

Vluchtige organische componenten in bodemverbeterende middelen

INHOUD

Inhoud _____ 2

1 Doel en toepassingsgebied _____ 3

2 Principe _____ 3

 2.1 Staalvoorbereiding _____ 3

 2.1.1 Dampfasebemonstering _____ 4

 2.2 Identificatie _____ 4

 2.3 Kwantificering _____ 4

3 Monsterbewaring _____ 4

4 Apparatuur en materiaal _____ 4

5 Reagentia _____ 5

6 Analyseprocedure _____ 5

 6.1 Extractie van BVM _____ 5

 6.2 Staalvoorbereiding en analyse _____ 5

 6.2.1 BVM met >2% DS _____ 6

 6.2.2 BVM met <2% DS _____ 6

 6.2.3 Headspace-GC-MS analyse _____ 6

 6.3 Kalibratie _____ 8

 6.4 Identificatie _____ 9

 6.5 Kwantificering _____ 9

7 Kwaliteitsparameters _____ 9

 7.1.1 Responslineariteit _____ 9

 7.1.2 Gaschromatografische scheiding _____ 10

8 Prestatiekenmerken _____ 10

9 Rapportering _____ 10

BIJLAGE 1 VOORBEELD VAN HEADSPACE PRECONCENTRERING _____ 11

BIJLAGE 2 TYPISCHE TOESTELINSTELLINGEN VOOR DE BEPALING VAN VOC _____ 12

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure is nieuw en beschrijft de kwantitatieve bepaling van een reeks monocyclische aromatische en gehalogeneerde vluchtige verbindingen in bodemverbeterende middelen (BVM). De lijst van de vluchtige organische componenten (VOC) is hieronder weergegeven.

vinylchloride	benzeen
dichloormethaan	tolueen
1,2-dichlooretheen,trans	m- + p-xyleen
1,1-dichloorethaan	o-xyleen
1,2-dichlooretheen,cis	styreen
chloroform	methyl-tert.butylether (MTBE)
1,1,1-trichloorethaan	n-hexaan (C6)
tetrachloormethaan	n-heptaan (C7)
1,2-dichloorethaan	n-octaan (C8)
trichloorethyleen	
1,1,2-trichloorethaan	
tetrachloorethyleen	
chloorbenzeen	
1,2-dichloorbenzeen	
1,3-dichloorbenzeen	
1,4-dichloorbenzeen	

Deze verbindingen kunnen kwantitatief bepaald worden in BVM met droge stof gehalten van <5% tot 100%. Uitzondering zijn vinylchloride en de alkanen (C6, C7 en C8); de meetonzekerheid van deze componenten is groter en de bekomen concentraties zijn indicatief.

De methode behelst een headspace- of dampfasepreconcentreringsprocedure gevolgd door analyse met gaschromatografie-massaspectrometrie (HS-GC-MS). In plaats van headspace kan ook purge&trap toegepast worden. De GC-MS analyse laat ondubbelzinnige identificatie van de aanwezige verontreiniging toe. Ook andere vluchtige verbindingen die gedetecteerd worden maar niet aanwezig zijn in de hierboven staande nominatieve lijst kunnen met deze analysemethode bepaald worden.

2 PRINCIPE

2.1 STAALVOORBEREIDING

Bodemverbeterende middelen met een droge stof gehalte van groter of gelijk aan 5% worden gedopeerd met isotoop gemerkte vluchtige verbindingen (interne standaarden) en met methanol geëxtraheerd. Een deel van het methanolextract wordt verdund met blancowater. Het aldus bekomen watererig staal wordt geanalyseerd met headspace-GC-MS. .

BVM met minder dan 2% ds worden rechtstreeks (als waterstaal) geanalyseerd na dopering met isotoopgemerkte interne standaarden.

2.1.1 DAMPFASEBEMONSTERING

Het waterstaal wordt in een afgesloten vial op een welbepaalde temperatuur gebracht. Na instelling van het evenwicht tussen vloeibare en dampfase wordt de dampfase van het staal bemonsterd en afgeleid naar de GC-MS. Er kan aan het waterstaal een hoeveelheid zout toegevoegd worden om de instelling van het evenwicht te versnellen.

