european estuarine sediment studies, Science & Technology Letters, 1987, 9-20.
5. SOP LOC/141/00 De bepaling van een aantal polycyclische aromatische koolwaterstoffen (PAK's) in grond, sediment en slib met behulp van hogedruk vloeistofchromatografie.
6. SOP LOC/142/01 De isomeer specifieke bepaling van polychloorbiphenylen (PCB's) in grond.
7. A.E. Smith Triazines in soil, J. Agric. Food Chem. 29, 1981, 111-115.
8. SOP LOC/106 RegresV2.0 Kalibratie m.b.v. (gewogen) lineaire regressie.
9. SOP LOC/262/00 De bepaling van triazines en metaboliëten in grond.
10. W. Slooff (eds.) Basisdocument PAK. RIVM rapport 758474.007, maart 1989.

## BIJLAGE 1. ANALYSEMETHODEN PAK's, PCB's, lindaan en triazines

### 1 PAK's, PCB's en lindaan

#### *Reagentia*

Aceton, p.a. (Merck)

Petroleum-ether kooktrajekt 30-60 °C (Baker)

Acetonitril HPLC kwaliteit (Rathburn)

Water, gedeïoniseerd met Millipore-Q systeem, Millipore BV/Waters

Natriumsulfaat p.a., 5 uur gegloeid bij 500 °C. volgens SOP LOC 064

Zwavelzuur, 1-butanol, Natriumhydroxide, Natriumsulfiet, p.a. (Merck)

Kwartswol, gezuiverd door soxhletextractie met pet.ether /aceton(4/1) volgens SOP LOC 097

Aluminiumoxyde basisch, Alumina WB-5, Super I, ICN (Sigma)

Silicagel, Kieselgel 60 reinst, 70-230 mesh ASTM (Merck)

IJkmengsel van 16 PAK's in acetonitril, SRM1647

Referentiestoffen PCB's

Referentiestof PCB 28 (2,4,4'-trichloorbifenyyl), CAS-nr. ): 7012-37-5

Referentiestof PCB 52 (2,2',5,5'-tetrachloorbifenyyl), CAS-nr.: 35693-99-3

Referentiestof PCB 60 (2,3,4,4'-tetrachloorbifenyyl), CAS-nr. : 33025-41-1

Referentiestof PCB 74 (2,4,4',5-tetrachloorbifenyyl), CAS-nr. : 32690-93-0

Referentiestof PCB 101 (2,2',4,5,5'-pentachloorbifenyyl), CAS-nr.: 37680-37-2

Referentiestof PCB 105 (2,3,3',4,4'-pentachloorbifenyyl), CAS-nr. : 32598-14-4

Referentiestof PCB 114 (2,3,4,4',5-pentachloorbifenyyl), CAS-nr. : 74472-37-0

Referentiestof PCB 118 (2,3',4,4',5-pentachloorbifenyyl),CAS-nr.: 31508-00-6

Referentiestof PCB 138 (2,2',3,4,4',5'-hexachloorbifenyyl),CAS-nr.: 35065-28-2

Referentiestof PCB 153 (2,2',4,4',5,5',-hexachloorbifenyyl),CAS-nr.:35065-27-1

Referentiestof PCB 156 (2,3,3',4,4'5-hexachloorbifenyyl), CAS-nr. : 38380-08-4

Referentiestof PCB 157 (2,3,3',4,4',5'-hexachloorbifenyyl), CAS-nr. onbekend

Referentiestof PCB 167 (2,3',4,4',5,5'-hexachloorbifenyyl), CAS-nr. : 52663-72-6

Referentiestof PCB 180 (2,2',3,4,4',5,5'-heptachloorbifenyyl), CAS-nr.35065-29-3

Referentiestof PCB 189 (2,3,3',4,4',5,5'-heptachloorbifenyyl), CAS-nr. onbekend

Interne standaardstof PCB 29 (2,4,5-trichloorbifenyyl), CAS-nr. : 15862-07-4

Interne standaardstof PCB 72 (2,3',5,5'-tetrachloorbifenyyl) CAS-nr. : 41464-42-0

Interne standaardstof PCB 143 (2,2',3,4,5,6'-hexachloorbifenyyl), CAS-nr.: 68194-15-0

Interne standaardstof PCB 155 (2,2',4,4',6,6'-hexachloorbifenyyl), CAS-nr.: 33979-03-2

Interne standaardstof PCB 207 (2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachloorbifenyyl,

CAS-nr. : 52663-79-3

#### *Apparatuur*

Droogoven

Exsiccator

Kuderna-Danish indampapparatuur (70 °C)

Verwarmingsdroogblok (50 °C)

Chromatografiebuizen

Gecalibreerde buizen

Scheitrechter (1 liter)  
Centrifuge (min. 3000 toeren/ minuut)  
Rolapparaat  
Schudmachine

HPLC gradiënt systeem (Perkin Elmer), met fluorescentie detectie (programmeerbaar)  
GC-systeem met ECD-detectie (2 kolommen)

*Aluminiumoxyde volgens Japenga [4]:*

Activeer de aluminiumoxyde gedurende 16 uur bij 150°C. Laat de geactiveerde aluminiumoxyde afkoelen in een exsiccator. Los 9 gram natriumsulfiet en 1 gram natriumhydroxide op in een minimale hoeveelheid milli Q-water en extraheer twee maal met een kleine hoeveelheid petroleumether om de eventueel aanwezige organische componenten te verwijderen. Desactiveer de aluminiumoxyde door 79 gram aluminiumoxyde toe te voegen en het totaal gewicht op 100 gram te brengen met water. Meng het geheel door schudden in een af te sluiten fles tot alle klonten zijn verdwenen en homogeniseer met behulp van een rolapparaat (16 uur)

*Silicagel beladen met zwavelzuur:*

Activeer 200 gram silicagel gedurende ca. 16 uur bij 200°C. Afkoelen in een exsiccator. Voeg 160 gram zwavelzuur toe en homogeniseer met behulp van een rolapparaat (16 uur).

*Monsterbewaarkondities*

De door lab Oosterbeek aangevoerde grondmonsters worden koel (+4 °C) en in het donker opgeslagen.

