

# Polychlorodibenzo-p-dioxines en polychlorodibenzofuranen in bodem en waterbodem met GC-MS/MS

## INHOUD

<b>1</b>	<b>Doel en toepassingsgebied</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Principe</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Apparatuur en materiaal</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>Reagentia en oplossingen</b>	<b>4</b>
4.1	<i>Reagentia</i>	4
4.2	<i>Standaardoplossingen</i>	5
<b>5</b>	<b>Monsterconservering en -bewaring</b>	<b>6</b>
<b>6</b>	<b>Analyseprocedure</b>	<b>6</b>
6.1	<i>Chemische droging</i>	6
6.2	<i>Extractie</i>	6
6.3	<i>Gecombineerde silicazuivering en aluminafractionering</i>	6
6.4	<i>GPC-fractionering</i>	7
6.5	<i>Indampen van het eindextract</i>	7
6.6	<i>Meting</i>	7
6.6.1	GC-parameters	7
6.6.2	MS-parameters	7
6.6.3	kalibratie	7
6.6.4	identificatie	9
6.6.5	kwantificering	9
6.7	<i>Totaalgehalte, uitgedrukt als TEQ</i>	9
<b>7</b>	<b>Kwaliteitscontrole</b>	<b>10</b>
7.1	<i>Responlineariteit</i>	10
7.2	<i>Gaschromatografische scheiding</i>	10
<b>8</b>	<b>Rapportering</b>	<b>11</b>
	<b>BIJLAGE 1: Typische GC-MS/MS instellingen</b>	<b>12</b>
	<b>BIJLAGE 2: Typische GC-MS/MS transitie</b>	<b>13</b>

## 1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

~~Deze procedure is nieuw~~ Deze procedure vervangt procedure CMA/3/G van juli 2015 en beschrijft de bepaling van polychloordibenzo-p-dioxines en polychloordibenzofuranen (PCDDF) in bodem, waterbodem en bagger- en ruimingsspecie met gaschromatografie gekoppeld aan tandem massaspectrometrie (GC-MS/MS).

De analysemethode is gericht op de isomeerspecifieke bepaling van de 17 meest toxische congenen, nl. de tetra- t/m octagechloroerde dibenzo-p-dioxines en dibenzofuranen met chloorsubstitutie op tenminste de 2, 3, 7 en 8- positie (zie tabel 2). Aan de hand van de gehalten van deze congenen wordt het totale gehalte aan toxiciteitsequivalenten (TEQ) berekend, conform de in de Vlaamse regelgeving opgenomen benadering volgens WHO (2005).

*Opmerking :*

voor andere afvalstoffen dan bagger- en ruimingsspecie wordt verwezen naar procedure CMA/3/F.

De volgende afkortingen worden in deze procedure gebruikt:

PCDD	polychloordibenzo-p-dioxine
PCDF	polychloordibenzofuraan
PCDDF	polychloordibenzodioxes en -furanen
T4CDD	tetrachloordibenzo-p-dioxine
P5CDD	pentachloordibenzo-p-dioxine
H6CDD	hexachloordibenzo-p-dioxine
H7CDD	heptachloordibenzo-p-dioxine
O8CDD	octachloordibenzo-p-dioxine
T4CDF	tetrachloordibenzofuraan
P5CDF	pentachloordibenzofuraan
H6CDF	hexachloordibenzofuraan
H7CDF	heptachloordibenzofuraan
O8CDF	octachloordibenzofuraan
TEQ	toxiciteitsequivalenten in relatie tot 2,3,7,8-T4CDD
13C-PCDD	koolstof-13 gemerkte PCDD

## 2 PRINCIPE

De staalopwerking omvat de volgende stappen :

- chemische droging van het bodemstaal met natriumsulfaat
- soxhletextractie met tolueen
- opzuivering over een zure/basische silicakolom
- fractionering over een aluminakolom

De extracten worden geanalyseerd met GC-MS/MS in SRM mode. Hierbij worden specifieke transitie van moederion naar dochterion geregistreerd.

Identificatie en kwantificering van de PCDDF-congenen gebeurt m.b.v. de overeenkomstige 13C-gemerkte congenen, welke bij het begin van de extractie aan het staal worden toegevoegd (interne standaard methode).