2.2 IDENTIFICATIE

De analyse gebeurt met behulp van de GC-MS techniek. Identificatie van de VOC wordt uitgevoerd op basis van de retentietijden van de pieken in de specifieke ionchromatogrammen. Bijkomend kan de herkenning gebeuren door vergelijking van de geregistreerde full scan spectra met deze aanwezig in de spectrabibliotheek of aan de hand van de relatieve intensiteiten van specifieke ionen. De analyse kan ook in SIM (Selected Ion Monitoring) uitgevoerd worden waarbij enkel de specifieke ionen geregistreerd worden in plaats van full scan spectra. Met SIM kunnen lagere bepalingsgrenzen gehaald worden.

2.3 KWANTIFICERING

Voor de kwantitatieve bepaling van de VOC wordt gebruik gemaakt van de interne standaardmethode. Als interne standaarden worden isotoop gemerkte VOC gebruikt. De kwantificering gebeurt door vergelijking van de geïntegreerde piekoppervlakken van de karakteristieke ionen voor de VOC en de overeenkomstige interne standaarden.

3 MONSTERBEWARING

Voor de monsterconservering en –bewaring wordt verwezen naar CMA/1/B.

De stalen worden nooit vooraf gefiltreerd.

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

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

- Glazen vials of flesjes van ongeveer 25 - 100 ml met cap voor de extractie van de BVM
- Injectiespuiten van verschillende volumes (bv. 10 tot 250 µL).
- Monsterflesjes van bv. 10 of 20 ml, voorzien van crimp cap en rubberen septum met teflon afscherm laag, bestemd voor headspace analyse
- Ultrasoonbad
- Een dampfasebemonsteringsautomaat (headspace-toestel), uitgerust met een monsterwisselaar, een eenheid voor de thermostatisatie van de waterstalen, een dampfase-injectiesysteem en een verwarmde transferleiding. Alternatief kan de dampfasebemonstering met een gasspuit uitgevoerd worden (spuitinjectie).
- een gaschromatograaf met massaspectrometrische detector (GC-MS). Alternatief kan ook een GC met triple quad (MS/MS) toegepast worden.
- analytische kolom: capillaire kolom met apolaire of semipolaire, chemisch gebonden fase met een lengte van bv. 30 tot 60 m, een interne diameter van bv. 0,15 tot 0,32 mm en een filmdikte van bv. 0,25 tot 3 µm.

Opmerking : m- en p-xyleen coëlueren gewoonlijk op een apolaire kolom en kunnen ook niet massaspectrometrisch onderscheiden worden. Zij worden niet afzonderlijk bepaald, maar als som van beiden op het verslag weergegeven.

5 REAGENTIA

- Helium met een zuiverheid van minstens 99.9999 %
- Blanco water: bv. mineraalwater
- Natriumchloride: p.a.
- Methanol: geschikt voor residu-analyse of van purge & trap kwaliteit
- Interne standaarden met een zuiverheid van minstens 98 %: maak gebruik van minstens 2 isotopogemerkt VOC verspreid over het volledige retentietijdsgebied van de VOC. Voorbeelden zijn d8-tolueen, d8-styreen, d10-ethylbenzeen, d4-1,2-dichloorethaan, d5-chloorbenzeen, d4-1,2-dichloorbenzeen, D16-heptaan.
- Interne standaardoplossing: mengstandaard van alle interne standaarden in methanol met geschikte concentraties (bv. 25 mg/L). Deze oplossing kan aangemaakt worden uitgaande van pure producten of aangekochte oplossingen.
- Kalibratieoplossingen: een reeks oplossingen in methanol die de natieve VOC bevat in oplopende concentraties van bv. 1 tot bv. 500 µg/L en de interne standaarden in een constante concentratie van bv. 25 µg/L.

6 ANALYSEPROCEDURE

Bij de behandeling van de stalen en tijdens de preconcentreringsstap is het van het allergrootste belang om in een solventvrije omgeving te werken. Een werkruimte gescheiden van de normale laboruimte dient voorzien te worden.

6.1 EXTRACTIE VAN BVM

Van BVM met een droge stof gehalte groter of gelijk aan 2% wordt een hoeveelheid deelmonster ingenomen dat ongeveer overeenkomt met 1 g droge stof. Het deelmonster wordt overgebracht naar een glazen recipiënt dat voorzien is van een stop met septum. Het flesje wordt afgesloten en het gewicht van het deelmonster wordt nauwkeurig bepaald. Doorheen het septum wordt 10 g methanol toegevoegd. Het monster wordt, eveneens doorheen het septum, gedopeerd met een geschikte hoeveelheid interne standaarden. Het geheel wordt gedurende 1 uur geschud op de schudbank en vervolgens 1 uur gesoniceerd. Na bezinken van de vaste deeltjes gedurende minimum 30 minuten wordt een hoeveelheid van het methanolextract overgebracht naar de headspacevial, zie 6.2.1.

