





















De instrumentele detectielimiet is een maat voor de gevoeligheid van het apparaat. Aan de hand van het chromatogram van de kalibratie-oplossing wordt voor elke verbinding de kleinste meetbare concentratie bepaald, gedefinieerd als:

$$DL(instr) = 3 * RG * conc / PH$$

met

DL(instr) = de instrumentele detectielimiet (µg/L)

RG = de "peak to peak" ruishoogte aan de voet van de chromatogrampiek van de verbinding

PH = de piekhoogte van de verbinding

conc = concentratie van de verbinding in de kalibratieoplossing (µg/L)

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

#### 8.4 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.

#### 8.5 CONTROLESTANDAARD

Om een welbepaald aantal preparaten (max. 7) wordt een kalibratie-oplossing geïnjecteerd om de geldigheid van de kalibratierechte te controleren. De berekende waarden voor deze standaard mogen maximaal 15% afwijken van de werkelijke waarden.

#### 8.6 TERUGVINDING VAN DE INTERNE STANDAARDEN

Voor elk monster worden de oppervlakten bekomen voor de gemerkte fenolen vergeleken met de gemiddelde waarden bekomen voor de kalibratiestandaarden. Verantwoorde kwantificering is toegestaan vanaf een terugvinding van 30%.

Opmerking:

verminderde terugvinding is het gevolg van ionisatiesuppressie door coëlutie met matrix-componenten. De storende invloed van de matrix kan gereduceerd worden door het toepassen van een monsterzuivering a.h.v. vaste fase extractie (zie bv. ISO 24293:2009). Alternatief kan het extract verdund worden.

#### 8.7 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 geaddeerd monster. De gehalten kunnen opgetekend worden in controlekaarten. De opgetekende waarden moeten voldoen aan de voor controlekaarten geldende criteria.

### 8.8 **DUPLOBEPALING**

~~Om de herhaalbaarheid te controleren wordt op regelmatige basis een monster opnieuw geanalyseerd. Het verschil tussen de bekomen gehalten mag maximaal 20% bedragen.~~

### 8.9 **MATRIXADDITIE**

~~Om de terugvinding te controleren wordt op regelmatige basis een monster opnieuw geanalyseerd, na additie van een gekende hoeveelheid fenolen. De terugvindingen moeten gelegen zijn tussen 70% en 130%.~~

## 9 **REFERENTIES**

ISO 24293:2009 Water quality – Determination of individual isomers of nonylphenol – Method using solid phase extraction (SPE) and gas chromatography/mass spectrometry (GC-MS)

## BIJLAGE 1

## UPLC-MS/MS CHROMATOGRAMMEN VOOR OP, NP, DP EN BPA