Door toevoegen van recoverystandaarden (13C-1,2,3,4-T4CDD en 13C-1,2,3,7,8,9-H6CDD) aan de extracten vóór de instrumentele meting kunnen terugvindingen van de interne standaarden berekend worden.

### 3 APPARATUUR EN MATERIAAL

- Analytische balans met een afleesnauwkeurigheid van 0.1 mg
- Bovenweger met een afleesnauwkeurigheid van 0.01 g
- Glazen wegwerppipetten
- Injectiespuiten
- Soxhlet-apparaat (extractiehuls / rondbodemkolf )
- Extractiehulzen (cellulose )
- Kooksteentjes, voorgeëxtraheerd met dichloormethaan in een soxhletapparaat gedurende minstens 1 uur
- Elektrische verwarmingsmantel met temperatuursregeling
- Eenheid voor indampen onder stikstofstroom met regelbaar debiet
- Glazen chromatografische kolommen met gefritteerde basis
- Glazen monsternameflesjes
- Glazen meetflesje met insert voor autosampler
- GC-MS/MS bestaande uit een capillaire gaschromatograaf met autosampler, een tandem-massaspectrometer, een PC met sturings- en dataverwerkingsprogramma's
- DB-XLB (30 m x 0.25 mm x 0.25 µm) of gelijkwaardig. Dit kolomtype heeft als voordeel dat de analyseduur wordt beperkt, maar sommige componenten kunnen wel geïnterfereerd worden. Bij twijfel over de analyseresultaten of bij overschrijding van de normwaarden kan beslist worden de analyse te hernemen op een DB-Dioxin kolom 60 m x 0.25 mm x 0.25 µm of gelijkwaardig. De analyseduur is op dit type kolom aanzienlijk langer, maar biedt meer garantie tegen interferenties.
- Gebruikelijk laboratoriumglaswerk

### 4 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

#### 4.1 REAGENTIA

- dichloormethaan, aceton, toluen, n-hexaan, nonaan : residu-kwaliteit of gelijkwaardig
- ultrapuur water
- natriumsulfaat : granulair en watervrij (Merck p.a. of gelijkwaardig); dient na opening bewaard te worden bij 130 °C in een droogoven
- silica: Merck 'Kieselgel 100' 70-230 mesh of gelijkwaardig; dient na opening geactiveerd te worden gedurende minstens 16 u op 130°C en wordt vervolgens bewaard bij 130 °C
- zwavelzuur : 95-97%
- natriumhydroxide : p.a. of gelijkwaardig
- zoutzuur 37% : p.a. of gelijkwaardig
- zure silica (silica/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 44%) : giet 28 g geactiveerde silica en 22 g zwavelzuur in een erlenmeyer, sluit de erlenmeyer luchtdicht af en schud het geheel tot alle agglomeraten verdwenen zijn; pas zonodig de hoeveelheden evenredig aan; kan max. 1 week bewaard worden

- basische silica (silica/NaOH 33% 1N) : voeg aan 33.5 g geactiveerde silica 16.5 g 1N NaOH oplossing toe, sluit de erlenmeyer luchtdicht af en schud het geheel tot alle agglomeraten verdwenen zijn; pas zonodig de hoeveelheden evenredig aan; kan max. 1 week bewaard worden
- alumina : basisch (B), activiteit Super I (ICN) De alumina wordt niet voorbehandeld, en wordt bewaard in de goed gesloten container (max. 500 g)