BVM met minder dan 2% DS worden behandeld als waterstaal, zie 6.2.2.

6.2 STAALVOORBEREIDING EN ANALYSE

Hieronder is alleen het looptype injectiesysteem besproken. In de handel zijn ook spuitinjectie systemen beschikbaar waarmee even goede resultaten bekomen worden.

Voor een goede kwantitatieve dampfase-analyse is het essentieel dat het proces van de dampfasebemonstering voor alle stalen en standaarden steeds op identieke wijze gebeurt: met dezelfde hoeveelheid monster in monsterflesjes van gelijk volume (dezelfde gas-vloeistof verhouding), met dezelfde zouthoeveelheid, met gelijke thermostatisatieduur en -temperatuur, en (eventueel) met dezelfde roercondities.

6.2.1 BVM MET >2% DS

In een headspace monsterflesje wordt een hoeveelheid zout gebracht zodanig dat de concentratie in de meetoplossing ongeveer 360 g/l bedraagt. In het monsterflesje wordt vervolgens blanco water gebracht en een hoeveelheid van het methanolextract (6.1) De hoeveelheid methanol mag niet meer dan 10% bedragen, er wordt bv. maximum 0.5 mL methanolextract toegevoegd aan een meetvial die 4.5 mL blanco water bevat. Het monsterflesje wordt afgesloten met een septum en crimp cap. Het monsterflesje wordt gedurende 10 min. gesoniceerd en nadien overgebracht naar de monsterwisselaar van de headspace automaat.

Opmerking: Het toevoegen van zout is geen noodzaak; wel kan afhankelijk van de polariteit van de verbinding de gevoeligheid toenemen en stelt het distributie-evenwicht tussen gasfase en vloeibare fase zich sneller in.

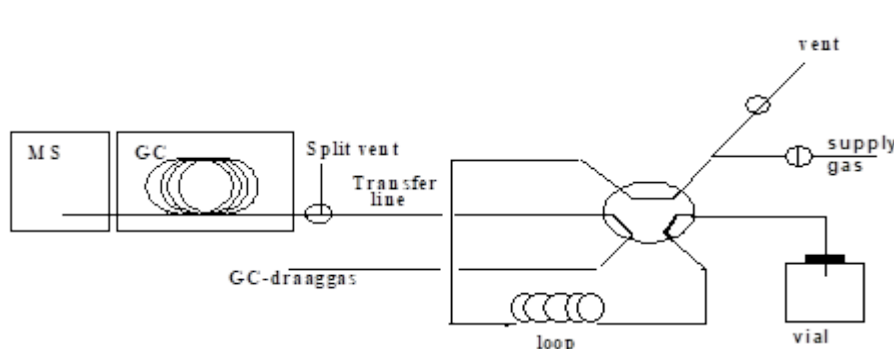
6.2.2 BVM MET <2% DS

Stalen met minder dan 2% DS worden rechtstreeks geanalyseerd zoals een waterstaal. In een headspace monsterflesje wordt een hoeveelheid zout gebracht zodanig dat de concentratie in de meetoplossing ongeveer 360 g/l bedraagt. In het monsterflesje wordt vervolgens een hoeveelheid van het staal gebracht (bv. 5 mL). Het staal wordt onmiddellijk gedopeerd met interne standaarden tot een geschikte concentratie (bv. 25 µg/L) en het monsterflesje wordt afgesloten met een septum en crimp cap. Het monsterflesje wordt gedurende 10 min. gesoniceerd en nadien overgebracht naar de monsterwisselaar van de headspace automaat.

Opmerking: Het toevoegen van zout is geen noodzaak; wel kan afhankelijk van de polariteit van de verbinding de gevoeligheid toenemen en stelt het distributie-evenwicht tussen gasfase en vloeibare fase zich sneller in.

