

## Compendiumprocedure LUC/IV/011

# Gecombineerde methode voor de kwantitatieve bepaling van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen met GC-MS

## *Validatierapport*

Geyskens F., Spruyt M., Lauwers J., Lenaers G.

Studie uitgevoerd in opdracht van: Departement Omgeving  
2018/MRG/R/1748

Oktober 2018



### VITO NV

Boeretang 200 - 2400 MOL - BELGIE  
Tel. + 32 14 33 55 11 - Fax + 32 14 33 55 99  
vito@vito.be - www.vito.be

BTW BE-0244.195.916 RPR (Turnhout)  
Bank 375-1117354-90 ING  
BE34 3751 1173 5490 - BBRUBEBB



## INHOUD

Inhoud	III
<b>HOOFDSTUK 1. Achtergrond</b>	<b>1</b>
<b>HOOFDSTUK 2. Vaststellen van prestatiekenmerken</b>	<b>3</b>
<b>HOOFDSTUK 3. Uitvoering, resultaten en conclusies</b>	<b>4</b>
3.1 <i>Specificiteit (via onderzoek GC-scheiding)</i>	4
3.2 <i>Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens</i>	7
3.3 <i>Lineariteit</i>	9
3.3.1 <i>Lineariteit via RRF</i>	9
3.3.2 <i>Lineariteit via R<sup>2</sup></i>	12
3.3.3 <i>Onafhankelijke controlestandaard</i>	14
3.4 <i>Werkgebied</i>	21
3.5 <i>Desorptie-efficiëntie</i>	24
3.6 <i>Meetonzekerheid van de analysemethode</i>	26
<b>HOOFDSTUK 4. Conclusies</b>	<b>29</b>



## HOOFDSTUK 1. ACHTERGROND

Het valideren van nieuwe analysemethoden en het optimaliseren van bestaande methoden is een essentiële taak van VITO als referentielaboratorium in opdracht van de Vlaamse Overheid, Departement Omgeving (DO).

Het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC, ontwikkeld door VITO in opdracht van de Vlaamse overheid) telt momenteel tien compendiumprocedures voor Vluchtige Organische Stoffen, telkens met 0,1 tot 3 maal de algemene emissiegrenswaarde als werkgebied van de methode.

Twee adsorptiemedia worden aldaar gebruikt teneinde de stoffen uit volgende parameterpakketten te kwantificeren:

Adsorptiemedium	Vluchtige Organische Stoffen	Extractie oplossing	Analyse methode	Parameter pakket
Actief kool	Aromatische koolwaterstoffen	CS <sub>2</sub>	LUC/IV/001	L.6. en L.7.3.
	Alifatische halogeenkoolwaterstoffen		LUC/IV/002	L.6.
	Olefinische koolwaterstoffen		LUC/IV/005	L.7.1.
	Paraffinische koolwaterstoffen		LUC/IV/006	L.6.
Actief kool	Ethers	DCM/MeOH	LUC/IV/008	L.6.
	Glycoethers		LUC/IV/003	L.7.2.
	Esters en acrylaten		LUC/IV/004	L.6 en L.7.4.
	Ketonen		LUC/IV/007	L.6.
Koolstof moleculaire zeef	Alcoholen	DCM/MeOH	LUC/IV/009	L.6.
	Dimethylformamide		LUC/IV/010	L.7.6.

Het doel van het hierna beschreven en gedocumenteerde validatieonderzoek is tweeledig.

In eerste instantie zal een universeel toepasbare methodiek voor de bepaling van een selectie L.6. en L.7. componenten (met name deze gestipuleerd in de bestaande, componentgroep specifieke methoden LUC/IV/001 t.e.m. -009) in emissies worden ontwikkeld. Praktijkervaring leert immers dat (compendium) meetmethoden vaak worden gecombineerd, als gevolg van het gezamenlijk aanwezig zijn van verschillende Vluchtige Organische Stoffen (VOS) in emissies. Daarnaast zal het toepassingsgebied van resulterende, gecombineerde analysemethoden worden uitgebreid met overige, relevante VOS binnen de parameterpakketten L.6. en L.7.