#### 4.2 STANDAARDOPLOSSINGEN

- Stockoplossingen:
  - Interne standaarden : als stockoplossingen worden bv. BCR CRM 614-S7 en -S6 gehanteerd (of gelijkwaardig); deze bevatten 13C-2,3,7,8-T4CDD, 13C-1,2,3,7,8-P5CDD, 13C-1,2,3,4,7,8-H6CDD, 13C-1,2,3,6,7,8-H6CDD, 13C-2,3,7,8-T4CDF, 13C-2,3,4,7,8-P5CDF, 13C-1,2,3,7,8-P5CDF, 13C-1,2,3,4,7,8-H6CDF, 13C-1,2,3,6,7,8-H6CDF, 13C-2,3,4,6,7,8-H6CDF, 13C-1,2,3,7,8,9-H6CDF (elk 100 pg/μl) en 13C-1,2,3,4,6,7,8-H7CDD, 13C-O8CDD, 13C-1,2,3,4,6,7,8-H7CDF, 13C-1,2,3,4,7,8,9-H7CDF en 13C-O8CDF (elk 200 pg/μl) in n-nonaan
  - recoverystandaarden : als stockoplossing wordt bv. BCR CRM 614-S8 gehanteerd (of gelijkwaardig); deze bevat 13C-1,2,3,7,8,9-H6CDD en 13C-1,2,3,4-T4CDD (elk 400 pg/μl) in n-nonaan
  - De bovenstaande stockoplossingen zijn 5 jaar houdbaar indien in een goed gesloten maatkolf in de koelkast bewaard.
- Werkoplossingen:
  - Interne standaard (bevat 16 13C-congeneren): uit de stockoplossing van de interne standaarden een verdunning bereid van ca. 2 tot 4 pg/μl in n-nonaan; deze wordt als interne standaard-werkoplossing gebruikt.
  - Recoverystandaard: uit de moederoplossing wordt gravimetrisch een verdunning bereid van ca. 16 tot 20 pg/μl in n-nonaan
  - kalibratieoplossingen: als werkoplossingen voor de kalibratie (en voor controle van de lineariteit) kunnen de BCR CRM 614-S0 t/m S5 (of gelijkwaardig) gebruikt worden; deze oplossingen bevatten alle van toepassing zijnde natieve en 13C-gemerkte PCDDF congenen in concentraties zoals weergegeven in tabel 1.
  - De bovenstaande werkoplossingen zijn 2 jaar houdbaar, indien in een goed gesloten maatkolf in de koelkast bewaard. De oplossingen BCR CRM 614-S0 t/m S5 zijn 5 jaar houdbaar zijn.

Congeneren	S0	S1	S2	S3	S4	S5
tetra	0.1	0.2	0.8	4	20	80
penta, hexa	0.5	1	4	20	100	400
hepta, octa	1	2	8	40	200	800
<sup>13</sup> C-tetra, -penta, -hexa	10	10	10	10	10	10
<sup>13</sup> C-hepta, -octa	20	20	20	20	20	20

Tabel 1: Concentraties (in pg/μl) van de kalibratieoplossingen

## 5 MONSTERCONSERVERING EN -BEWARING

Voor monsterconservering en –bewaring wordt verwezen naar de voorschriften die gelden voor PCBs zoals beschreven in CMA/1/B.

Voor de monstervoorbehandeling wordt verwezen naar CMA/5/B.

## 6 ANALYSEPROCEDURE

Opmerking : alle glaswerk en andere materialen die kunnen verhit worden tot 450°C dienen voor gebruik uitgebakken te worden op 450°C en vlak voor het eigenlijke gebruik voorgespoeld te worden met dichloromethaan teneinde de contaminatie van PCDDF tot een minimum te beperken.

### 6.1 CHEMISCHE DROGING

Ongeveer 20 g staal wordt in een mortier grondig vermengd met natriumsulfaat (watervrij) tot een droog poeder bekomen wordt.

### 6.2 EXTRACTIE

Vóór het opstarten van de warme extractie wordt de soxhletopstelling (inclusief extractiehuls) gedurende minimum 1 uur gespoeld met dichloromethaan. De extractiehuls wordt daarna gedroogd aan de lucht of in een droogoven op 40°C.

Een deel van de chemisch gedroogde bodem, overeenkomend met ongeveer 10 g ds, wordt overgebracht in een extractiehuls en gedopeerd met 200 µl van de interne standaard werkoplossing. De huls wordt afgedicht met een in dichloromethaan voorgeëxtraheerde glaswolprop.

