

ORGANOCHLOORPESTICIDEN IN BAGGER- EN RUIMINGSSPECIE

ONTWERP

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure bezit de status 'ontwerp' en moet nog in een proefronde uitgetest worden. De enige referentiemethode voor de bepaling van organochloorpesticiden in waterbodan en bagger- en ruimingsspecie is de procedure CMA/3/I.

In deze procedure wordt een methode beschreven voor de extractie, zuivering en analyse van een aantal organochloorpesticiden (OCP's) in bagger- en ruimingsspecie. De methode is eveneens toepasbaar op waterbodan. De lijst van verbindingen is hieronder weergegeven:

alfa-HCH (hexachloorcyclohexaan)	alfa-chloordaan
beta-HCH	gamma-chloordaan
gamma-HCH (lindaan)	o,p'-DDD
delta-HCH	p,p'-DDD
dieldrin	o,p'-DDE
telodrin	p,p'-DDE
alfa-endosulfan	o,p'-DDT
beta-endosulfan	p,p'-DDT
endosulfansulfaat	heptachloorepoxide B

De bepalingsgrenzen van de methode variëren tussen 2 µg/kg ds en 85 µg/kg ds per OCP.

2 PRINCIPE

2.1 Staalvoorbereiding

De staalopwerking wordt uitgevoerd door middel van QUECHERS. Aan ongeveer 10 gram nat staal wordt interne standaard toegevoegd (13C-p,p'-DDE). Het staal wordt vervolgens geëxtraheerd door te soniceren met acetonitrile. Na centrifugatie wordt de bovenstaande fase geschud met zouten (watervrij magnesiumsulfaat, natriumchloride en citraatbuffer). De bovenstaande fase wordt vervolgens opgezuiverd met een combinatie van adsorbentia : 'octadecyl' (C18), 'primary/secondary amine exchange material' (PSA) en 'graphitized carbon black' (GCB). Het extract wordt ingedampt en geanalyseerd. Indien nodig wordt elementaire zwavel verwijderd dmv fractionering met gelpermeatiechromatografie (GPC).

2.2 Analyse

Aan het ingedampte extract wordt een recovery standaard toegevoegd. De extracten worden geanalyseerd met een gaschromatograaf uitgerust met een massaspectrometrische detector (GC/MS). De detectie gebeurt in SIM of full scan modus. De identificatie gebeurt aan de hand van de retentietijd en van het massaspectrum (of de relatieve intensiteiten van de karakteristieke ionen in geval van SIM). De kwantificering gebeurt door integratie van de piekoppervlakken behorend bij de chromatogrammen van de karakteristieke ionen. Er wordt gebruik gemaakt van de interne standaard methode.

Voor de analyse van de extracten mag ook GC-ECD aangewend worden; voor de juiste werkwijze van meting, kalibratie, kwantificatie en kwaliteitscontrole wordt verwezen naar NEN 5734 (bodan).

3 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 3.1 analytische balans met een afleesnauwkeurigheid van 0,1 mg
- 3.2 bovenweiger met een afleesnauwkeurigheid van 0,01 g
- 3.3 injectiespuiten van 50-250 µl voor het doperen met resp. interne standaard en recoverystandaard
- 3.4 eenheid voor indampen onder stikstofstroom met regelbaar debiet
- 3.5 maatcilinder (100 ml)
- 3.6 QUECHERS-kit, bestaande uit een zoutrecipiënt met watervrij magnesiumsulfaat en natriumacetaat (bv. Restek Q-Sep Q150) en een adsorbensrecipiënt met een combinatie van magnesiumsulfaat, C18, PSA en GCB (bv. Restek Q-Sep Q352)
- 3.7 facultatief (voor ontzweveling) : een GPC-opstelling voorzien van een fractiecollector. Voor de fractionering wordt bv een Waters Envirogelkolom gebruikt (bestaande uit een prekolommetje, een kolom van 19x150mm en kolom van 19x300mm, in serie aan elkaar gekoppeld). Het injectievolume bedraagt 2 ml. Als eluens wordt dichloormethaan gebruikt met een debiet van 4 ml/min. Het elutievenster van de OCP-fractie dient vooraf bepaald te worden (typisch 16 tot 24 minuten).
- 3.8 GC-MS bestaande uit een capillaire gaschromatograaf, een autosampler, een lage resolutie massaspectrometer van het quadrupool-type en een PC met sturings- en dataverwerkings-programmatuur. De GC is eventueel uitgerust met een PTV (programmed temperature vaporiser) of on-column groot-volume injector.
- 3.9 fused silica GC-kolom met apolaire stationaire fase, bv. DB-XLB, 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm

4 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

- 4.1 acetonitrile, dichloormethaan : voor residu-analyse
- 4.2 natriumsulfaat (Na₂SO₄): poeder, watervrij. Na₂SO₄ wordt in de droogoven bewaard bij 130°C
- 4.3 hoofdstandaardoplossingen van organochloorpesticiden:
 - van elke bovenstaande chloorpesticide wordt een afzonderlijke hoofdstandaard van 100 µg/g in hexaan of een ander alkaan gemaakt. Deze wordt bereid uit zuiver standaard-materiaal.
- 4.4 hoofdstandaardoplossing van 13C-p,p'-DDE (interne standaard):
 - deze standaardoplossing wordt bereid uitgaande van zuiver standaard materiaal. De oplossing bevat 100 µg/g 13C-p,p'-DDE in hexaan of een ander alkaan
- 4.5 hoofdstandaardoplossing van dibromobifenyl (recoverystandaard):
 - deze standaardoplossing wordt bereid uitgaande van zuiver standaard materiaal. De oplossing bevat 100 µg/g 4,4'-dibromobifenyl in hexaan of een ander alkaan
- 4.6 doperingsstandaardoplossing van 13C-p,p'-DDE (interne standaard):
 - uitgaande van de bovenstaande hoofdstandaardoplossingen van 13C-p,p'-DDE wordt een verdunning van ongeveer 20 µg/g in hexaan of een ander alkaan gemaakt
- 4.7 operingsstandaardoplossing van dibromobifenyl (recoverystandaard):
 - uitgaande van de bovenstaande hoofdstandaardoplossingen van dibromobifenyl wordt een verdunning van ongeveer 20 µg/g in hexaan of een ander alkaan gemaakt
- 4.8 kalibratiestandaard werkoplossing van OCP's:
 - uitgaande van de bovenstaande hoofdstandaardoplossingen van natieve en 13C-gemerkte verbindingen en van de recoverystandaard wordt een verdunning in dichloormethaan of hexaan of een ander alkaan gemaakt die elke verbinding in een concentratie van ongeveer 1 µg/g bevat
- 4.9 standaard werkoplossingen voor lineariteitscontrole:
 - uitgaande van de bovenstaande hoofdstandaardoplossingen van natieve en 13C-gemerkte verbindingen wordt een verdunningsreeks gemaakt, waarbij de concentratie van elke natieve component varieert en de concentratie van de interne standaard constant gehouden wordt op ongeveer 1 µg/g

Opmerking : de aanmaak van standaarden kan ook gebeuren aan de hand van aangekochte mengstandaarden

5 MONSTERBEWARING

Bagger- en ruimingsspecie wordt bij voorkeur bewaard in glazen flessen bij een temperatuur lager dan 7 °C. Deeltjes (hout, keien, ...) met een diameter groter dan 5 mm worden voorafgaandelijk verwijderd. Eventueel bovenstaand water wordt afgescheiden en de analyse wordt enkel uitgevoerd op de "vaste" fractie.

Gezien het persistente karakter van de bovenstaande OCP's zijn geen specifieke bewaarmaatregelen te nemen. De analyse wordt bij voorkeur binnen de 30 dagen uitgevoerd.

6 ANALYSEPROCEDURE

6.1 Extractie en zuivering

Het monster wordt gehomogeniseerd door omroeren. Eventueel bovenstaand water wordt gedecanteerd. De extractie en zuivering gebeuren aan de hand van QUECHERS :

- weeg ongeveer 10 gram nat staal in een centrifugatiebuisje en dopeer met interne standaard (13C-p,p'-DDE)
- voeg 20 gram acetonitrile toe en sluit het recipiënt af
- soniceer gedurende 2 uur, het centrifugatiebuisje wordt af en toe opgeschud
- centrifugeer (3000 T/min, 5 min)
- breng de bovenstaande fase over in het QUECHERS-buisje met magnesiumsulfaat en natriumacetaat (bv Q-Sep Q150)
- schud krachtig gedurende 1 minuut
- centrifugeer (3000 T/min, 5 min)
- breng de bovenstaande fase over naar het busje met adsorbentia (bv Q-Sep Q352)
- schud krachtig gedurende 1 minuut
- centrifugeer (3000 T/min, 5 min)
- neem zoveel mogelijk af van de bovenstaande fase, damp in tot bijna droog en voeg 10 ml dichloormethaan toe
- droog het dichloormethaanextract over een busje met natriumsulfaat
- damp in tot 1 ml

