

# ERVARINGEN MET NEGATIEVE CHEMISCHE IONISATIE

*Potentieel, Sterktes & Zwaktes*

---

An Vermeulen

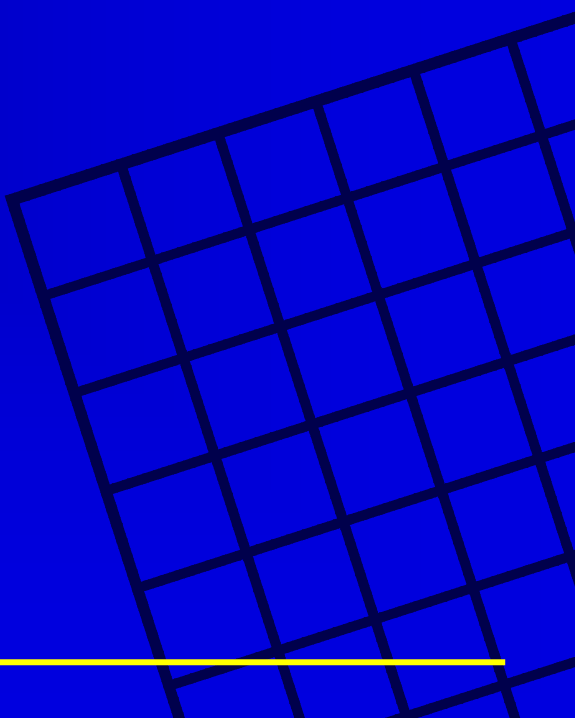
Laboratoria Van Vooren N.V.

KVCV Milieuanalyse - 14 Okt. 2005



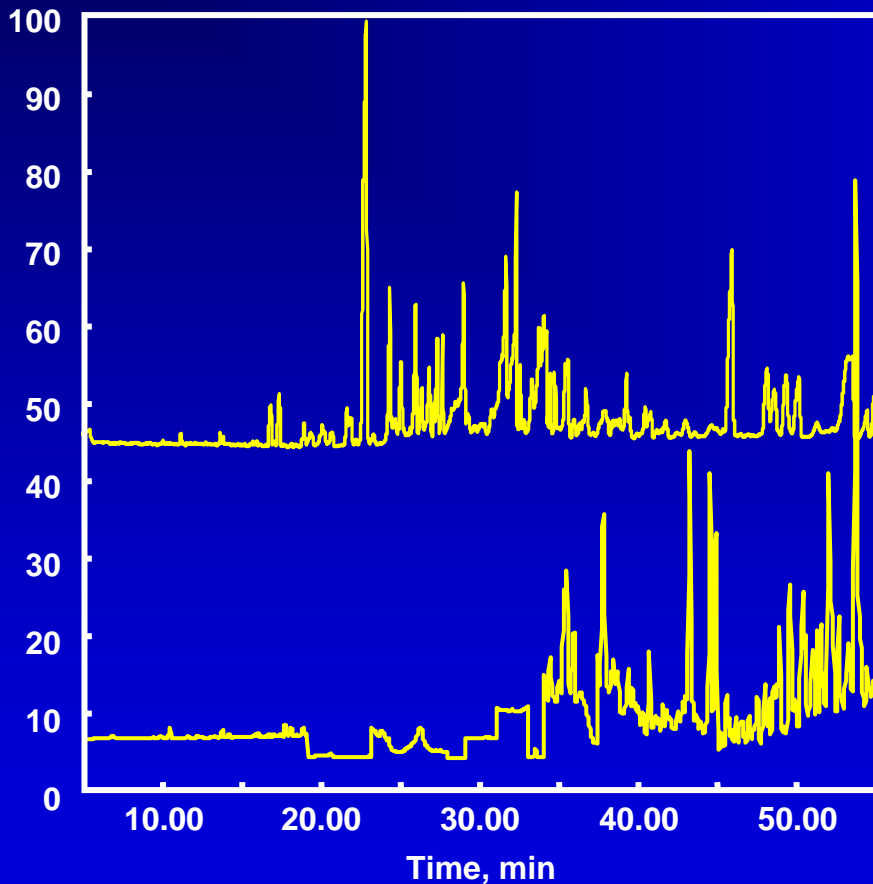
# Overzicht

---

- **Aanleiding**
  - **Methodeontwikkeling**
  - **Problemen**
  - **Besluit**
- 
- 

