



















C6-C14	benzine
C10-C16	kerosen, mineral spirits
C10-C28	diesel en stookolie
C10-C36	zware stookolie
C20-C36	motorolie

## 7 BEREKENING

### 7.1 RESPONSFACOR

De interne standaardmethode is gebaseerd op de bepaling van een relatieve responsfactor (RRF). Zoals hierboven vermeld wordt in de praktijk gebruik gemaakt van een kalibratiereeks. Voor elke kalibratie-werkoplossing wordt de RRF berekend:

$$RRF = \frac{A_{rvm} \times C_{is}}{C_{rvm} \times A_{is}}$$

met

RRF = relatieve responsfactor

$A_{rvm}$  = piekoppervlakte van de C10-C40 fractie in de kalibratiestandaard

$C_{rvm}$  = concentratie RVM-olie in de kalibratiewerkoplossing ( $\mu\text{g/ml}$ )

$A_{is}$  = piekoppervlakte van de interne standaard n-C40

$C_{is}$  = concentratie van de interne standaard in de kalibratiewerkoplossing ( $\mu\text{g/ml}$ )

Binnen het lineair gebied (zie 8.1) wordt de gemiddeld RRF berekend:

$$\langle RRF \rangle = \frac{RRF_i}{n}$$

met

$\langle RRF \rangle$  = de gemiddelde relatieve responsfactor

$RRF_i$  = de relatieve responsfactor bekomen voor kalibratiewerkoplossing  $i$

$n$  = het aantal kalibratiewerkoplossingen

*Opmerking:*

Alternatief kan de gemiddelde RRF gelijkgesteld worden aan de helling van de door de oorsprong geforceerde kalibratierechte, op voorwaarde dat de oorsprong binnen de 95% betrouwbaarheidskrommen ligt.

## 7.2 GEHALTE AAN MINERALE OLIE

Het gehalte aan minerale olie wordt gegeven door de onderstaande formule:

$$C = \frac{A \times G_{is}}{A_{is} \times \langle RRF \rangle \times V}$$

met

C	=	het gehalte aan minerale olie in µg/l
A	=	de piekoppervlakte van de fractie C10-C40 in het staal
A <sub>is</sub>	=	de piekoppervlakte van de interne standaard n-C40 in het staal
G <sub>is</sub>	=	de hoeveelheid interne standaard toegevoegd aan het staal (µg)
V	=	volume geëxtraheerd monster (l)
<RRF>	=	de gemiddelde relatieve responsfactor

## 8 KWALITEITSCONTROLE

### 8.1 LINEARITEIT

De werkwijze voor de bepaling van lineariteit is beschreven in WAC/VI/A/001.

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.

### 8.2 GASCHROMATOGRAFISCHE KARAKTERISTIEKEN

Zoals vermeld onder 6.3.1 dient regelmatig een controle op scheiding van alkanen en op het niet-discriminerend gedrag van de injector te gebeuren.

### 8.3 CONTROLE OP DE GEVOELIGHEID

Minstens bij het begin en bij het einde van elke meetreeks dient de toestelgevoeligheid gecontroleerd te worden. Het toestel moet voldoende gevoelig zijn en blijven om de rapportagegrens te kunnen halen.

### 8.4 PROCEDUREBLANCO

Bij elke reeks staalopwerkingen wordt een procedureblanco meegenomen. Indien meerdere reeksen per dag opgewerkt worden dan volstaat 1 procedureblanco. De procedureblanco doorloopt de volledige staalopwerking.

Opmerkingen :

- een staalopwerkingsreeks duurt maximum 24 uur, waarmee bedoeld wordt dat met de staalopwerking van alle stalen een aanvang genomen wordt binnen de 24 uur. Onder staalopwerking wordt verstaan : extractie, verzeping etc. Voorbereidende stappen (bv. mengen

met droogmiddel, conservering, deelmonsternamen etc.) worden hiervoor niet tot de staalopwerking gerekend.

Het geregistreerde chromatogram dient vrij te zijn van interfererende pieken die groter zijn dan 10% van de pieken geregistreerd voor het de monsters in de analysereeks. Voor meetwaarden die kleiner zijn dan 5 maal de gevraagde rapporteergrens mogen de interfererende pieken niet groter zijn dan de helft van de gevraagde rapporteergrens.

### 8.5 CONTROLEMONSTER

Bij elke reeks staalopwerkingen wordt 1 controlestaal meegenomen. Indien meerdere reeksen per dag opgewerkt worden dan volstaat 1 controlestaal per dag.

Als controlestaal wordt een gedopeerd waterstaal gebruikt. De matrix die gedopeerd wordt kan een reëel staal zijn, of blancowater (bij analyse van grondwater en drinkwater). Ook mogen synthetische matrices gebruikt worden (cfr. ASTM D5905-98 voor de aanmaak van synthetisch afvalwater en NVN-6419 voor synthetisch grondwater en oppervlaktewater). Alle representatieve matrices dienen in de loop der tijd aan bod te komen.

De terugvinding van de minerale olie dient tussen 70% en 130% te liggen.

De gemeten gehalten worden opgetekend in een controlekaart. De opgetekende waarden moeten voldoen aan de voor controlekaarten geldende criteria.

### 8.6 TERUGVINDING VAN DE INTERNE STANDAARD

De terugvinding van de interne standaard, berekend tov het gemiddelde van de kalibratiestandaarden, dient gelegen te zijn tussen 50% en 150%.

## 9 REFERENTIES

- EN 872 (1996); Water Quality - Bestimmung suspendierter Feststoffe - Verfahren durch Abtrennung mittels Glasfaserfilter
- ISO/DIS 9377-2 (2000): Water Quality: Determination of hydrocarbon oil index – part 2: Method using solvent extraction and gas chromatography
- ISO 8466-1 (1990); Water Quality – Calibration and Evaluation of Analytical Methods and Estimation of Performance Characteristics, Part 1: Statistical Evaluation of the Linear Calibration Function; 1<sup>st</sup> Ed.
- NEN 5733 (1997); Bodem: Bepaling van het gehalte aan minerale olie in grond en waterbodem met gaschromatografie
- NVN 6678 (1997); Water: Bepaling van het gehalte aan minerale olie met gaschromatografie

**BIJLAGE A**

GC-FID chromatogrammen voor RIVM olie (A) en benzine- en diesilverontreiniging (B)