Opmerking : in geval van ontzwaveling met GPC :

- damp in tot 2.2 ml en injecteer 2 ml op de GPC
- vang de OCP-fractie op en damp in tot 1 ml

6.2 Analyse

6.2.1 Meting

Van de preparaten en van de standaard-werkoplossing voor GC-MS kalibratie wordt 1 µl splitless of on-column in de gaschromatograaf geïnjecteerd. Alternatief kan groot-volume injectie met een PTV-injector of een on-column injector met solvent vapour exit toegepast worden.

De chromatografische scheiding van de componenten wordt normaal uitgevoerd op een apolaire capillaire kolom met chemisch gebonden fase.

De detectie van de componenten gebeurt met een lage resolutie massaspectrometer. De opname van het chromatogram gebeurt in SIM of in Scan modus. Typische PTV-GC-MS instellingen (Scan) zijn gegeven in bijlage 1. De ionen voor kwantificering en confirmatie alsook de retentietijden bekomen met de typische instellingen zijn weergegeven in bijlage 2.

6.2.2 Identificatie

De aanwezigheid van native OCP's in de monsters wordt bevestigd op basis van de onderstaande gegevens en criteria:

- de retentietijd van de piek in de ionenchromatogrammen van het staal ligt binnen een tolerantie van 0.08 min, in vergelijking met de retentietijd van het pesticide in de ionenchromatogrammen van de kalibratieoplossing
- Full scan : het volledige massaspectrum van de piek (gecorrigeerd voor de achtergrond) komt overeen met het massaspectrum van het pesticide bekomen in de kalibratieoplossing. Alle diagnostische ionen die in het referentiespectrum van de kalibratieoplossing gemeten worden (molecuulion, karakteristieke adducten van het molecuulion, karakteristieke fragmentionen en isotoopionen) en die een relatieve intensiteit van meer dan 10% hebben, moeten aanwezig zijn. Er moeten tenminste 4 ionen aanwezig zijn met een relatieve intensiteit van meer dan 10% van de hoofdpijk. Het molecuulion moet worden meegenomen wanneer het in het referentiespectrum een relatieve intensiteit heeft van meer dan 10%. Er moeten tenminste 4 ionen binnen de maximaal toegestane marges voor relatieve ionenintensiteiten liggen (zie onderstaande tabel). Er mag gebruik gemaakt worden van computerondersteunde library searching. In dat geval moet de vergelijking tussen de massaspectrometrische gegevens van de analysemonsters en die van de kalibratieoplossing boven een bepaalde kritische matchfactor liggen (vast te leggen tijdens de validatie).
- SIM : typische ionen zijn weergegeven in bijlage 2; de signaal/ruis-verhouding van elk ion dient groter of gelijk te zijn aan 3.
- SIM en Full scan : de relatieve intensiteiten van de gedetecteerde ionen, uitgedrukt als percentage van het ion met de hoogste intensiteit, moeten overeenkomen met de intensiteiten van de kalibratieoplossing, binnen onderstaande marges :

Relatieve intensiteit (% vd hoofdpijk)	Max. toelaatbare marge (relatief)
> 50%	+/-10%
>20% tot 50%	+/-15%
>10% tot 20%	+/-20%
<10%	+/-50%

De identificatie van de interne standaard is eveneens gebaseerd op bovenstaande criteria. De geïdentificeerde pieken worden geïntegreerd met de software van het apparaat en manueel geverifieerd.

6.2.3 Kalibratie

De kwantitatieve bepaling van de verschillende OCP's gebeurt volgens de interne standaard methode. Hierbij wordt elke component gekwantificeerd t.o.v. 13C-p,p'-DDE, die bij het begin van de extractie aan het monster werd toegevoegd.

De kalibratie kan op 2 manieren gebeuren : aan de hand van een kalibratierechte of aan de hand van de gemiddelde relatieve responsfactor (RRF).