# Aanleiding – AARDE 2003

Relative abundance



← ECD

← EI-MS

→ **Officiële Verontschuldiging van VITO !**



# Aanleiding

---

- **Negatieve Chemische Ionisatie?**
    - **Specifieke Ionisatie**
    - **Specifieke Detectie (SIM)**
    - **Cleanup nodig?**
    - **Eén Kolom**
    - **Versnelde Identificatie**
- 
-

# Methodeontwikkeling

---

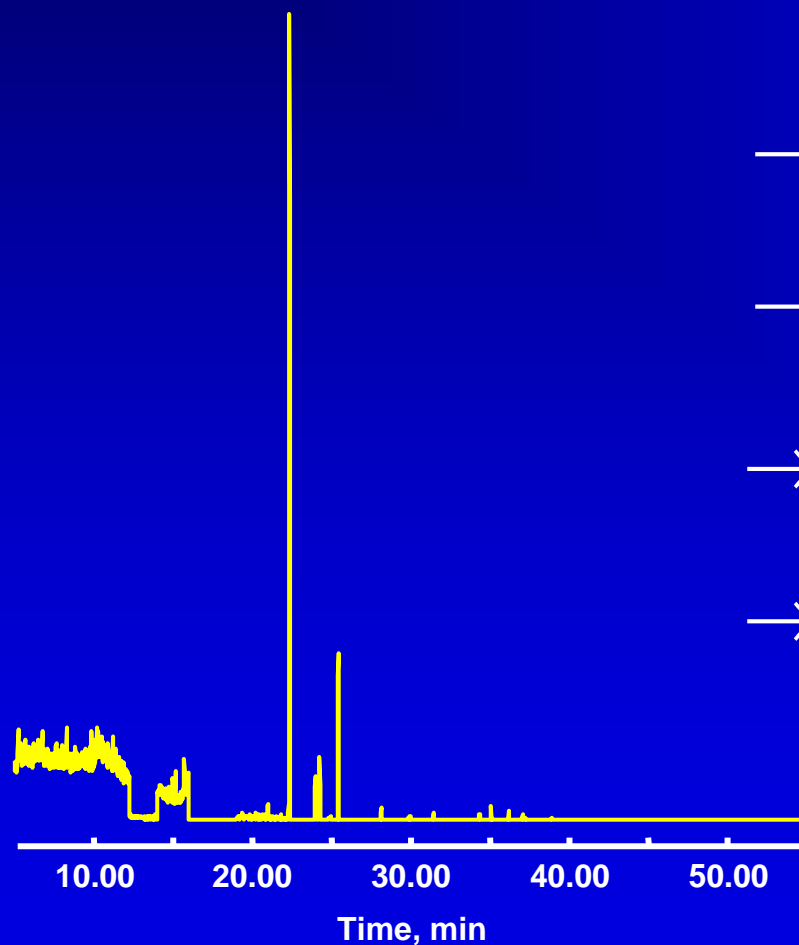
## ■ Initiële Testen @ DCMS

→ Finnigan DSQ/MS

→ NH<sub>3</sub>/NCI

→ PPNCI

→ CP-SIL 13 (Varian)