De soxhletextractie wordt uitgevoerd met toluen gedurende 16 uur. De extracten in de bolkolven worden onder stikstofstroom ingedampt of de koeler van de soxhletopstelling wordt vervangen door een destillatie-opstelling om zoveel mogelijk toluen af te destilleren. Het restextract wordt onder stikstofstroom ingedampt naar ca. 1 ml met solventwissel naar n-hexaan.

### 6.3 GECOMBINEERDE SILICAZUIVERING EN ALUMINAFRACTIONERING

Een glazen chromatografiekolom met frit wordt achtereenvolgens gevuld met ongeveer 4 g silica/NaOH 33% 1N, 20 g silica/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 44% en ca. 1 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Een tweede glazen chromatografiekolom met frit wordt achtereenvolgens gevuld met 2.5 g basisch Alumina (Super I-activiteit) en ca. 0.5 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, en onder de eerste kolom geplaatst.

Het ingedampte extract wordt in kleine fracties op de eerste kolom (zuurkolom) gebracht. De rondbodemkolf wordt meermaals nagespoeld met deelfracties van in totaal 90 ml n-hexaan, die telkens op de kolom worden gebracht. Het volledige eluaat doorloopt de 2 kolommen. De eerste kolom wordt vervolgens verwijderd en de tweede kolom wordt gespoeld met 10 ml n-hexaan, gevolgd door 20 ml van een 98/2 mengsel n-hexaan/dichloormethaan.

Vervolgens worden de PCDDF van de aluminakolom geëluëerd met 30 ml van een 50/50 mengsel van n-hexaan en DCM. Het eluaat wordt ingedampt onder stikstofstroom tot 2.2 ml met solventwissel naar dichloromethaan.

## 6.4 GPC-FRACTIONERING

Met GPC-fractionering worden zwaarmoleculaire interferenties en zwavel verwijderd. Voor de werkwijze wordt verwezen naar CMA/3/Z.

## 6.5 INDAMPEN VAN HET EINDETRACT

Het extract na GPC-zuivering wordt ingedampt onder stikstofstroom (met regelmatig spoelen van de wanden met dichloormethaan) tot 1 à 2 ml. Het concentraat wordt vervolgens overgebracht naar een meetvial, waarin vooraf als 'keeper' ongeveer 30 µl nonaan werd gebracht.

Het preparaat wordt in de meetvial verder ingedampt tot ongeveer 30 µl en 20 µl van de recoverystandaard werkoplossing wordt toegevoegd. Het eindextractvolume bedraagt dus 50 µl.

## 6.6 METING

### 6.6.1 GC-PARAMETERS

De scheiding van de congenere wordt uitgevoerd met een GC, uitgerust met een DB-5ms capillaire kolom. Zonodig (in geval van interferenties) wordt de scheiding uitgevoerd op een DB-Dioxin kolom. Van de preparaten wordt 5 µl geïnjecteerd op de GC-kolom met behulp van de autoinjector.

### 6.6.2 MS-PARAMETERS

De detectie van de componenten gebeurt met een tandem massaspectrometer (MS/MS). De opname van het chromatogram gebeurt in SRM modus. Typische GC-MS/MS werkvoorwaarden zijn weergegeven in bijlage 1. De moeder- en dochterionen van de typische transitie zijn weergegeven in bijlage 2. De optimale transitie zijn o.a. afhankelijk van het gebruikte toestel.

Om de meest geschikte transitie te vinden wordt meestal onderstaande werkwijze toegepast :

- opname in SCAN om geschikte moederionen te bepalen
- PRODUCT ION SCAN om geschikte dochterionen te bepalen
- optimalisatie van de COLLISION ENERGY

### 6.6.3 KALIBRATIE

De kwantitatieve bepaling van de verschillende componenten gebeurt volgens de zgn. interne standaard-methode. Hierbij wordt elke verbinding gekwantificeerd t.o.v. een bepaalde isotoop-gemerkte verbinding die bij het begin van de extractie aan het monster werd toegevoegd.