Kalibratierechte

Aan het begin van de analysereeks worden minimaal 4 kalibratieoplossingen geanalyseerd met concentraties verspreid over het lineair gebied. Op de X-as en de Y-as worden de verhoudingen uitgezet van resp. de concentraties en de piekoppervlakten van de pesticiden en de interne standaard. Vervolgens wordt dmv lineaire regressie de vergelijking van de kalibratierechte berekend. De correlatiecoëfficiënt dient groter te zijn dan 0.995 en de afwijking van elk punt tot de rechte mag niet meer dan 15% bedragen (25% voor het laagste punt indien de concentratie in de buurt van de bepalingsgrens ligt). Om een welbepaald aantal preparaten (max. 10) wordt een kalibratieoplossing geïnjecteerd om de geldigheid van de kalibratierechte te controleren; deze standaard mag maximaal 15% afwijken van de rechte.

Gemiddelde RRF

De relatieve responsfactor (RRF) wordt bepaald met één kalibratieoplossing. Deze werkwijze kan gevolgd worden indien de RRFen binnen bepaalde grenzen constant zijn over het meetgebied. Hierbij wordt minstens aan het begin en op het einde van elke analysereeks, en verder om een welbepaald aantal preparaten (max. 10) een kalibratieoplossing geïnjecteerd. De concentraties van de pesticiden in deze kalibratieoplossing liggen ongeveer in het midden van het lineair gebied of zijn representatief voor de verwachte monsterconcentraties. De RRFen voor elke te bepalen component worden vervolgens bepaald uit de verhouding van de oppervlakten en concentraties van de native componenten en de interne standaard :

$$RRF_i = \frac{A_i \cdot C_{IS}}{A_{IS} \cdot C_i}$$

met

RRFi = relatieve responsfactor van het pesticide

Ai = piekoppervlakte van het pesticide bij injectie van de kalibratieoplossing

Ci = concentratie (in ng/µl) van het pesticide in de kalibratieoplossing

C_{IS} = concentratie (in ng/µl) van de interne standaard in de kalibratieoplossing

A_{IS} = piekoppervlakte van de interne standaard in de kalibratieoplossing

De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 kalibratieoplossingen waartussen het staal geïnjecteerd werd. De RRFen van de 2 kalibratieoplossingen mogen niet meer dan 10 % van dat gemiddelde afwijken.

6.2.4 KwantificeringMet de kalibratierechte

De vergelijking van de kalibratierechte kan voorgesteld worden door $Y = a \cdot X + b$. De concentratie van een pesticide in het staal wordt dan berekend als volgt :

$$C = \left[\frac{\left(\frac{A}{A_{IS}} \right) - b}{a} \right] \times \frac{g_{IS}}{G} \times \frac{100}{DS}$$

C = concentratie van het pesticide in het monster (µg/kg ds)

A = piekoppervlakte van het pesticide in het monster

A_{IS} = piekoppervlakte van de interne standaard in het monster

g_{IS} = hoeveelheid interne standaard toegevoegd aan het monster (ng)

G = gewicht monsterinname waaraan de inwendige standaard toegevoegd werd (g)

DS = gehalte droge stof van het monster (%)

Met de gemiddelde RRF

Gebruik makend van de geïntegreerde piekoppervlakten van de pesticiden en de overeenkomstige interne standaarden in het chromatogram van het monsterpreparaat en rekening houdend met de staalinname kan de concentratie van elk pesticide in het monster berekend worden. Onderstaande formule geeft de berekening weer :

$$C_i = \frac{A_i \cdot g_{IS}}{A_{IS} \cdot \langle RRF_i \rangle \cdot G} \times \frac{100}{DS}$$

met

C_i = concentratie van het pesticide in het monster (µg/kg ds)

A_i = piekoppervlakte van het pesticide in het monster

- g_{IS} = hoeveelheid interne standaard toegevoegd aan het monster (ng)
 A_{IS} = piekoppervlakte van de interne standaard in het monster
 $\langle RRF_i \rangle$ = gemiddelde RRF van het pesticide
 G = gewicht monsterinname waaraan interne standaard werd toegevoegd (g)
 DS = gehalte droge stof van het monster (%)

Opmerking: bij overschrijding van de bovenste grens van het werkgebied dient voor de bepaling van de betrokken pesticideverbinding het extract verdund te worden met hexaan en opnieuw gemeten.