*Monstervoorbewerking*

Weeg na mengen 20 gram grond af in een schudcilinder en voeg 25 ml aceton toe. Schud ca. 10 minuten op de schudmachine en voeg vervolgens 50 ml petroleumether (30-60 °C) toe. Schud vervolgens nogmaals 20 min. en draai het extract af bij ca. 3000 toeren/min. Decanteer het extract in een scheitrechter van 1 liter en extraheer het grondmonster nogmaals met 75 ml aceton:petroleumether (1:3 v/v) (30 min. op schudmachine). Na afdraaien decanteren in de scheitrechter en het zo verkregen extract extraheren met twee maal 500 ml milliQ-water (1 minuut schudden). Extract vervolgens over natriumsulfaat in een Kuderna-Danish indampapparaat brengen en concentreren tot ca. 10 ml (70 °C) en tot 1.0 ml onder stikstof m.b.v. een indampblok (50 °C). Voeg voor de PCB/lindaan analyse de benodigde interne standaarden toe.

*Zuivering*

Vul de chromatografiebuis (30 cm) achtereenvolgens met een propje kwartswol, 10 gram Japenga aluminiumoxyde en wat natriumsulfaat. Breng het extract op de kolom en spoel drie keer na met telkens 1 ml petroleumether. Elueer met 45 ml petroleumether. Concentreer het extract m.b.v. Kuderna-Danish indampapparatuur (70 °C) en het indampblok (50 °C) tot 10.0 ml in een gecalibreerde buis.

Splits het extract in een fractie voor de PCB/lindaan analyse (5.0 ml) en een fractie voor de PAK-analyse (1.0 ml). Concentreer, na toevoeging van 50 µl 1-butanol ("holder"), de fractie voor de PAK-analyse tot "droog" en los het residu op in 1.00 ml acetonitril.

Breng het extract voor de PCB/lindaan analyse op ca. 1 ml m.b.v. het indampblok (50 °C).



Vul de chromatografiebuis (23 cm) achtereenvolgens met een propje kwartswol, 1.5 gram silica beladen met zwavelzuur, en wat natriumsulfaat. Breng het extract op de kolom en spoel drie keer na met telkens 1 ml petroleumether. Elueer met 5 ml petroleumether. Concentreer vervolgens het extract tot 0.5 ml.

### *Chromatografische condities*

#### PAK's (HPLC)

- \* kolom : ChromSphere PAH ; cat.nr. 28286 ; lengte 100 mm (30 °C)
- \* gradiënt-elutie : A=40% acetonitril/water ; B=100% acetonitril
  - 1) 0 -2 min. 90%A / 10 %B
  - 2) 2 -27 min. 0 %A / 100%B
  - 3) 27-32 min. 0 %A / 100%B
  - 4) 32-34 min. 90%A / 10 %B conditionering
  - 5) 34-39 min. 90%A / 10 %B
- \* injectie-volume : 10 µl
- \* detectie : programmeerbare fluorescentiedetectie volgens het hieronder weergegeven schema:

---

golflengtepaar ( $\lambda_{ex}$ en $\lambda_{em}$ )	componenten
253/333	naftaleen, acenaftalen en fluoreen
253/373	phenanthreen, anthraceen
263/420	fluorantheen, pyreen
270/382	benzo(a)anthraceen, chryseen
280/460	benzo(b)fluorantheen, benzo(k)fluorantheen, benzo(a)pyreen, dibenzo(a,h)anthraceen, benzo(g,h,i)peryleen indeno(1,2,3-cd)pyreen

---

- \* software : MAXIMA 820 versie 3.30
- \* response : piekoppervlakte

#### PCB's/lindaan (GC)

- \* kolom 1 : Ultra2
- \* kolom 2 : Pona (Ultra1)
- \* temperatuur-gradiënt : 1 min. 80 °C  
rate 10 °C/min. naar 150 °C  
rate 2.0 °C/min. naar 290 °C  
(totale run-time: 88 min.)
- \* injectie-volume : 3 µl over 2 kolommen
- \* inlet-temperatuur : 200 °C
- \* detector : ECD (beide kolommen)
- \* detector-temperatuur : 325 °C
- \* software : HP 3365
- \* response : piekhoogten

### *Berekeningen*

Voor de gehalte bepalingen wordt de in de validatie verkregen procedure ijklijn gehanteerd (zie hoofdstuk 4). De zo verkregen gehalten worden gecorrigeerd voor inweeg en droge stof gehalte.

De analysemethoden zijn uitgebreid beschreven in de desbetreffende SOP LOC/141/00 [5] en LOC/142/01 [6] (Bij afwijkingen in de werkwijze hierboven beschreven en de desbetreffende SOP's is de hierboven beschreven werkwijze gehanteerd).

## **2 Triazines**

### *Reagentia*

Acetonitril Grade S (Rathburn)

Water, gedeïoniseerd met Millipore-Q systeem, Millipore BV/Waters

Ammonia, ca 25% NH<sub>3</sub>, BDH

Dichloormethaan, Nanograde, Promochem

Methyl tert-Butyl Ether (MTBE), HPLCreagent, Baker

Natriumsulfaat p.a., 5 uur gegloeid bij 500 °C. volgens SOP LOC/064

Referentiestoffen Triazines: Atrazin, Desethylatrazin, Desisopropylatrazin, Simazin en Metazachloor

### *Apparatuur*

PH meter

Flessen, wijdmonds, inh. 250ml, voorzien van schroefdop met teflon inlage

Schudmachine

Trechters, glas (diameter 10 cm)

Maatcilinders, inh. 50 en 250 ml

Rotatievacuum- indampapparaat met indampbollen inh. 250 ml

Scheitrechters, inh. 50 ml

Kuderna Danish indampapparaat

Puntbuizen met stop, glas

Vouwfilters (diameter 15 cm), Schleicher & Schuell)

Watten

### *Extractievloeistof*

Acetonitril/water in de verhouding 7:3. Meng en breng de oplossing op PH 9.0 met verdunde ammonia (2.5%)

### *Monsterbewaarkondities*

De grondmonsters worden koel (+ 4 °C) en in het donker opgeslagen.

### *Droge stof bepaling*

Het gehalte aan droge stof wordt bepaald door 5-10 g grond af te wegen (afhankelijk van het watergehalte), gedurende 16 uur bij 105 °C te verhitten, en de grond vervolgens opnieuw te wegen (NEN 5747).

### *Monstervoorbewerking*

Weeg 50 gram grond af in een wijmondse fles van 250 ml en voeg 125 ml extractievloeistof toe. Schud de fles gedurende 30 min. Filtreer het extract door een vouwfilter in een maatcilinder van 250 ml. Spoel het flesje 2 maal na met 25 ml extractievloeistof en vul vervolgens hiermee aan tot 250 ml. Breng 50 ml extract in een indampbol van 250 ml en damp de acetonitril af in een rotatievacuum-indampapparaat bij 70 °C. Breng de waterige rest over in een scheitrechter van 50 ml en spoel de bol na met 10 ml HPLC-water. Extraheer 3 maal met achtereenvolgens 10, 5 en 5 ml dichloormethaan door steeds 1 min. te schudden. Filtreer de verzamelde organische fase over een trechter die gevuld is met een propje watten en 40-45 g natriumsulfaat. Vang het filtraat op in een Kuderna Danish indampapparaat en damp in tot ca. 5 ml. Verwijder de laatste resten oplosmiddel door overleiden van stikstof. Neem het residu op in 2.0 ml injectie standaard-oplossing (Metazachloor in MTBE gemaakt volgens SOP LOC/057).