Voorafgaandelijk werd via een enquête gepeild naar de state of the art evenals de noden van (kandidaat) erkende laboratoria inzake de monsternaming en analyse van VOS (L.6. en L.7. parameterpakketten in het bijzonder) in emissies.

Vaststellingen uit deze enquête werden gecommuniceerd ter gelegenheid van de LABS-dag 2016 en vervolgens aangewend om de praktijkrelevantie van het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht te versterken.

In deze fase van het onderzoek worden bestaande LUC analysemethoden gecombineerd tot twee GC-MS meetmethoden:

- met actief kool als adsorptiemedium en CS<sub>2</sub> als desorptievloeistof,
- met koolstof moleculaire zeef als adsorptiemedium en DCM/MeOH als extractieoplossing.

Beide methoden worden toepasbaar voor luchtconcentraties die 0,01 tot 3 maal de algemene emissiegrenswaarde benaderen. Dit concentratiebereik maakt de methoden toepasbaar voor de

analyse van adsorptiepatronen na bemonstering van VOS in een gasstroom, rekening houdend met verschillende bemonsteringsmethodes en eventuele voorbehandelingsstappen beschreven in de monsternamemethode LUC/IV/000 (cf. maximale verdunningsfactor 10).

Concreet wensen we volgende compendiumprocedures te combineren tot een overkoepelende analysemethode met actief kool als adsorptiemedium en CS<sub>2</sub> als desorptievloeistof: LUC/IV/001, LUC/IV/002, LUC/IV/005, LUC/IV/006 en LUC/IV/008.

De compendiumprocedures LUC/IV/003, LUC/IV/004, LUC/IV/007 en LUC/IV/009 worden onder de noemer van de tweede GC-MS methode gebracht (met carboxen 1000 als adsorptiemedium en DCM/MeOH als extractievloeistof).

Beide methoden, respectievelijk LUC/IV/011 en LUC/IV/012, kunnen zowel alternatief (en kostenbesparend) als complementair zijn ten opzichte van de individuele analysemethoden.

Compendiumprocedure LUC/IV/011 beschrijft de werkwijze die wordt gevolgd bij de uitvoering van laboratoriumanalyses van Vluchtige Organische Stoffen in emissies, gebruik makend van actieve monsterneming met een adsorptiebuis, vloeistofdesorptie en gaschromatografie met detectie via massaspectrometrie.

Deze methode beoogt de kwantitatieve bepaling van 47 specifieke stoffen in lucht waarbij gebruik wordt gemaakt van een monsternamebuisje gevuld met actief kool (SKC type 226-09, 400/200 mg) als adsorptiemedium. CS<sub>2</sub> (met 8 ml desorptievolume) fungeert als desorptievloeistof.

De actuele uitbreiding van het toepassingsgebied van compendiumprocedure LUC/IV/011 (cf. doelstelling 2 van het validatieonderzoek) heeft betrekking op volgende analyseparameters:

LUC/IV/011	Actuele uitbreiding toepassingsgebied	
Aromatische koolwaterstoffen	1,2-Dichloorbenzeen (*)	L.7.3.
	1,4-Dichloorbenzeen (*)	
Alifatische halogeenkoolwaterstoffen	1,1-Dichloorethyleen	L.6.
	2-Chloorpropaan	
	1,1-Dichloorethaan (*)	
	cis-1,2-Dichlooretheen (*)	
	trans-1,2-Dichlooretheen (*)	
Olefinische koolwaterstoffen	n-Noneen	L.7.1.
Esters	Vinylacetaat	L.6.
	n-Butylacetaat	
Ketonen	Aceton	L.6.