# Belangrijke Parameters

---

- **Brontemperatuur**

- **Invloed op Fragmentatie**

- **Invloed op Specificiteit**

- **NH<sub>3</sub> Flowrate**

- **Respons**

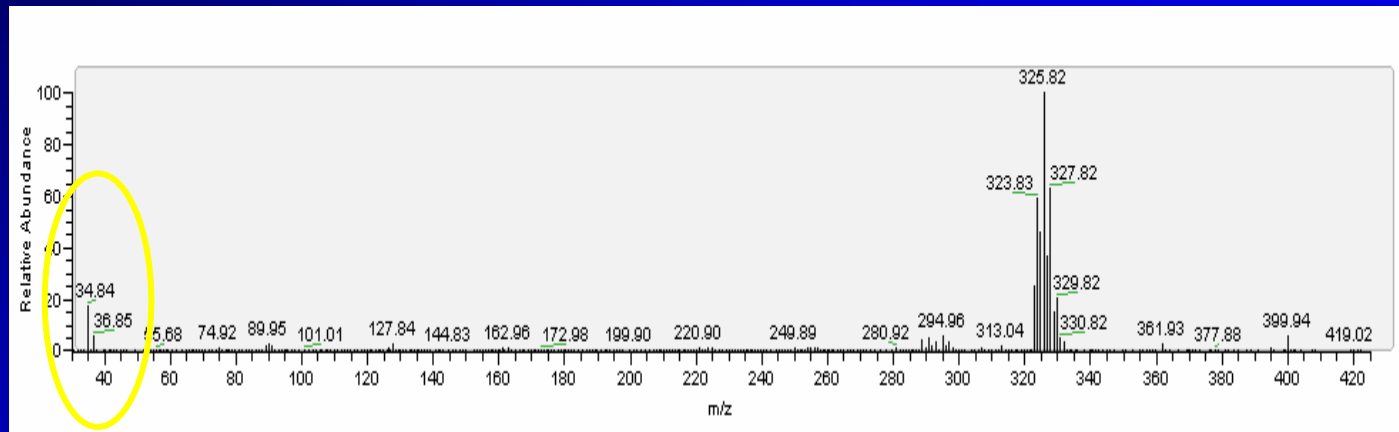
- **Gevoeligheid**

---

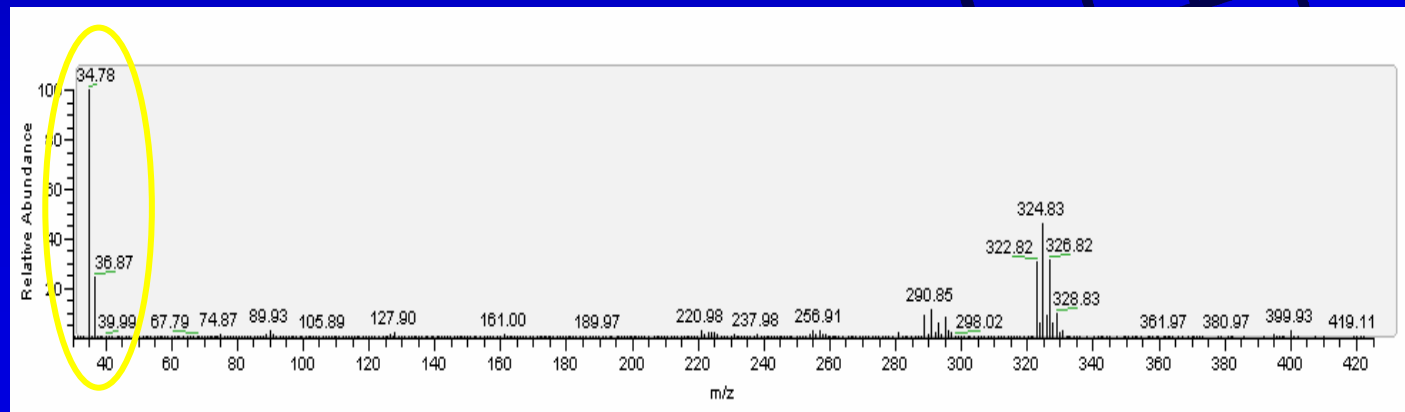


# Brontemperatuur

## PCB 101, Bron @ 150°C



## PCB 101, Bron @ 220°C





# Validatiegegevens

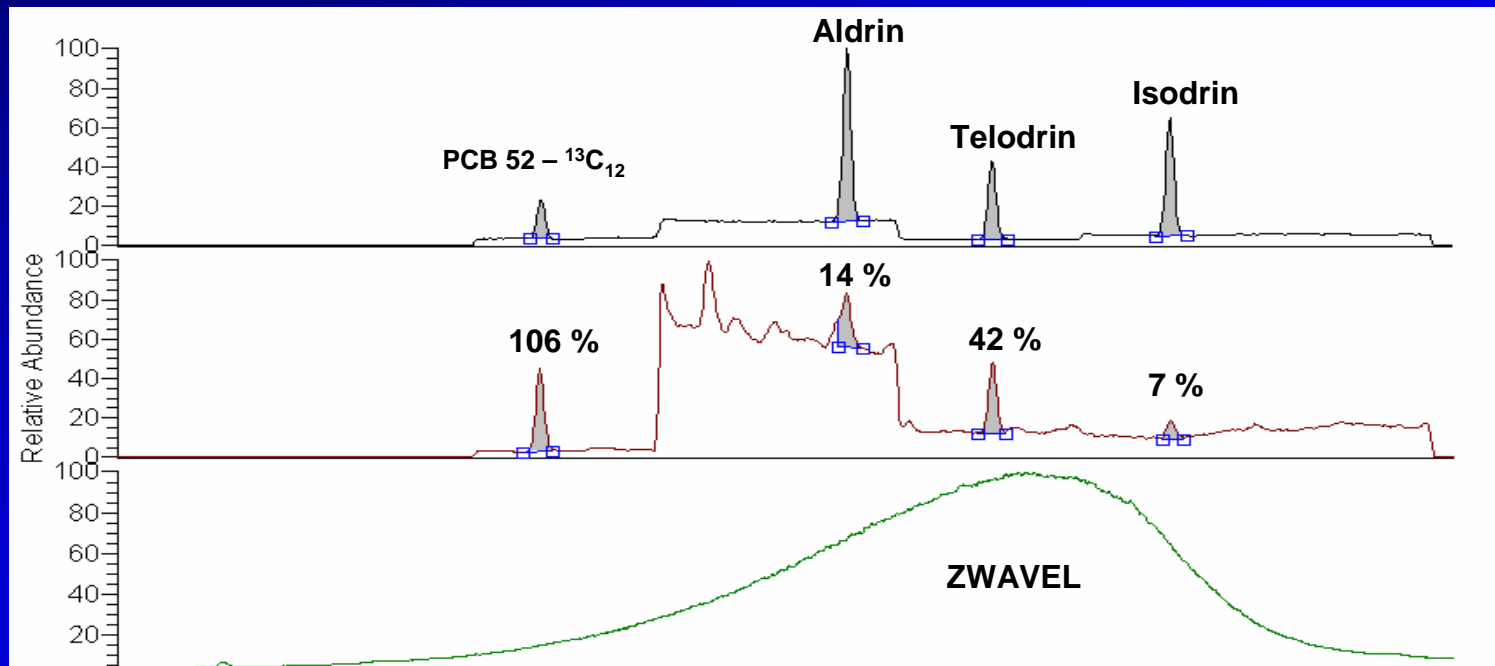
---

- **Herhaalbaarheid**
    - RSDs < 5 %
    - Vergelijkbaar EI
  - **Lineariteit**
    - min. 2 – 120 pg/μl
    - max. 2 – 450 pg/μl
  - **LOD**
    - min. 0.0003 pg/μl
    - max. 3 pg/μl (PCI)
- 
- 
-



# Problemen: Matrixeffecten

- **Onderdrukking: Zwavel**



→ **Ontzwavelen: GPC?**



# Problemen: Matrixeffecten

---

- **Versterking: Reële Monsters**

Component	Referentie	Gespiked extract	Standaard	Gespiked extract
PCB 101	100%	287%	103%	306%
o,p'-DDE	100%	340%	101%	521%
hexachloorbenzeen	100%	177%	98%	191%