6.2.3 HEADSPACE-GC-MS ANALYSE

Het monsterflesje wordt in de headspace oven gebracht (zie figuur 1) en het evenwicht tussen dampfase en vloeibare fase wordt gerealiseerd door thermostatiseren gedurende bv. 30 min bij 50°C, eventueel onder licht roeren of schudden. Het staal wordt vervolgens onder een heliumdruk gebracht. Daarna laat men de dampfase ontspannen in een loop van 1 ml. De inhoud van de loop wordt door het GC-draaggas naar de analytische kolom overgebracht.



Figuur 1 : vereenvoudigde weergave van een looptype headspace-automaat (loop fill modus)

Het draaggas met de VOC wordt in de injector van de gaschromatograaf eventueel verder gesplit. De apolaire capillaire kolom wordt opgewarmd van bv. 40 naar bv. 215 °C. De chromatografisch gescheiden componenten worden gedetecteerd met een lage resolutie massaspectrometer, waarbij

gescand wordt van massa 40 tot massa 400. Alternatief wordt SIM-modus toegepast waarbij enkel de specifieke ionen van de VOC gemeten worden. De massaspectrometer wordt zo ingesteld dat voor het referentiegas PTFBA een maximale respons voor de ionen 69, 131 en 264 bekomen wordt. Alternatief wordt een automatische tuning uitgevoerd (afhankelijk van de gebruikte software).

Typische GC-MS werkvoorwaarden zijn weergegeven in Bijlage 2. Uit het total ion chromatogram worden voor de verbinding karakteristieke ionchromatogrammen geëxtraheerd:

- het target ion geeft de grootste respons voor de verbinding en wordt gebruikt voor de kwantificering.
- het qualifier ion komt overeen met een voor de verbinding karakteristiek fragment dat m.b.t. positieve identificatie in een welbepaalde verhouding t.o.v. het target ion dient teruggevonden te worden (zie verder 6.5).

De meest karakteristieke ionen zijn voor de verschillende verbindingen hieronder weergegeven. Tegelijk zijn de retentietijden opgenomen zoals deze geregistreerd werden met de GC-MS instellingen vermeld in bijlage 2.

	Verbinding	target m/z	qualifier m/z	Rt (min)
IS	d8-tolueen	98	100	10.59
IS	d8-styreen	112	110	15.15
	MTBE	73	57	5.79
	n-hexaan	57	86	6.23
	n-heptaan	57	100	8.53
	n-octaan	57	114	11.80
	vinylchloride	62	64	4.48
	dichloormethaan	84	49	5.39
	1,2-dichlooretheen,trans	96	61	5.78
	1,1-dichloorethaan	63	65	5.78
	1,2-dichlooretheen,cis	96	61	6.42
	chloroform	83	85	6.74
	1,1,1-trichloorethaan	97	99	7.20
	1,2-dichloorethaan	62	64	7.38
	tetrachloormethaan	117	119	7.60
	benzeen	78	77	7.58
	trichloorethyleen	130	132	8.60
	tolueen	91	92	10.73
	1,1,2-trichloorethaan	97	99	11.10
	tetrachlooretheen	166	164	12.08
	chloorbenzeen	112	77	13.57
	1,1,1,2-tetrachloorethaan	131	133	13.80
	ethylbenzeen	106	91	14.07
	m-xyleen	106	91	14.39
	p-xyleen	106	91	14.45
	o-xyleen	106	91	15.23
	styreen	104	103	15.19
	1,3-dichloorbenzeen	146	148	19.30
	1,4-dichloorbenzeen	146	148	19.62
	1,2-dichloorbenzeen	146	148	20.25

Opmerking: indien d4-1,2-dichloorethaan als inwendige standaard gebruikt wordt dan moet hiervan de bijdrage van natief dichloorethaan bij m/z 65 afgetrokken worden. De bijdrage bedraagt ca 5% van het signaal geregistreerd bij m/z 62.

6.3 KALIBRATIE

De kwantitatieve bepaling van de verschillende vluchtige verbindingen gebeurt volgens de interne standaardmethode. Hierbij wordt elke component gekwantificeerd t.o.v. een bepaalde interne standaard die bij het begin van de analyse aan het monster werd toegevoegd.

De kalibratiestandaarden worden aangemaakt door een hoeveelheid blankowater in headspacevial te doperen met oplossingen van natieve en gemerkte componenten in methanol. De kalibratiestandaarden doorlopen de volledige headspaceprocedure zoals hierboven beschreven. De monsterflesjes met kalibratiestandaard dienen dezelfde concentratie zout en methanol te bevatten als de monsterflesjes van de stalen.