De kalibratie kan op verschillende manieren gebeuren:

- aan de hand van de relatieve responsfactor (RRF), bepaald met één kalibratie-oplossing. Deze werkwijze kan gevolgd worden indien de RRFen binnen bepaalde grenzen constant zijn over het meetgebied. De RRFen voor elke te bepalen component worden bepaald uit de verhouding van de oppervlakten en concentraties van de natieve componenten en de overeenkomstige interne standaarden :

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

met		
RRFi	=	relatieve responsfactor van natieve component i
Ai	=	piekoppervlakte van natieve component i bij injectie van de kalibratieoplossing
Ci	=	concentratie (in ng/μl) van de natieve component i in de kalibratie oplossing
CIS	=	concentratie (in ng/μl) van de overeenkomstige interne standaard in de kalibratieoplossing
AIS	=	piekoppervlakte van de overeenkomstige interne standaard bij injectie van 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.

- aan de hand van kalibratierechten. In dit geval worden aan het begin van de analysereeks minimaal 4 kalibratieoplossingen geanalyseerd met concentraties groter dan 0 en 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 natieve component en de overeenkomstige interne standaard. Vervolgens wordt dmv lineaire regressie de vergelijking van de kalibratierechte berekend.
- aan de hand van kwadratische curven. Indien bij de lineariteitstest gebleken is dat er geen lineair maar een kwadratisch verband is tussen concentratie en respons, dan kunnen kwadratische curven gebruikt worden voor de kalibratie. Daartoe worden aan het begin van de analysereeks minimaal 5 kalibratieoplossingen geanalyseerd met concentraties verspreid over het meetgebied. Op de X-as en de Y-as worden de verhoudingen uitgezet van resp. de concentraties en de piekoppervlakten van de natieve component en de overeenkomstige interne standaard. Vervolgens wordt dmv kwadratische curve fitting de vergelijking van de curve berekend.
- aan de hand van 'bracketing'. Daarbij wordt de kalibratiereeks geïnjecteerd bij het begin en bij het einde van de meetreeks. De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 injecties van de 2 punten waartussen het staal begrepen is.

*Opmerking:*

- voor de berekening van de terugvinding van de interne standaarden wordt doorgaans de RRF-methode toegepast, waarbij de RRF van een interne standaard bepaald wordt t.o.v. de overeenkomstige 'recovery'-standaard met onderstaande formule:

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

met		
RRFis	=	relatieve responsfactor van de interne standaard
Ais	=	piekoppervlakte van de interne standaard bij injectie van de



Cis	=	kalibratieoplossing concentratie (in ng/μl) van de interne standaard in de kalibratieoplossing
CRS	=	concentratie (in ng/μl) van de recoverystandaard in de kalibratieoplossing
ARS	=	piekoppervlakte van de recoverystandaard bij injectie van de kalibratieoplossing

#### 6.6.4 IDENTIFICATIE

~~De aanwezigheid van native PCDDF in de monsters wordt bevestigd op basis van de onderstaande gegevens en criteria:~~

- ~~• de registratie van een piek bij de karakteristieke transitie, met piekoppervlakte minstens gelijk aan de piekoppervlakte van de instrumentele bepalingsgrens~~
- ~~• de retentietijd in monster (RT') t.o.v. kalibratieoplossing (RT), waarbij een maximale afwijking van 5 sec, vermeerderd met de waargenomen verschuiving voor de overeenkomstige interne standaard, wordt gehanteerd  $[RT + \Delta RT(IS) - 5 \text{ sec} \leq RT' \leq RT + \Delta RT(IS) + 5 \text{ sec}]$~~
- ~~• verhouding tussen kwantificeringstransitie en bevestigingstransitie. In een staal mag deze verhouding maximaal 20% afwijken tov de verhouding waargenomen in de kalibratieoplossing. Voor signalen kleiner dan 3 keer de bepalingsgrens zijn afwijkingen tot 50% toegestaan~~

~~Identificatie is gebaseerd op de retentietijden en de ionratio volgens de criteria vermeld in CMA/6/D.~~

#### 6.6.5 KWANTIFICERING

Voor de monsterextracten worden de typische transities geregistreerd zoals hierboven beschreven voor de kalibratieoplossingen. Van de geïdentificeerde componenten worden de piekoppervlakten behorende bij de kwantificeringstransitie berekend. Uitgaande van de integratiewaarden voor het monster en de relatieve responsfactoren of kalibratierechte/curve bepaald voor de kalibratiestandaard worden de gehalten van de verschillende verbindingen in het monster berekend.