→ **Kwantificatie ?**



---



# Gelabelde Standaarden

---

## ■ Compensatie

Component	Referentie	Gespiked extract	Gespiked extract
PCB 101	100%	287%	306%
PCB 101- <sup>13</sup> C <sub>12</sub>	100%	285%	308%
hexachloorbenzeen	100%	177%	191%
hexachloorbenzeen- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>	100%	178%	195%

## ■ Prijs !!!


---





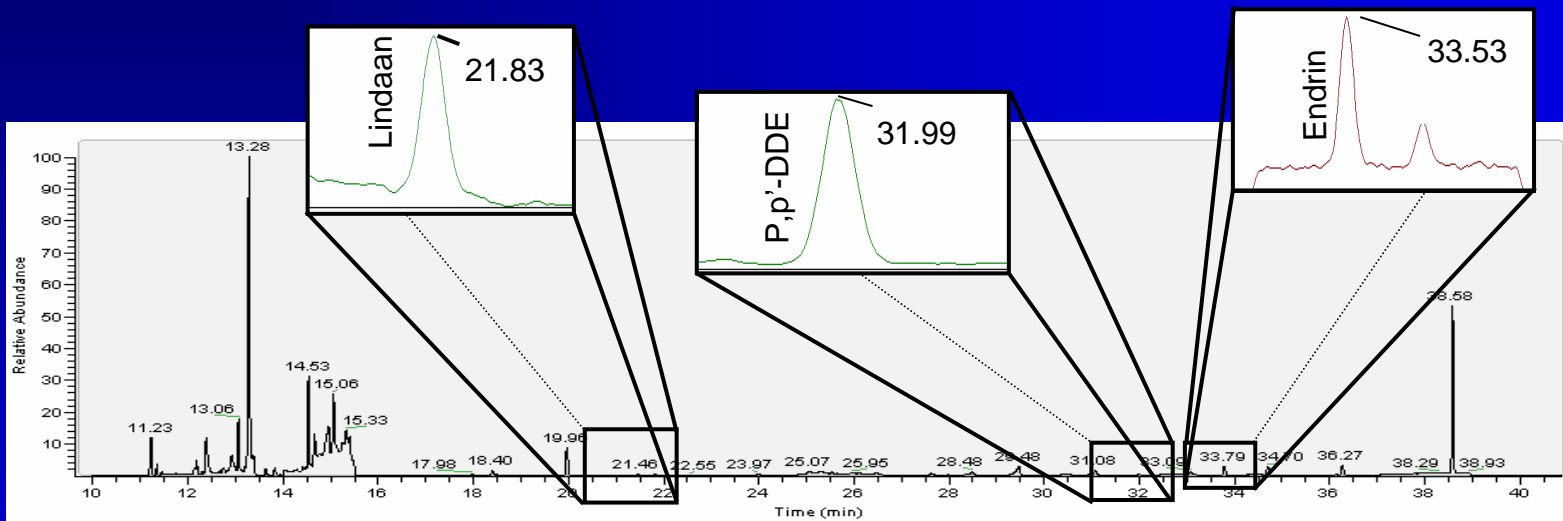
# **NH<sub>3</sub>/CH<sub>4</sub> (80:20)**

---

- **Responsstijgingen...**
  - **Geen NCI-respons < 5 CI**
    - **LOD**
    - **Selectiviteit**
    - **Andere verhouding**
- 
-

# Standaardadditie

## Ringtest "OCP in Vet" (IPH)



Component	Gedopeerd, ppb	Res. LVV, ppb	Z-score spike	Z-score mediaan
Lindaan	40.00	35.30	-0.534	0.019
p,p'-DDE	300.00	404.00	1.808	1.074
Endrin	75.00	46.60	-1.721	-0.160



# Besluit

---

- **Niet geschikt voor routine**
    - **30 monsters/dag**
  - **Speciale analyses**
    - **BDEs**
    - **Amines**
    - **EDTA & NTA**
    - **Sterk vervuilde extracten**
    - **Standaardadditie m.b.v. GC-PAL**
- 
-

---

**BEDANKT VOOR UW AANDACHT**

!!!!