### *Chromatografische condities*

- \* gaschromatograaf : Varian GC 3500 (GC 15)
- \* kolom : DB-5 (25 m \* 0.32 mm; df 0.25 µm)
- \* temperatuur-gradiënt : 0-2 min. 80 °C;  
rate 25 °C/min. naar 130 °C; 5 min. op 130 °C;  
rate 7 °C/min. naar 200 °C;  
rate 15 °C/min. naar 270 °C; 2 min. op 270 °C
- \* injectie-volume : 4 µl (splitless)
- \* inlet-temperatuur : 230 °C
- \* detector-temperatuur : 300 °C
- \* draaggas : helium, voordruk 40 KPa.
- \* detector make-up gas : helium 100 KPa.
- \* vlamgassen : waterstof (70 KPa) en lucht (100 KPa)

### *Berekeningen*

Voor de gehalte bepalingen wordt gebruik gemaakt van een spuitstandaard, die meestal een respons geeft in het hoge gedeelte van het werkgebied of op het te verwachten niveau van de monsterextracten. Na elke spuitstandaard worden max. 4 monsterextracten gespoten en de monsters worden met het chromatografiedatasysteem (SOP LOC/081) standaard berekend op de voorliggende spuitstandaard. Bij verschillen groter dan 10% in de respons van de voor- en naliggende spuitstandaard moeten de tussenliggende monsterextracten opnieuw berekend worden. Dit gebeurt dan met de gemiddelde respons van de voor- en naliggende spuitstandaard. Wanneer bij de recovery bepalingen (op twee niveaus) blijkt dat de recovery buiten de range 80-110% valt dan wordt het gehalte tevens voor de recovery gecorrigeerd.

De analysemethode is uitgebreid beschreven in de desbetreffende SOP LOC/262/00 [9].

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN PAK's, PCB's, lindaan en triazines.

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

componenten	921270		921274		921278		921296	
	LOCMON-nummer	LBG-monstercode	Gras op Veen (DA4)	Gras op Zeeklei (AA4)	Bouwland op Zeeklei (EA3)	Bouwland op Zand (MC1)	µg/kg d.s.	st.dev.
PAK's								
Fluoreen	16.2	1.1	4.3	1.1	<2.9	-	<2.9	-
Phenanthreen	230	8	31.0	1.4	24.7	1.3	19.3	1.3
Anthraceen	53.3	1.4	2.8	0.4	2.7	0.4	<1.1	-
Fluorantheen	537	11	64	5	43	5	29	5
Pyreen	396	6	47	4	32	4	17	4
Benzo(a)anthraceen	264	4	28.4	0.8	16.3	0.8	7.9	0.8
Chryseen	296	4	34.6	1.2	20.0	1.2	12.2	1.2
Benzo(b)fluorantheen	309	4	33	2	20	2	15	2
Benzo(k)fluorantheen	134.7	1.4	14.3	1.2	7.1	1.2	4.0	1.2
Benzo(a)pyreen	255	7	25.7	2.3	12	2	<6	-
Dibenzo(ah)anthraceen	58	3	<9	-	<9	-	<9	-
Benzo(ghi)perylene	283	4	37	3	20	3	13	3
Indeno(123cd)pyreen	290	5	35	4	16	4	12	4
Lindaan/PCB's								
Lindaan	0.62	0.07	0.21	0.07	0.30	0.07	1.83	0.14
PCB28	0.80	0.02	0.35	0.01	0.21	0.01	0.11	0.01
PCB52	1.17	0.02	0.19	0.01	0.14	0.01	0.12	0.01
PCB74	0.33	0.01	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB101	2.27	0.02	0.26	0.01	0.23	0.01	0.29	0.01
PCB118	2.02	0.02	0.15	0.01	0.11	0.01	0.11	0.01
PCB138	2.48	0.05	0.35	0.03	0.25	0.03	0.32	0.03
PCB153	2.24	0.06	0.39	0.04	0.28	0.04	0.36	0.03
PCB156	0.42	0.02	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB180	0.98	0.02	0.19	0.02	0.14	0.02	0.16	0.02
Triazines								
Desisopropyl-A	12	-	<10	-	11	-	<10	-
Desethyl-A	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Atrazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Simazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijkende ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn 1, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijn

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoorpiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)F + DB(ah)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

LOCMON-nummer LBG-monstercode omschrijving	921300 Gras op Zand (FB1)		921304 Mats op Zand (JC1)		921308 Gras op Rivierklei (LA1)		921312 Mats op Zand (MB1)	
	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.
<b>PAK's</b>								
Fluoreen	3.1	1.1	5.8	1.0	6.1	1.1	<2.9	-
Phenanthreen	30.8	1.3	45.5	1.3	42.5	1.4	23.6	1.3
Anthraceen	3.2	0.4	7.2	0.4	5.9	0.4	2.4	0.4
Fluoranthreen	41	4	74	4	83	5	36	4
Pyreen	26	4	42	4	60	4	22	4
Benzo(a)anthraceen	14.9	0.8	28.8	0.8	33.2	0.8	11.1	0.8
Chryseen	20.4	1.2	34.3	1.2	43.2	1.2	15.5	1.2
Benzo(b)fluoranthreen	25	2	36	2	46	2	18	2
Benzo(k)fluoranthreen	7.0	1.2	14.2	1.2	17.5	1.2	6.0	1.2
Benzo(a)pyreen	13	2	27	2	29	2	9	2
Dibenzo(ah)anthraceen	<9	-	23	3	<9	-	<9	-
Benzo(ghi)peryleen	21	3	30	3	39	3	15	3
Indeno(123cd)pyreen	17	4	31	4	39	4	11	4
<b>Lindaan/PCB's</b>								
Lindaan	1.41	0.14	1.51	0.14	0.68	0.07	>2	-
PCB28	0.16	0.01	0.14	0.01	0.18	0.02	0.11	0.01
PCB52	0.12	0.01	0.13	0.01	0.15	0.01	0.10	0.01
PCB74	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB101	0.29	0.01	0.30	0.01	0.41	0.01	0.28	0.01
PCB118	0.12	0.01	0.11	0.01	0.24	0.01	0.13	0.01
PCB138	0.32	0.03	0.29	0.03	0.70	0.03	storing	-
PCB153	0.36	0.04	0.33	0.04	0.72	0.04	0.36	0.04
PCB156	<0.1	-	<0.1	-	0.10	0.02	<0.1	-
PCB180	0.16	0.02	0.14	0.02	0.36	0.02	0.18	0.02
<b>Triazines</b>								
Desisopropyl-A	<10	-	<10	-	10	-	<10	-
Desethyl-A	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Atrazin	<10	-	14	-	<10	-	12	-
Simazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijking ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijnpunt

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoorpiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)j + DB(ah)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

componenten	LOCOMON-nummer 921316		921320		921324		921328	
	LBG-monstercode 9210398	omschrijving	Gras op Zand (HB1)	Gras op Zand (KB1)	Gras op Zand (JB1)	Gras op Zeekei (BC1)	Gras op Zeekei (BC1)	
	µg/kg d.s.	st.dev.	opmerkingen	µg/kg d.s.	st.dev.	opmerkingen	µg/kg d.s.	st.dev.
<i>PAK's</i>								
Fluoreen	<2.9	-		<2.9	-		6.9	1.1
Phenanthreen	15.0	1.3		16.9	1.3		61.6	1.4
Anthracen	1.0	0.4	s	1.6	0.4		2.0	0.4
Fluorantheen	24	5		40	4		96	5
Pyreen	14	4		26	4		70	4
Benzo(a)anthraceen	8.4	0.8		16.5	0.8		39.2	0.8
Chryseen	13.9	1.2		21.4	1.2		47.7	1.2
Benzo(b)fluorantheen	18	2		26	2		51	2
Benzo(k)fluorantheen	4.9	1.2		9.5	1.2		20.0	1.2
Benzo(a)pyreen	<6	-		15	2		36	2
Dibenzo(ah)anthraceen	<9	-	s	<9	-		<9	-
Benzo(ghi)perylene	12	3		20	3		46	3
Indeno(123cd)pyreen	13	4		20	4		41	4
<i>Lindaan/PCB's</i>								
Lindaan	0.40	0.07		1.04	0.07		0.64	0.07
PCB28	0.13	0.01		<0.1	-		0.28	0.02
PCB52	0.11	0.01		<0.1	-		0.21	0.01
PCB74	<0.1	-		<0.1	-		<0.1	-
PCB101	0.28	0.01		0.19	0.01		0.49	0.01
PCB118	0.14	0.01		0.10	0.01		0.25	0.01
PCB138	0.36	0.03		0.26	0.03		0.61	0.03
PCB153	0.40	0.04		0.30	0.04		0.65	0.04
PCB156	<0.1	-		<0.1	-		<0.1	-
PCB180	0.18	0.02		0.14	0.02		0.31	0.02
<i>Triazines</i>								
Desisopropyl-A	<10	-		<10	-		<10	-
Desethyl-A	<10	-		<10	-		<10	-
Atrazin	<10	-		<10	-		<10	-
Simazin	<10	-		<10	-		<10	-

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijking ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijn punt

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoorpiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)F + DB(ah)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

LOCMON-nummer LBG-monstercode omschrijving	921403 Gras op Zand (MA1)		921407 Gras op Rivierklei (DD1)		921407 Gras op Rivierklei (KD1)		921411 Gras op Zeeklei (DC1)	
	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.
<i>PAK's</i>								
Fluoreen	<2,9	-	9,6	1,1	7,5	1,1	95,1	1,2
Phenanthreen	14,4	1,3	97,7	1,6	60,2	1,4	836,0	18,3
Anthracen	3,3	0,4	4,5	0,4	8,5	0,4	146,4	3,0
Fluorantheen	37	4	194	5	93	5	830	20
Pyreen	25	4	140	4	63	4	540	12
Benzo(a)anthracen	16,1	0,8	93,5	0,9	42,7	0,8	261,4	7,0
Chryseen	19,4	1,2	108,3	1,5	51,6	1,2	238,7	7,4
Benzo(b)fluorantheen	20	2	117	3	63	3	261	7
Benzo(k)fluorantheen	7,2	1,2	48,0	1,2	23,3	1,2	114,5	2,4
Benzo(a)pyreen	12,8	2,2	88	2	41,3	2,3	261	5
Dibenzo(ah)anthracen	<9	-	19	3	10,4	3,3	50	3
Benzo(ghi)peryleen	18	3	108	4	58	3	254	8
Indeno(123cd)pyreen	16	4	105	4	57	4	229	8
<i>Lindaan/PCB's</i>								
Lindaan	0,36	0,07	0,52	0,07	0,47	0,07	0,34	0,07
PCB28	<0,1	-	0,47	0,02	0,88	0,02	0,20	0,02
PCB52	<0,1	-	0,33	0,01	0,71	0,01	0,21	0,01
PCB74	<0,1	-	0,10	0,01	0,37	0,01	<0,1	-
PCB101	0,16	0,01	0,64	0,01	1,32	0,02	0,76	0,01
PCB118	0,07	0,01	0,30	0,01	0,90	0,01	0,49	0,01
PCB138	0,23	0,03	0,84	0,03	1,92	0,06	1,37	0,06
PCB153	0,26	0,04	0,87	0,04	1,85	0,08	1,32	0,08
PCB156	<0,1	-	0,13	0,02	0,33	0,02	0,23	0,02
PCB180	0,13	0,02	0,47	0,02	1,19	0,04	0,78	0,02
<i>Triazines</i>								
Desisopropyl-A	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Desethyl-A	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Atrazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Simazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijkbaar ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijn

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoepiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)F + DB(ah)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