#### 6.7 TOTAALGEHALTE, UITGEDRUKT ALS TEQ

Uit de individuele gehalten van de 17 PCDDF congenen in het staal wordt, conform de internationaal gangbare benadering, tevens een totaalgehalte berekend uitgedrukt als toxiciteitsequivalenten (TEQ) t.o.v. 2,3,7,8-T4CDD. Dit gebeurt door het gehalte van elk congeen om te zetten naar toxiciteitsequivalenten (TEQ) door dit gehalte te vermenigvuldigen met een internationaal vastgelegde toxiciteitsequivalentiefactor (TEF), en vervolgens de aldus bekomen toxiciteitsequivalenten voor de 17 PCDDF te sommeren tot een totaal TEQ-gehalte.

Tabel 2 geeft een overzicht van de gehanteerde toxiciteitsequivalentiefactoren, die werden vastgelegd door WHO in 2005. Voor congenen die niet positief konden worden geïdentificeerd, wordt de rapporteergrens enerzijds als nul ("lower bound" benadering) en anderzijds als de volle waarde ("upper bound" benadering) verrekend. In een derde benadering, "medium bound", wordt de rapporteergrens meegenomen voor de helft. Deze totaal TEQ-gehalten worden gerapporteerd.

Congeneer	I-TEF
2,3,7,8-T4CDD	1
1,2,3,7,8-P5CDD	1
1,2,3,4,7,8-H6CDD	0.1
1,2,3,6,7,8-H6CDD	0.1
1,2,3,7,8,9-H6CDD	0.1
1,2,3,4,6,7,8-H7CDD	0.01
O8CDD	0.0003
2,3,7,8-T4CDF	0.1
1,2,3,7,8-P5CDF	0.03
2,3,4,7,8-P5CDF	0.3
1,2,3,4,7,8-H6CDF	0.1
1,2,3,6,7,8-H6CDF	0.1
1,2,3,7,8,9-H6CDF	0.1
2,3,4,6,7,8-H6CDF	0.1
1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	0.01
1,2,3,4,7,8,9-H7CDF	0.01
O8CDF	0.0003

Tabel 2 : Toxiciteitsequivalentiefactoren (TEF's) voor PCDDF volgens WHO (2005)

## 7 KWALITEITSCONTROLE

Voor de kwaliteitseisen ivm kalibratie, procedureblanco, terugvinding van de interne standaard, controle op gevoeligheid, controlestaal en controlestandaard wordt verwezen naar CMA/6/D.

### 7.1 RESPONSLINEARITEIT

De werkwijze voor de bepaling van lineariteit is beschreven in CMA Deel 6.

Stelt men bij de monsteranalyse een overschrijding van de bovenste lineaire grens vast, d.i. de hoogst geregistreerde oppervlakte in het lineaire gebied, dan moet de analyse hernomen worden startend van een verdunde hoeveelheid monsterextract, voor zover het signaal van de interne standaard nog voldoende intens is, of startend van een geringere hoeveelheid monster.

### 7.2 GASCHROMATOGRAFISCHE SCHEIDING

De kolomkwaliteit wordt geverifieerd aan de hand van het aantal theoretische platen, berekend op basis van de piekarakteristieken voor een gekozen verbinding in het chromatogram van de kalibratiestandaard. Het aantal platen  $N_{th}$  wordt gegeven door :

$$N_{th} = 5.54 * \left( \frac{t_{R_i}}{w_{1/2}} \right)^2$$

Hierbij is  $t_{R_i}$  de waargenomen retentietijd voor de verbinding  $i$  en  $w_{1/2}$  de piekbreedte op halve hoogte, uitgedrukt in dezelfde tijdseenheid.

Alternatief kan men, indien voorhanden, gebruik maken van een kritisch paar waaraan een minimum scheidingspercentage kan toegekend worden.

Om een continue controle te hebben over de kolomkwaliteit is het zinvol de scheidingskarakteristieken uit te zetten in een controlekaart.