7 KWALITEITSPARAMETERS

7.1 Responslineariteit

Voor de werkwijze voor de bepaling van de lineariteit wordt verwezen naar de validatieprocedure van het CMA. Een controle van de lineariteit wordt uitgevoerd bij elke ernstige instrumentele ingreep. Indien niet aan lineariteit is voldaan mag overgeschakeld worden op een andere (bv. kwadratische) functie.

7.2 Gaschromatografische scheiding

De kolomkwaliteit wordt geverifieerd aan de hand van de scheiding van een kritisch paar in het chromatogram van de kalibratieoplossing. Het chromatografisch scheidingspercentage (gelijk aan hoogte vallei / hoogte laagste piek) dient kleiner te zijn dan een vooraf bepaalde limietwaarde (beide componenten dienen in ongeveer gelijke concentraties aanwezig te zijn in het kalibratiemengsel). Alternatief kan de kolomkwaliteit opgevolgd worden aan de hand van een voor een pesticidenpaar berekend scheidingsgetal.

7.3 Minimum detecteerbare hoeveelheid (MDH)

De MDH is een maat voor de gevoeligheid van het apparaat. Aan de hand van het chromatogram van de kalibratieoplossing wordt voor elke pesticideverbinding de kleinst meetbare hoeveelheid bepaald door:

$$MDH = 3 \times \frac{RH}{PH} \times g$$

met

- MDH = de minimum detecteerbare hoeveelheid (pg)
 RH = de "peak-to-peak" ruishoogte aan de voet van de chromatogrampiek van de OCP
 PH = de piekhoogte van de OCP
 g = hoeveelheid van de OCP geïnjecteerd op kolom (pg)

De instrumentele detectielimieten moeten van die aard zijn dat zonder problemen de gevraagde rapporteergrenzen kunnen gehaald worden.

7.4 Bepalingsgrenzen

In bijlage 3 zijn typische bepalingsgrenzen weergegeven voor de OCP in baggerspecie, bekomen met een staalinname van 10 g en gemeten met de toestelinstellingen in bijlage 1. De bepalingsgrens is hierbij gedefinieerd als de concentratie die overeenkomt met een chromatografische piek met een signaal/ruis-verhouding gelijk aan 6.

7.5 Procedureblanco

Bij elke analysereeks wordt tenminste één procedureblanco geanalyseerd. Hierbij wordt de volledige analyseprocedure gevolgd, met inname van blanco water als monster.

M.b.t. de blancobijdrage worden volgende regels gehanteerd:

- voor monsterwaarden groter dan 5 maal de rapporteergrens: de chromatogrammen dienen vrij te zijn van pieken in een concentratie groter dan 10%
- voor monsterwaarden kleiner dan 5 maal de rapporteergrens: de chromatogrammen dienen vrij te zijn van pieken in een concentratie groter dan de helft van de rapporteergrens.

7.6 Terugvinding van de interne standaard

De terugvinding van de interne standaarden wordt berekend aan de hand van de relatieve responsfactor (RRF) van de interne standaard t.o.v. de recoverystandaard. Deze RRF wordt berekend als volgt :

$$RRF_{is} = \frac{A_{is} \cdot C_{RS}}{A_{RS} \cdot C_{is}}$$

met

RRF_{is} = relatieve responsfactor van de interne standaard

A_{is} = piekoppervlakte van de interne standaard bij injectie van de kalibratieoplossing

C_{is} = concentratie (in ng/µl) van de interne standaard in de kalibratieoplossing

C_{RS} = concentratie (in ng/µl) van de overeenkomstige recoverystandaard in de kalibratieoplossing

A_{RS} = piekoppervlakte van de recoverystandaard bij injectie van de kalibratieoplossing

De terugvinding van de interne standaard wordt dan gegeven door :

$$R_{is} (\%) = \frac{A_{is} \cdot g_{RS}}{A_{RS} \cdot RRF_{is} \cdot g_{is}} \times 100$$

met

R_{is} = de terugvinding van de interne standaard in %

RRF_{is} = relatieve responsfactor van de interne standaard

A_{is} = de piekoppervlakte van de interne standaard in het staal

A_{RS} = de piekoppervlakte van de recoverystandaard in het staal

g_{RS} = hoeveelheid recoverystandaard toegevoegd aan het staalextract (ng)

g_{is} = hoeveelheid interne standaard toegevoegd aan het staal (ng)