componenten	930001		930005		930009	
	LOCMON-nummer	omschrijving	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.
<i>PAK's</i>						
Fluoreen	9210519	Gras op Veen (BA1)	6.9	1.1	3.0	1.1
Phenanthreen	9210519	Gras op Veen (BA1)	35.4	1.4	23.7	1.3
Anthraceen	9210519	Gras op Veen (BA1)	4.2	0.4	3.1	0.4
Fluoranthreen	9210519	Gras op Veen (BA1)	60	5	45	4
Pyreen	9210519	Gras op Veen (BA1)	43	4	33	4
Benzo(a)anthraceen	9210519	Gras op Veen (BA1)	23.3	0.8	17.8	0.8
Benzo(b)fluora	9210519	Gras op Veen (BA1)	31.9	1.2	21.6	1.2
Benzo(k)fluora	9210519	Gras op Veen (BA1)	43	2	24	2
Benzo(a)pyreen	9210519	Gras op Veen (BA1)	13.2	1.2	8.4	1.2
Dibenzo(ah)anthraceen	9210519	Gras op Veen (BA1)	20	2	14.0	2.2
Benzo(ghi)peryleen	9210519	Gras op Veen (BA1)	<9	-	<9	-
Indeno(123cd)pyreen	9210519	Gras op Veen (BA1)	32	3	22	3
	9210519	Gras op Veen (BA1)	31	4	21	4
<i>Lindaan/PCB's</i>						
Lindaan	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.62	0.07	1.14	0.14
PCB28	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.29	0.02	0.14	0.01
PCB52	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.22	0.01	0.12	0.01
PCB74	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	<0.1	-	<0.1	-
PCB101	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.47	0.01	0.20	0.01
PCB118	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.23	0.01	0.13	0.01
PCB138	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.65	0.03	0.29	0.03
PCB153	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.69	0.04	0.31	0.04
PCB156	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.10	0.02	<0.1	-
PCB180	9210539	Bouwland op Zeeklei (EA1)	0.33	0.02	0.15	0.02
<i>Triazines</i>						
Desisopropyl-A	9210543	Mais op Zand (KCI)	<10	-	<10	-
Desethyl-A	9210543	Mais op Zand (KCI)	<10	-	<10	-
Atrazin	9210543	Mais op Zand (KCI)	<10	-	<10	-
Sumazin	9210543	Mais op Zand (KCI)	<10	-	<10	-
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.32	0.07	0.32	0.07
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.69	0.01	0.69	0.01
	9210543	Mais op Zand (KCI)	1.26	0.02	1.26	0.02
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.28	0.01	0.28	0.01
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.89	0.01	0.89	0.01
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.50	0.01	0.50	0.01
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.80	0.03	0.80	0.03
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.84	0.04	0.84	0.04
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.12	0.01	0.12	0.01
	9210543	Mais op Zand (KCI)	0.42	0.02	0.42	0.02
	9210543	Mais op Zand (KCI)	<10	-	<10	-
	9210543	Mais op Zand (KCI)	<10	-	<10	-
	9210543	Mais op Zand (KCI)	20.00	-	20.00	-
	9210543	Mais op Zand (KCI)	<10	-	<10	-

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)  
 (2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)  
 (3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)  
 (4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijkbaar ijklijn (twee maal verdunde monster)  
 (5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijnpunt  
 (6) = bevestigd met GC-MS  
 s = stoorpiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)F + DB(ah)A + I(123cd)P).



BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenyleen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

LOCOMON-nummer LBG-monstercode omschrijving	930017		930021		930025	
	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.
componenten	opmerkingen	Gras op Zand (CCI)	Gras op Veen (CD1)	Fruit op Rivierklei (LC1)	opmerkingen	opmerkingen
PAK's						
Fluoreen	<2.9	-	3.9	1.1	11.9	1.0
Phenanthreen	16.2	1.3	37.1	7.7	148.8	7.1
Anthracen	1.6	0.4	4.4	0.4	12.8	0.4
Fluorantheen	22	5	81	4	216	5
Pyreen	11	4	54	4	142	4
Benzo(a)anthracen	7.6	0.8	31.2	0.8	85.4	0.8
Chryseen	10.2	1.2	37.3	1.2	96.4	1.4
Benzo(b)fluorantheen	12	2	39	2	83	3
Benzo(k)fluorantheen	<3.1	-	16.2	1.2	40.3	1.1
Benzo(a)pyreen	<6	-	30	2	60	2
Dibenzo(a,h)anthracen	<9	-	<9	-	16	3
Benzo(ghi)peryleen	11	3	39	3	57	3
Indeno(123cd)pyreen	<10	-	30	4	53	4
Lindaan/PCB's						
Lindaan	0.21	0.07	0.30	0.07	0.30	0.07
PCB28	0.15	0.01	0.14	0.01	0.18	0.01
PCB52	0.14	0.01	0.16	0.01	0.17	0.01
PCB74	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB101	0.23	0.01	0.38	0.01	0.31	0.01
PCB118	0.13	0.01	0.21	0.01	0.21	0.01
PCB138	0.26	0.03	0.45	0.03	0.49	0.03
PCB153	0.27	0.04	0.45	0.04	0.50	0.04
PCB156	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB180	0.12	0.02	0.18	0.02	0.27	0.02
Triazines						
Desisopropyl-A	<10	-	<10	-	<10	-
Desethyl-A	<10	-	<10	-	<10	-
Atrazin	<10	-	<10	-	<10	-
Simazin	<10	-	<10	-	16.00	(6)

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijkbaar ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijn

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoepiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)f + DB(ah)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

componenten	930029 LOCOMON-nummer: 930029 LBG-monstercode: 9210547 omschrijving: Gras op Rivierklei (MD1)		930033 9210515 Gras op Zand (BB1)		930037 9210535 Gras op Zand (DB1)		930053 9310049 Gras op Veen (JA1)	
	µg/kg d.s.	st.dev.	opmerkingen	µg/kg d.s.	st.dev.	opmerkingen	µg/kg d.s.	st.dev.
PAK's								
Fluoreen	5.9	1.0		3.5	1.1		<2.9	-
Phenanthreen	54.8	1.3		16.7	1.4		24.3	1.3
Anthracen	7.4	0.4	s	2.0	0.4	(1)	2.6	0.4
Fluorantheen	82	4		29	5	(1)	51	4
Pyreen	49	4		18	4		33	4
Benzo(a)anthracen	36.2	0.8		10.4	0.8		16.3	0.8
Chryseen	45.2	1.2		14.9	1.2		23.6	1.2
Benzo(b)fluorantheen	50	2		17	2		30	2
Benzo(k)fluorantheen	18.1	1.1		5.0	1.2		9.2	1.2
Benzo(a)pyreen	29.3	2.2		8	2		14	2
Dibenzo(ah)anthracen	<9	-	s	<9	-	s	<9	-
Benzo(ghi)peryleen	41	3		14	3		23	3
Indeno(123cd)pyreen	41	4		13	4		21	4
Lindaan/PCB's								
Lindaan	0.72	0.07		0.30	0.07		0.58	0.07
PCB28	0.26	0.01		0.19	0.01		0.13	0.02
PCB52	0.21	0.01		0.16	0.01		0.11	0.01
PCB74	<0.1	-		<0.1	-		<0.1	-
PCB101	0.38	0.01		0.29	0.01		0.32	0.01
PCB118	0.21	0.01		0.14	0.01		0.17	0.01
PCB138	0.55	0.03		0.33	0.03		0.42	0.03
PCB153	0.61	0.04		0.39	0.04		0.49	0.04
PCB156	0.10	0.01		<0.1	-		<0.1	-
PCB180	0.34	0.02		0.17	0.02		0.23	0.02
Triazines								
Desisopropyl-A	<10	-		<10	-		<10	-
Desethyl-A	<10	-		<10	-		<10	-
Atrazin	<10	-		<10	-		<10	-
Simazin	<10	-		<10	-		<10	-