(\*) Praktijkrelevantie aangetoond via enquête bij de laboratoria

## HOOFDSTUK 2. VASTSTELLEN VAN PRESTATIEKENMERKEN

---

Prestatiekenmerken worden in één gecombineerd onderzoek bepaald.

Standaardoplossingen en synthetische monsters, beide met gekende concentraties vluchtige organische stoffen gelden als validatiemateriaal.

Als referentiekader voor het definiëren van de prestatievereisten binnen het huidig validatieonderzoek gelden volgende WAC procedures (consulteerbaar via <https://emis.vito.be/nl/line-erkenningen-water>) :

- Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC), WAC/VI/A/001, Prestatiekenmerken,
- Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC), WAC/VI/A/002, Meetonzekerheid,
- Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC), WAC/VI/A/003, Kwaliteitseisen voor analysemethoden.

## HOOFDSTUK 3. UITVOERING, RESULTATEN EN CONCLUSIES

---

### 3.1 SPECIFICITEIT (VIA ONDERZOEK GC-SCHEIDING)

*Identificatie* van geselecteerde Vluchtige Organische Stoffen in een luchtmonster gebeurt op basis van retentietijden en aan de hand van de relatieve intensiteiten van de (via de Selected Ion Monitoring methode) gemeten specifieke ionen.

De retentietijden van betrokken componenten evenals de relatieve intensiteiten van geselecteerde diagnostische ionen (waarvan een typisch voorbeeld in Tabel 2) worden experimenteel bepaald en zijn toestelafhankelijk.

Voor een positieve identificatie van een onderzochte component in onbekende extractie-oplossingen dient de (relatieve) retentietijd van een component dezelfde te zijn als deze van een kalibratiestandaard, binnen een marge van  $\pm 5$  sec.

Ter identificatie van betrokken stof in reële monsters worden daarenboven de ionverhoudingen van de karakteristieke massa's vergeleken met deze in een kalibratiestandaard.



Als evaluatiecriteria gelden deze beschreven in Tabel 1.

*Tabel 1: De maximaal toelaatbare marge voor de ionenratio's van karakteristieke massa's ten opzichte van deze in de kalibratiestandaard*

Relatieve intensiteit (% van de hoofdpijk)	Maximaal toelaatbare marge
> 50%	± 10%
> 20 tot 50%	± 15%
> 10 tot 20%	± 20%
≤ 10%	± 50%

Kwantificatie van individuele stoffen (eveneens in SIM mode) gebeurt met 2-fluortolueen als interne standaard, door vergelijking van de geïntegreerde piekoppervlakken van het meest karakteristieke ion voor de te bepalen stof en de interne standaard. De overeenkomstige massa van de te bepalen stof op betrokken monsterbuisje wordt vervolgens bepaald aan de hand van relatieve responsfactoren (RRF) of via een kalibratierechte.

De kwaliteit van de kolom wordt op regelmatige basis getest aan de hand van de scheiding van een voor de kolom karakteristiek kritisch paar in een kalibratiechromatogram. In deze toepassing dienen Ethylbenzeen en m+p-Xyleen volledig gescheiden te zijn.

Tabel 2: Karakteristieke retentietijden  $R_t$ ,  $m/z$ -waarden voor target- en kwalifier ionen en relatieve intensiteiten