Indien het monsterextract en de kalibratieoplossing theoretisch dezelfde concentratie aan interne standaard bevatten, kan een vereenvoudigde formule gebruikt worden :

$$R_{is} (\%) = \frac{A_{is} (monster)}{A_{RS} (monster)} \times \frac{A_{RS} (kalibratie)}{A_{is} (kalibratie)} \times 100$$

met

R_{is} = de terugvinding van de interne standaard in %

A_{is} = de piekoppervlakte van de interne standaard (resp. in het monster en in de kalibratieoplossing)

A_{RS} = de piekoppervlakte van de recoverystandaard (resp. in het monster en in de kalibratieoplossing)

De terugvinding dient gelegen te zijn tussen 70% en 130%.

7.7 Controlemonster

Om de terugvinding en de reproduceerbaarheid te controleren wordt op regelmatige basis een controlemonster geanalyseerd. Dit is bij voorkeur een gecertificeerd materiaal (indien beschikbaar), maar er mag ook gebruik gemaakt worden van een gedopeerd monster. De terugvindingen moeten gelegen zijn tussen 70% en 130%. Van minstens 3 pesticiden van verschillende families en verspreid over het ganse retentietijdsg gebied worden de gehalten opgetekend in controlekaarten. De opgetekende waarden moeten voldoen aan de voor controlekaarten geldende criteria.

8 RAPPORTERING

Vermeld in het analyseverslag het gehalte van de gedetecteerde verbindingen in mg/kg ds. Geef voor de niet gedetecteerde verbindingen de waargenomen aantoonbaarheids grenzen op ofwel monstertype afhankelijke rapporteergrenzen.

BIJLAGE 1 Voorbeeld van LV-GC/MS-instellingen voor de bepaling van OCP in baggerspecie**Autosampler instellingen**

- injection volume	10 µl
- injection speed	5 µl/s
- pre inject delay	300 ms
- post inject delay	300 ms

PTV-instellingen

- injection temperature	45 °C
- injection time	0.3 min
- injection pressure	10 kPa
- evaporation time	0.2 min
- evaporation pressure	10 kPa
- evaporation flow	50 ml/min
- transfer time	6 min
- transfer pressure	100 kPa
- transfer temperature	350 °C @ 5°C/s
- splitless time	3 min

GC/MS-instellingen

- oventemperatuursprogramma :

initial	40 °C (4 min)
rate 1	15 °C/min
level 1	160 °C (0 min)
rate 2	5 °C/min
level 2	320 °C (6 min)

- MS source temperature	200 °C
- mass range	m/z 60 – m/z 420
- scan rate	1000

BIJLAGE 2 Karakteristieke ionen en typische retentietijden van de OCP
(DB-XLB kolom, 30m x 0.25mm x 0.25 µm)

Component	Retentietijd min.	Kwantificeringsion m/z	Confirmatie-ion m/z
alfa-BHC	16,48	219	217
gamma-BHC	17,16	219	217
beta-BHC	17,84	219	217
delta-BHC	18,42	219	217
o,p'-DDE	21,12	246	248
p,p'-DDE	22,23	246	248
o,p'-DDD	22,49	235	237
o,p'-DDT	23,43	235	237
p,p'-DDD	23,86	235	237
p,p'-DDT	24,83	235	237
gamma-chloordaan	21,47	373	375
alfa-chloordaan	21,60	373	375
alfa-endosulfaan	21,67	339	341
beta-endosulfaan	24,02	339	341
endosulfansulfaat	25,34	272	274
dieldrin	22,44	79	263
heptachloorepoxide	20,54	353	355
telodrin	19,69	311	313
13C-p,p'-DDE (interne std)	22.20	258	260

BIJLAGE 3 Typische bepalingsgrenzen van de methode

Component	LOQ µg/kg ds
alfa-BHC	23
gamma-BHC	39
beta-BHC	35
delta-BHC	63
o,p'-DDE	7
p,p'-DDE	11
o,p'-DDD	7
o,p'-DDT	20
p,p'-DDD	9
p,p'-DDT	20
gamma-chloordaan	2
alfa-chloordaan	3
alfa-endosulfaan	28
beta-endosulfaan	85
endosulfansulfaat	83
dieldrin	28
heptachloorepoxide	4
telodrin	11