## 8 RAPPORTERING

Vermeld in het analyseverslag het gehalte van de PCDDF in  $\mu\text{g}/\text{kg}$  ds en in  $\mu\text{g TEQ}/\text{kg}$  ds.

**BIJLAGE 1: TYPISCHE GC-MS/MS INSTELLINGEN**

## Gaschromatograaf

GC-kolom	DB-XLB (30 m, 0.25 mm, 0.25 µm)	
Draaggas	He	
Kolomdebiet	1 ml/min (constante flow)	
Injectievolume	5 µl	
PTV-mode	PTV Large Volume	
Injection	Initial temperature	100 °C
	Pressure	20 kPa
	Time	1 min
	Flow	50 ml/min
Evaporation	Pressure	10 kPa
	Rate	1°C/min
	Temperature	101 °C
	Time	0.2 min
Transfer	Flow	50 ml/min
	Pressure	100 kPa
	Rate	5 °C/min
	Temperature	330 °C
Cleaning	Time	0.5 min
	Rate	10 °C/min
	Temperature	330 °C
	Time	20 min
Splitless time	Flow	25 ml/min
		3 min
Purge flow	5 ml/min	
GC-ovenprogramma		140 °C (3 min)
		aan 20°C/min naar 220 °C (0 min)
		aan 5 °C/min naar 320 °C (1 min)

## MS/MS detector

tSRM piek breedte	1.0
Cycle tijd	0.3 s
Collision gas pressure	1.3 mTorr
Tune file	CEI.TSQTune
Emissiestroom	50 µA
Interface temperatuur	320 °C
Bron temperatuur	250 °C

## BIJLAGE 2: TYPISCHE GC-MS/MS TRANSITIES

Component	Kwantificeringstransitie		Confirmatiestransitie	
	Moederion (m/z)	Dochterion (m/z)	Moederion (m/z)	Dochterion (m/z)
2378-TCDF	303,9	240,9	305,9	242,9
2378-TCDD	319,9	256,9	321,9	258,9
12378-PeCDF	339,9	276,9	337,9	274,9
23478-PeCDF	339,9	276,9	337,9	274,9
12378-PeCDD	355,9	292,9	353,9	290,9
123478-HxCDF	373,8	310,9	375,8	312,9
123678-HxCDF	373,8	310,9	375,8	312,9
234678-HxCDF	373,8	310,9	375,8	312,9
123478-HxCDD	389,8	326,9	391,8	328,8
123678-HxCDD	389,8	326,9	391,8	328,8
123789-HxCDD	389,8	326,9	391,8	328,8
123789-HxCDF	373,8	310,9	375,8	312,9
1234678-HpCDF	407,8	344,8	409,8	346,8
1234678-HpCDD	423,8	360,8	425,8	362,8
1234789-HpCDF	407,8	344,8	409,8	346,8
OCDD	457,7	394,8	459,7	396,8
OCDF	441,8	378,8	443,8	380,8
13C-2378-TCDD	331,9	268,0	333,9	270,0
13C-2378-TCDF	315,9	252,0	317,9	254,0
13C-12378-PeCDF	351,9	287,9	349,9	285,9
13C-23478-PeCDF	351,9	287,9	349,9	285,9
13C-12378-PeCDD	367,9	303,9	365,9	301,9
13C-123478-HxCDF	385,9	321,9	383,9	319,9
13C-123678-HxCDF	385,9	321,9	383,9	319,9
13C-234678-HxCDF	385,9	321,9	383,9	319,9
13C-123478-HxCDD	401,9	337,9	403,8	339,8
13C-123678-HxCDD	401,9	337,9	403,8	339,8
13C-123789-HxCDF	385,9	321,9	383,9	319,9
13C-1234678-HpCDF	419,8	355,9	421,8	357,9
13C-1234678-HpCDD	435,8	371,9	437,8	373,8
13C-1234789-HpCDF	419,8	355,9	421,8	357,9
13C-OCDD	469,8	405,8	471,8	407,8
13C-OCDF	453,8	389,8	455,8	391,8
13C-1234-TCDD (Recovstd)	331,9	268,0	333,9	270,0
13C-123789-HxCDD (Recovstd)	401,9	337,9	403,8	339,8