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijkings ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijnpunt

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoorpiek aanwezig (retentie storing > retentie benzo(b)f + DB(ab)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines(in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

componenten	930061		930065		930069	
	LOCMON-nummer	LBG-monstercode	omschrijving	Gras op Zand (LB1)	Gras op Zand (DF1)	Gras op Yeen (FA1)
	µg/kg d.s.	st.dev.	opmerkingen	µg/kg d.s.	st.dev.	opmerkingen
PAK's						
Fluoreen	<2.9	-		3.1	1.1	7.8
Phenanthreen	26.1	1.3		22.6	1.3	97.0
Anthraceen	3.9	0.4		<1.1	-	8.2
Fluorantheen	60	4		36	4	189
Pyreen	41	4		21	4	119
Benzo(a)anthraceen	25.7	0.8		10.1	0.8	62.5
Chryseen	29.8	1.2		14.1	1.2	69.5
Benzo(b)fluorantheen	33	2		16	2	78
Benzo(k)fluorantheen	12.5	1.2		4.6	1.2	30.6
Benzo(a)pyreen	21.6	2.2		7.1	2.3	51
Dibenzo(ah)anthraceen	<9	-	s	<9	-	11
Benzo(ghi)perylene	28	3		15	3	61
Indeno(123cd)pyreen	26	4		14	4	77
Lindaan	0.79	0.07		0.20	0.07	1.07
Lindaan/PCB's						
PCB28	0.12	0.01		0.17	0.01	0.27
PCB52	<0.1	-		0.12	0.01	0.21
PCB74	<0.1	-		<0.1	-	<0.1
PCB101	0.18	0.01		0.21	0.01	0.45
PCB118	<0.1	-		0.13	0.01	0.24
PCB138	0.26	0.03		0.29	0.03	0.52
PCB153	0.32	0.04		0.33	0.04	0.58
PCB156	<0.1	-		<0.1	-	<0.1
PCB180	0.15	0.02		0.15	0.02	0.27
Triazines						
Desisopropyl-A	<10	-		<10	-	<10
Desethyl-A	<10	-		<10	-	<10
Atrazin	<10	-		14.00	-	<10
Simazin	<10	-		<10	-	<10

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijkings ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijn punt

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoepriek aanwezig (retentie storing > retentie benzo(b)f + DB(ah)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenyleen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

LOCOMON-nummer LBG-monstercode omschrijving	930073 Gras op Zand (EC1)		930077 Bouwland op Zeeklei (AB1)		930081 Gras op Veen (HA1)		930085 Gras op Zand (GA1)	
	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.
componenten		opmerkingen		opmerkingen		opmerkingen		opmerkingen
PAK's								
Fluoreen	5.7	1.1	3.2	1.0	5.7	1.1	<2.9	-
Phenanthreen	87.3	1.5	26.1	1.3	29.6	1.4	20.4	1.3
Anthraceen	8.5	0.4	4.2	0.4	2.1	0.4	4.0	0.4
Fluorantheen	119	5	41	4	52	5	68	4
Pyreen	76	4	38	4	34	4	51	4
Benzo(a)anthraceen	31.7	0.8	21.1	0.8	19.1	0.8	32.4	0.8
Chryseen	44.3	1.2	24.1	1.2	27.7	1.2	38.5	1.2
Benzo(b)fluorantheen	42	2	23	2	45	3	42	2
Benzo(k)fluorantheen	19.2	1.2	9.7	1.2	11.2	1.2	16.1	1.2
Benzo(a)pyree	31.3	2.2	20	2	15.6	2.4	33	2
Dibenzo(ah)anthraceen	<9	-	<9	-	<9	-	<9	-
Benzo(ghi)peryleen	33	3	25	3	24	3	36	3
Indeno(123cd)pyreen	33	4	17	4	32	4	34	4
Lindaan/PCB's								
Lindaan	0.82	0.07	0.44	0.07	0.54	0.07	0.56	0.07
PCB28	<0.1	-	0.13	0.01	0.21	0.02	<0.1	-
PCB52	<0.1	-	0.14	0.01	0.17	0.01	0.10	-
PCB74	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB101	0.23	0.01	0.35	0.01	0.46	0.01	0.22	0.01
PCB118	0.14	0.01	0.20	0.01	0.24	0.01	<0.1	-
PCB138	0.29	0.03	0.45	0.03	0.53	0.03	0.20	0.03
PCB153	0.35	0.04	0.48	0.04	0.63	0.04	0.25	0.04
PCB156	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB180	0.15	0.02	0.23	0.02	0.29	0.02	0.10	0.02
Triazines								
Desisopropyl-A	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Desethyl-A	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Atrazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-
Simazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijkings ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijnpunt

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoorpiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)f + DB(ah)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

componenten	930089		930093		930097		930101		
	LOCMON-nummer	LBG-monstercode	omschrijving	µg/kg d.s.	st.dev.	opmerkingen	µg/kg d.s.	st.dev.	opmerkingen
PAK's									
Fluoreen	6.5	1.1	<2.9	-	<2.9	-	<2.9	-	
Phenanthreen	48.2	1.3	20.9	1.3	23.9	1.3	21.1	1.3	
Anthraceen	10.3	0.4	1.5	0.4	3.1	0.4	1.9	0.4	s
Fluorantheen	90	4	36	4	52	5	40	5	
Pyreen	61	4	19	4	36	4	26	4	
Benzo(a)anthraceen	40.8	0.8	11.3	0.7	24.8	0.8	14.6	0.8	
Chryseen	47.4	1.2	14.9	1.2	29.9	1.2	18.4	1.2	
Benzo(b)fluorantheen	61	2	17	2	40	2	24	2	
Benzo(k)fluorantheen	22.6	1.2	5.7	1.2	13.1	1.2	6.8	1.2	s
Benzo(a)pyreen	40.1	2.2	10	2	22.0	2.2	13	2	
Dibenzo(ah)anthraceen	<9	-	<9	-	<9	-	<9	-	s
Benzo(ghi)peryleen	54	3	17	3	27	3	16	3	
Indeno(123cd)pyreen	52	4	15	4	18	4	17	4	
Lindaan/PCB's									
Lindaan	0.52	0.07	1.09	0.07	0.76	0.07	1.79	0.14	(5)
PCB28	0.90	0.02	0.17	0.01	0.14	0.01	0.14	0.01	
PCB52	0.74	0.01	0.11	0.01	0.14	0.01	0.13	0.01	
PCB74	0.41	0.01	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-	
PCB101	1.29	0.02	0.27	0.01	0.41	0.01	0.20	0.01	
PCB118	1.00	0.01	0.14	0.01	0.22	0.01	<0.1	-	
PCB138	1.82	0.06	0.34	0.03	0.53	0.03	0.21	0.03	
PCB153	1.93	0.08	0.39	0.04	0.57	0.04	0.24	0.04	
PCB156	0.30	0.01	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-	
PCB180	1.04	0.02	0.18	0.02	0.31	0.02	0.11	0.02	
Triazines									
Desisopropyl-A	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-	
Desethyl-A	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-	
Atrazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-	
Simazin	<10	-	<10	-	<10	-	<10	-	