De kalibratie kan op een aantal verschillende manieren gebeuren (voor de kwaliteitseisen waaraan de kalibratie moet voldoen wordt verwezen naar CMA/6/D) :

- 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 vervolgens bepaald uit de verhouding van de oppervlakten en concentraties van de natieve componenten en de overeenkomstige interne standaarden :

met

RRFi = relatieve responsfactor van VOC-component i

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

Ai = piekoppervlakte van VOC-component i bij analyse van de kalibratie-oplossing

Ci = concentratie (in µg/l) van VOC-component i in de geanalyseerde kalibratie-oplossing

CIS = concentratie (in µg/l) van de overeenkomstige interne standaard in de geanalyseerde kalibratie-oplossing

AIS = piekoppervlakte van de overeenkomstige interne standaard bij analyse van de kalibratie-oplossing

De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 kalibratie-oplossingen waartussen het staal geïnjecteerd werd.

- aan de hand van 'bracketing'. De kalibratiereeks wordt geïnjecteerd minstens 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.
- 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. De laagste concentratie mag niet hoger zijn dan 2 keer de ondergrens van het meetbereik. 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 kalibratie-oplossingen geanalyseerd met concentraties verspreid over het meetgebied. De laagste concentratie mag niet hoger zijn dan 2 keer de ondergrens van het meetbereik. Op de X-as en de Y-as worden de verhoudingen uitgezet van resp. de concentraties en de piekoppervlakten van de natieve VOC en de overeenkomstige interne standaard. Vervolgens wordt dmv kwadratische curve fitting de vergelijking van de curve berekend.

6.4 IDENTIFICATIE

Identificatie gebeurt op basis van de retentietijd en de ionenratio volgens de criteria vermeld in CMA/6/D.

Als de meting in full scan gebeurd is kan de identiteit bijkomend bevestigd worden door het uitvoeren van een zoekopdracht in de spectrabibliotheek of door vergelijking van het fragmentatiepatroon waargenomen in het staal met deze in de kalibratiestandaard. Ook verbindingen niet aanwezig in de bovenstaande nominatieve lijst kunnen door spectravergelijking geïdentificeerd worden.

6.5 KWANTIFICERING

Voor de monsterextracten worden de ionenchromatogrammen geregistreerd op identieke wijze als hierboven beschreven voor de standaardoplossingen. Van de geïdentificeerde VOC worden de piekoppervlakten behorende bij het target ion 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. Verbindingen niet aanwezig in de nominatieve lijst kunnen op semi-kwantitatieve wijze gekwantificeerd worden door integratie van de piekoppervlakten van zowel verbindingen als inwendige standaard in het total ion chromatogram.

7 KWALITEITSPARAMETERS

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

7.1.1 RESPONSLINEARITEIT

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

Indien bij purge and trap preconcentrering verschillende splitinstellingen toegepast worden (i.f.v. de belading van de stalen), dient voor elke splitinstelling het overeenkomstig lineair gebied bepaald te worden.

Stelt men bij de monsteranalyse een overschrijding van de bovenste lineaire grens vast, dan moet de analyse hernomen worden uitgaande van een verdund staal of uitgaande van een kleinere inname van methanolextract. Alternatief wordt de analyse hernomen met een grotere splitverhouding.

7.1.2 GASCHROMATOGRAFISCHE SCHEIDING

De kolomkwaliteit wordt geverifieerd aan de hand van de scheiding van een voor de kolom karakteristiek kritisch paar in het chromatogram van de procedurestandaard. Voor een apolaire kolom is dit bv. ethylbenzeen enerzijds en de gezamenlijke piek van m-xyleen en p-xyleen anderzijds. De scheiding moet hiervoor volledig zijn, d.w.z. tot op het niveau van de basislijn.

Alternatief kan de kolomkwaliteit geverifieerd worden 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.

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

8 PRESTATIEKENMERKEN

Voor de prestatiekenmerken wordt verwezen naar CMA deel 6.