LUC/IV/011 Component	$R_t$ (min)	Identificatie van VOS via GC-MS (in SIM mode)		
		Target $m/z$	Qualifier $m/z$	Relatieve intensiteit
n-Pentaaan	2,22	43	72	0,14
di-Ethylether	2,50	59	74	0,76
2-Chloorpropaan	2,62	63	78	0,67
Aceton	2,69	58	42	0,16
1,1-Dichlooretheleen	2,84	96	98	0,64
Dichloormethaan	3,37	49	84	0,79
trans-1,2-Dichlooretheleen	3,81	61	96	0,72
1-Hexaan	3,90	84	69	0,88
n-Hexaan	3,92	86	71	0,31
di-Isopropylether	4,32	45	87	0,32
1,1-Dichloorethaan	4,47	63	65	0,32
Vinylacetaat	4,50	43	86	0,12
cis-1,2-Dichlooretheleen	5,58	61	96	0,78
Trichloormethaan (Chloroform)	5,84	83	85	0,65
Tetrahydrofuraan	6,16	72	71	0,94
1,1,1-Trichloorethaan	6,47	97	99	0,64
Tetrachloormethaan	6,85	117	119	0,97
1-Heptaan	6,96	98	83	0,35
n-Heptaan	7,00	100	85	0,14
1,2-Dichloorethaan	7,10	62	98	0,09
Benzeen	7,11	78	77	0,22
Trichlooretheleen	7,96	130	132	0,98
1,4-Dioxaan	8,55	88	58	0,61
1-Octaan	9,30	112	83	3,20
n-Octaan	9,34	114	86	0,40
Tolueen	9,57	91	92	0,62
2-Fluortolueen	9,84	109	110	0,51
1,1,2-Trichloorethaan	9,99	97	99	0,63
n-Butylacetaat	10,32	43	56	0,46
Tetrachlooretheleen	10,32	166	164	0,77
1,2-Dibroommethaan	10,80	107	109	0,96
di-n-Butylether	11,12	87	101	0,25
1-Noneen	11,12	126	82	0,93
n-Nonaan	11,12	128	100	0,09
Chloorbenzeen	11,27	112	77	0,55
Ethylbenzeen	11,33	91	106	0,33
m+p-Xyleen	11,42	91	106	0,52
o-Xyleen	11,92	91	106	0,49
Styreen	11,95	104	103	0,52
Isopropylbenzeen (Cumeen)	12,31	105	120	0,28
1-Deceen	12,61	140	96	0,60
n-Decaan	12,63	142	100	0,08
1,3,5-Trimethylbenzeen	12,92	105	120	0,53
1,2,4-Trimethylbenzeen	13,36	105	120	0,46
1,2,3-Trimethylbenzeen	13,86	105	120	0,45
1,4-Dichloorbenzeen	13,89	146	148	0,64
1,2-Dichloorbenzeen	14,21	146	148	0,66

### 3.2 AANTOONBAARHEIDS- EN BEPALINGSGRENS

Synthetische monsters met concentratie nabij respectievelijk 0,06 en 0,6 µg te bepalen stof/g desorptievloeistof, worden gekwantificeerd onder intra-reproduceerbaarheidscondities (n is 9 voor beide concentratieniveaus).

Vervolgens wordt in elk chromatogram de signaal/ruis verhouding voor de piek welke overeenstemt met de component bepaald. Hierbij wordt de piekhoogte als signaal genomen.

Uit de aldus verkregen signaal/ruis verhouding en het gemeten gehalte van de component wordt de aantoonbaarheidsgrens voor betrokken monsters berekend, zijnde het gehalte dat overeenkomt met een signaal/ruis verhouding van 3.

De bepalingsgrens wordt gelijkgesteld aan tweemaal de aantoonbaarheidsgrens.

De hoogste van de bekomen waarden wordt als uiteindelijke maat voor de bepalingsgrens gehanteerd, variërend tussen 6 ng/g CS<sub>2</sub> voor Isopropylbenzeen (cf. Tabel 3 voor stoffen met 0,03 µg/g als laagste ijkpunt) en 0,472 µg/g CS<sub>2</sub> voor 1-Deceen (cf. Tabel 4 voor stoffen met lagere gevoeligheid).