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijking ijklijn (twee maal verdunde monster)

(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijnpunt

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoorpiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)f + DB(ab)A + I(123cd)P).

BIJLAGE 2. ANALYSERESULTATEN (vervolg)

Gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen, lindaan en polychloorbifenylen en triazines (in µg/kg droge stof) in grondmonsters bodemkwaliteitskartering.

componenten	930105 LBG-monstercode 9310041 omschrijving Bouwland op Zand (HC1)		930109 9310061 Gras op Leem (NA1)		930113 9310033 Bouwland op Zand (GB1)	
	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.	µg/kg d.s.	st.dev.
PAK's						
Fluoreen	<2.9	-	5.5	1.1	3.2	1.1
Phenanthreen	17.8	1.3	57.7	1.4	41.1	1.3
Anthraceen	2.0	0.4	7.2	0.4	7.9	0.4
Fluorantheen	36	4	122	5	79	4
Pyreen	26	4	82	4	56	4
Benzo(a)anthraceen	14.7	0.8	56.1	0.8	36.0	0.8
Chryseen	20.0	1.2	66.7	1.2	38.8	1.2
Benzo(k)fluorantheen	25	2	78	3	43	2
Benzo(b)fluorantheen	7.6	1.2	31.1	1.2	16.0	1.2
Benzo(a)pyreen	12.7	2.2	54	2	29.2	2.2
Dibenzo(ah)anthraceen	<9	-	11	3	<9	-
Benzo(ghi)perylene	21	3	72	3	34	3
Indeno(123cd)pyreen	15	4	60	4	29	4
Lindaan/PCB's						
Lindaan	1.69	0.14	0.81	0.07	0.61	0.07
PCB28	<0.1	-	0.19	0.01	0.13	0.01
PCB52	<0.1	-	0.14	0.01	0.11	0.01
PCB74	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB101	0.19	0.01	0.32	0.01	0.26	0.01
PCB118	<0.1	-	0.18	0.01	0.11	0.01
PCB138	0.26	0.03	0.48	0.03	0.28	0.03
PCB153	0.29	0.04	0.52	0.04	0.30	0.04
PCB156	<0.1	-	<0.1	-	<0.1	-
PCB180	0.14	0.02	0.29	0.02	0.13	0.02
Triazines						
Desisopropyl-A	<10	-	<10	-	<10	-
Desethyl-A	<10	-	<10	-	<10	-
Atrazin	12.00	-	<10	-	<10	-
Simazin	<10	-	<10	-	<10	-

(1) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range)

(2) = bepaald via procedure ijklijn 1 (lage concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(3) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range; twee maal verdunde monster)

(4) = bepaald via procedure ijklijn 2 (hoge concentratie-range) via extrapolatie m.b.v. vergelijkings ijklijn (twee maal verdunde monster)

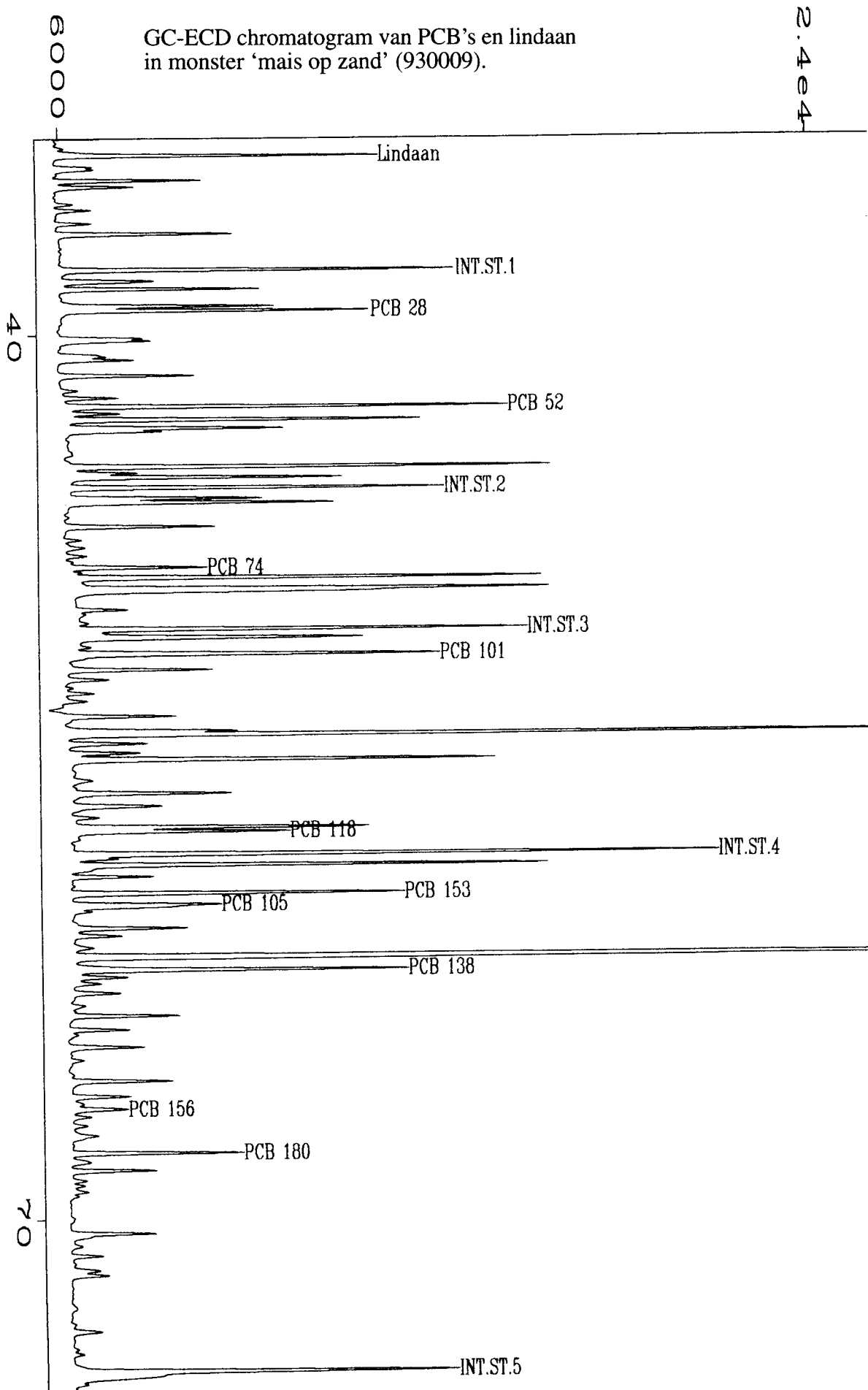
(5) = bepaald via procedure ijklijn, verkregen door extrapolatie tot maximaal 60% van het hoogste ijklijnpunt