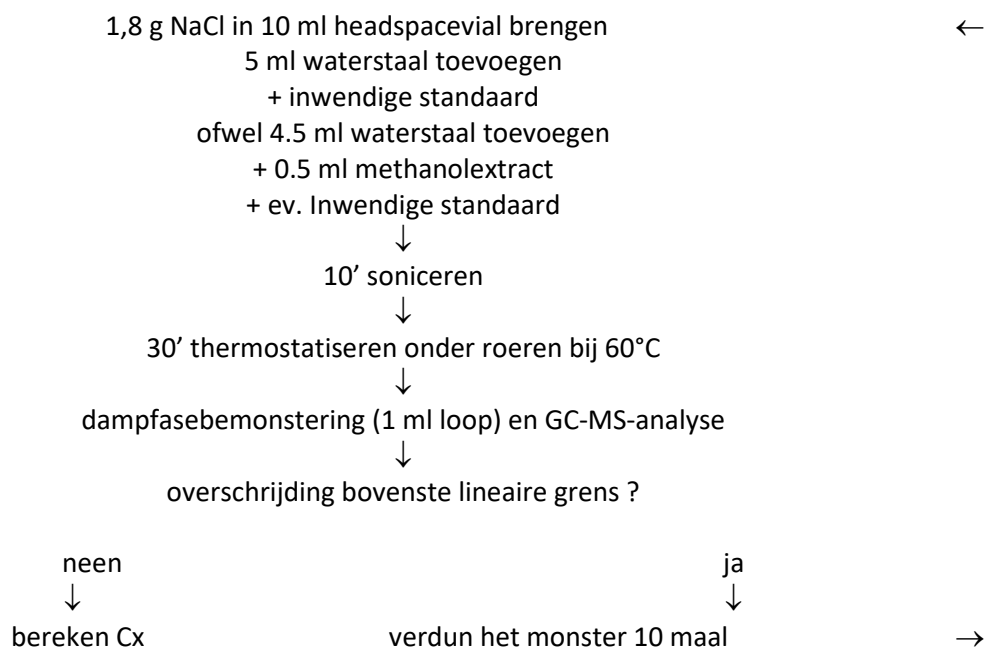
9 RAPPORTERING

Voor stalen geanalyseerd onder erkenning wordt voor de rapportering (eenheden en maximale rapportagegrenzen) verwezen naar CMA/6/A.

Vermeld op het analyserapport dat de concentraties voor vinylchloride en voor de alkanen (C6, C7 en C8) indicatief zijn.

In geval semi-kwantitatieve bepalingen werden uitgevoerd van andere verbindingen dan deze aanwezig in de VOC lijst dient dit expliciet in het verslag vermeld te worden.

BIJLAGE 1 VOORBEELD VAN HEADSPACE PRECONCENTRERING



BIJLAGE 2 TYPISCHE TOESTELINSTELLINGEN VOOR DE BEPALING VAN VOC

<u>Purge and trap</u>	<u>off-line</u>	<u>on-line</u>
Purgeereenheid		
Purgeervolume	: 50 ml	10 ml
Heliumdebiet	: 40 ml/min	40 ml/min
Totale purgeertijd	: 15 min	8 min
Purgeertemperatuur	: 30 °C	30°C
Trap	: 300mg Carbotrap 300	
Desorptie-eenheid		
Draaggas en druk	: Helium, 175 kPa	Helium, 175 kPa
Desorptietemperatuur	: 330°C	250°C
Desorptieperiode	: 10 min	10 min
Herconditioneringstemperatuur	: 250 °C	250°C
Herconditioneringstijd	: ~30 min	~30 min
Interne traptemperatuur	: -75 °C	-100°C
Flashverdampingstemperatuur	: 240 °C	180°C
Flashverdampingstijd	: 4 min	
Splitverhouding	: 1/5 of 1/20	-
Transferlijntemperatuur	: 200 °C	
<u>Headspace</u>		
Oventemperatuur :	60°C	
Looptemperatuur :	80°C	
Transferleidingtemp.:	90°C	
Thermostatisatieduur :	30 min	
Pressurization druk :	125 kPa	
Pressurization duur :	0,2 min	
Loopvulling duur :	0,4 min	
Injectieduur :	2 min	
<u>Kolomspecificaties</u>	: DB-5ms624 of equivalent, bv. 60 m x 0.25 mm x 0.25 µm	
<u>GC-instellingen</u>		<u>MS-instellingen</u>
Draaggas	: Helium, constant flow	Brontemperatuur : 230 °C
Interfacetemperatuur	: 200 °C	Elektronenenergie : 70 eV
Split vent	: 10 ml/min	Scan range : 45 tot 300 amu
Kolom flow	: 1.0 ml/min	
Temperatuursprogrammatie		
35°C	: 3 min	
35°C → 170 °C	: 5 °C / min	
totale duur	: 30 min	