Tabel 3: Bepalingsgrens van de GC-MS methode voor op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen (via synthetisch monster met concentratie C<sub>1</sub>)

Actief koolmethode					Bepalingsgrens (µg/g)	
Validatiemateriaal:					Standaardoplossing met concentratie C <sub>1</sub> (0,06 µg/g) Dag 1 - 4 (n:9)	
Component	Gem.	SD	RSD	Max	0,01 * EGW (µg/g, 10 NI, 8 ml CS <sub>2</sub> )	
<b><u>Aromatische</u></b> (LUC/IV/001)						
<b><u>koolwaterstoffen</u></b>						
Benzeen	0,030	0,006	19%	0,036	0,05	
1,2-Dichloorbenzeen	0,007	0,001	8,9%	0,007	0,2	
Chloorbenzeen	0,010	0,000	2,8%	0,010	1,0	
Isopropylbenzeen	0,006	0,000	2,4%	0,006	1,0	
1,4-Dichloorbenzeen	0,007	0,001	12%	0,008	1,0	
Ethylbenzeen	0,006	0,000	1,8%	0,006	1,0	
Styreen	0,026	0,001	3,2%	0,027	1,0	
Tolueen	0,007	0,000	4,7%	0,008	1,0	
1,2,3-Trimethylbenzeen	0,007	0,000	2,6%	0,007	1,0	
1,2,4-Trimethylbenzeen	0,006	0,000	1,9%	0,006	1,0	
1,3,5-Trimethylbenzeen	0,007	0,000	2,9%	0,007	1,0	
o-Xyleen	0,008	0,000	2,3%	0,008	1,0	
m+p-Xyleen	0,008	0,000	3,4%	0,008	1,0	
<b><u>Alifatische</u></b> (LUC/IV/002)						
<b><u>halogeenkoolwaterstoffen</u></b>						
1,2-Dibroomethaan	0,027	0,002	7,8%	0,030	0,05	
Trichloormethaan	0,032	0,002	6,8%	0,035	0,2	
Trichlooretheen	0,033	0,002	6,0%	0,035	1,0	
Tetrachlooretheen	0,023	0,001	4,0%	0,024	1,0	
<b><u>Esters</u></b>						
n-Butylacetaat	0,016	0,001	4,0%	0,017	1,5	

Tabel 4: Bepalingsgrens van de GC-MS methode voor op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen (via synthetisch monster met concentratie C<sub>2</sub>)

Actief koolmethode					Bepalingsgrens (µg/g)	
Validatiemateriaal:					Standaardoplossing met concentratie C <sub>2</sub> (0,6 µg/g) Dag 1 - 4 (n:9)	
Component	Gem.	SD	RSD	Max	0,01 * EGW (µg/g, 10 NI, 8 ml CS <sub>2</sub> )	
<b><u>Alifatische</u></b> (LUC/IV/002)						
<b><u>halogeenkoolwaterstoffen</u></b>						
1,2-Dichloorethaan	0,028	0,003	9,9%	0,031	0,2	
1,1-Dichloorethyleen	0,063	0,007	11%	0,071	0,2	
Tetrachloormethaan	0,036	0,004	12%	0,041	0,2	
1,1,2-Trichloorethaan	0,032	0,003	10%	0,036	0,2	
2-Chloorpropaan	0,164	0,016	9,5%	0,182	1,0	
1,1-Dichloorethaan	0,041	0,004	9,0%	0,045	1,0	
1,1,1-Trichloorethaan	0,036	0,004	11%	0,040	1,0	
cis-1,2-Dichlooretheen	0,043	0,004	8,6%	0,047	1,5	
trans-1,2-Dichlooretheen	0,048	0,002	3,8%	0,050	1,5	
Dichloormethaan	0,036	0,003	8,8%	0,041	1,5	
<b><u>Olefinische</u></b> (LUC/IV/005)						
<b><u>koolwaterstoffen</u></b>						
1-Hexeen	0,150	0,014	9,6%	0,170	1,5	
1-Hepteen	0,216	0,026	12%	0,248	1,5	
1-Octeen	0,278	0,032	12%	0,341	1,5	
1-Noneen	0,329	0,040	12%	0,375	1,5	
1-Deceen	0,409	0,044	11%	0,472	1,5	
<b><u>Paraffinische</u></b> (LUC/IV/006)						
<b><u>koolwaterstoffen</u></b>						
n-Pentaaan	0,033	0,003	8,6%	0,036	1,5	
n-Hexaaan	0,157	0,016	10%	0,181	1,5	
n-Heptaaan	0,114	0,014	12%	0,134	1,5	
n-Octaaan	0,173	0,024	14%	0,197	1,5	
n-Nonaan	0,147	0,015	10%	0,163	1,5	
n-Decaaan	0,157	0,016	10%	0,180	1,5	
<b><u>Ethers</u></b> (LUC/IV/008)						
1,4-Dioxaan	0,041	0,004	9,2%	0,045	0,2	
Tetrahydrofuraan	0,086	0,008	9,3%	0,094	1,0	
di-n-Butylether	0,094	0,014	15%	0,116	1,5	
di-Ethylether	0,075	0,007	9,0%	0,083	1,5	
di-Isopropylether	0,032	0,003	8,7%	0,036	1,5	
<b><u>Esters</u></b>						
Vinylacetaat	0,038	0,003	8,6%	0,042	1,0	
<b><u>Ketonen</u></b>						
Aceton	0,086	0,007	8,6%	0,096	1,5	