(6) = bevestigd met GC-MS

s = stoorpiek aanwezig (retentie storing > retentie antraceen en < retentie benzo(b)f + DB(ah)A + I(123cd)P).

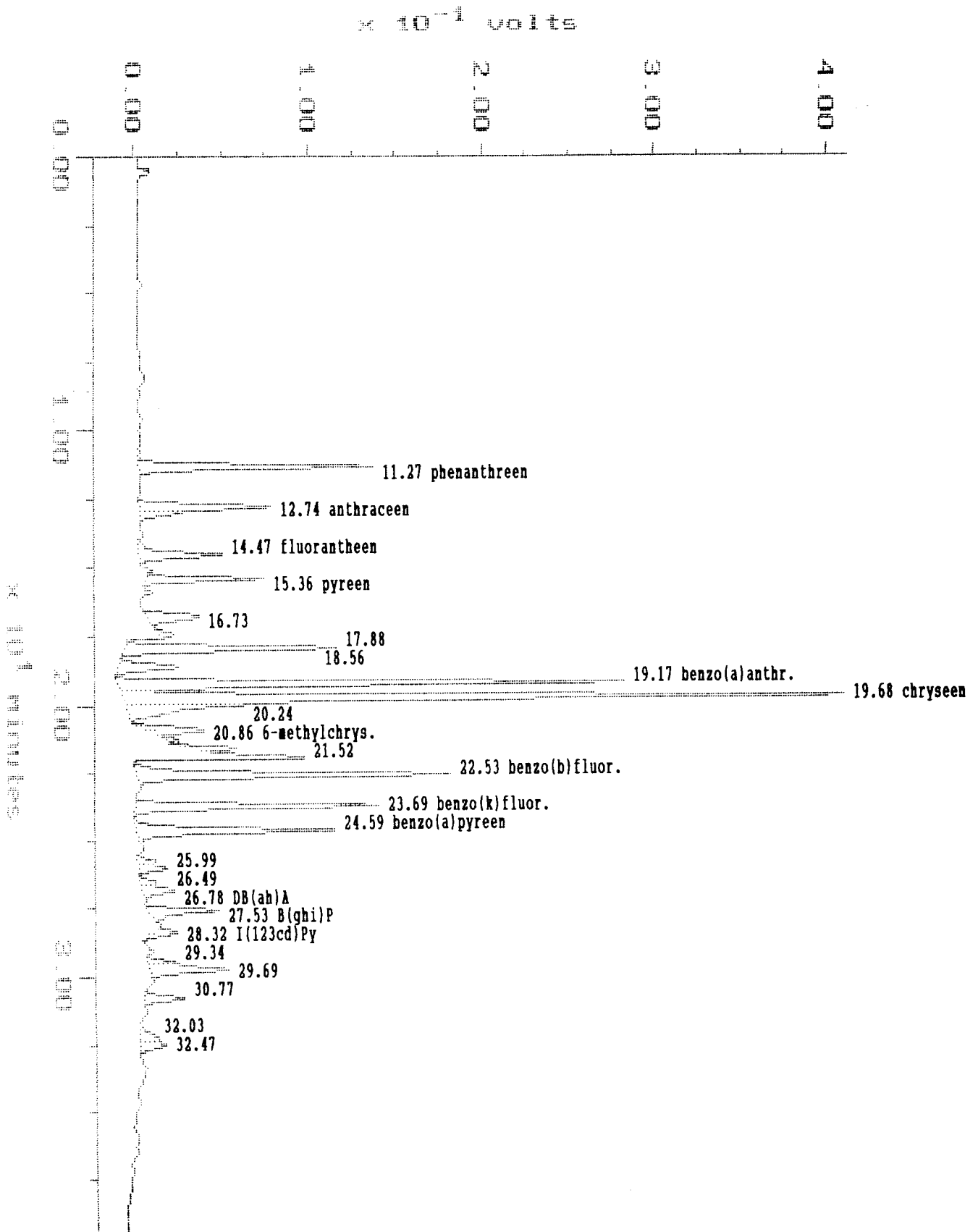
BIJLAGE 3. CHROMATOGRAMMEN

GC-ECD chromatogram van PCB's en lindaan  
in monster 'mais op zand' (930009).



BIJLAGE 3. CHROMATOGRAMMEM

HPLC chromatogram van PAK's in monster 'rivierklei'.





#### BIJLAGE 4. STREEFWAARDEN voor PAK's, PCB's en lindaan

De streefwaarden voor bodemkwaliteit worden in de notitie Milieukwaliteitsdoelstellingen bodem en water, MILBOWA [1] afgegeven op basis van gegevens met betrekking tot ecotoxicologische risico's en achtergrondniveaus. Naast de ecologische functie worden ook andere belangrijke en kwetsbare functies, zoals de drinkwater- en landbouwfunctie, bij de vastgestelde streefwaarde beschermd.

In onderstaande tabel zijn de streefwaarden voor de diverse componenten met een correctie voor het organisch stofgehalte van de grond opgenomen.

Streefwaarden voor PAK's, PCB's en lindaan [1].

component	streefwaarde ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
anthraceen	5.0 * H
fenanthreen	4.5 * H
fluorantheen	1.5 * H
benzo(a)anthraceen	2.0 * H
chryseen	2.0 * H
benzo(k)fluorantheen	2.5 * H
benzo(b)pyreen	2.5 * H
benzo(ghi)peryleen	2.0 * H
indeno(123cd)pyreen	2.5 * H
PCB 28 en 52	0.1 * H
PCB 101, 118, 138, 153, en 180	0.4 * H
lindaan	0.005 * H

H = gewichtspercentage organisch stof van de grond.