Als toetsingswaarde voor de bepalingsgrens wordt  $0,01 \cdot$  de algemene emissiegrenswaarde (uitgedrukt in  $\mu\text{g/g}$ , indien 10 nl monstervolume en 8 ml desorptievolume) gehanteerd. Voor het merendeel van de stoffen is de bepalingsgrens ver beneden deze streefwaarde (cf. maximale waarde en toetsingswaarde voor bepalingsgrens in Tabel 3 en 4).

In relatie tot de beoogde toepasbaarheid van de meetmethode (cf. regelgeving en verdunningsfactor 10), is de bepalingsgrens een kritische parameter (met bepalingsgrens groter dan een vijfde van de gehanteerde toetsingswaarde) voor volgende componenten:

- Aromatische koolwaterstoffen: Benzeen,
- Alifatische halogeenkoolwaterstoffen: 1,2-Dibroomethaan, 1,1-Dichloorethyleen en Tetrachloormethaan,
- Olefinische koolwaterstoffen: 1-Octeen, 1-Noneen en 1-Deceen,
- Ethers: 1,4-Dioxaan.

Minstens bij het begin van elke meetreeks dient de toestelgevoeligheid gecontroleerd te worden. Het toestel moet voldoende gevoelig zijn en blijven om de rapportagegrens voor Benzeen en 1,2-Dibroomethaan te kunnen halen (cf. respectievelijk 72% en 59% verhouding tussen maximale waarde en toetsingswaarde bepalingsgrens in Tabel 3).

Bemerkt dat in deze methode split (met ratio 1/20) wordt geïnjecteerd. Een injectie van monster- en standaardoplossingen in splitless modus kan worden overwogen teneinde zeer lage concentraties (nabij de aantoonbaarheidsgrens) te meten.

### 3.3 LINEARITEIT

Het kalibratiemodel wordt vastgelegd bij validatie (op dag 0, 1 en 2) en dit aan de hand van maximaal acht concentratieniveaus, gespreid over het beoogde werkgebied (0,03 - 450  $\mu\text{g}$  te bepalen stof/g desorptievloeistof).

Afhankelijk van de bepalingsgrens en de beoogde toepassing van de meetmethode, bedraagt het aantal kalibratiepunten voor individuele stoffen vijf (cf. kalibratierechte voor 1-Deceen) tot acht (voor componenten met hoge gevoeligheid en/of lage normwaarde).

#### 3.3.1 LINEARITEIT VIA RRF

Ter gelegenheid van een uitgebreide kalibratie (telkens n.a.v. een ernstige instrumentele ingreep) wordt het lineaire verloop van de responscurve als volgt gecontroleerd:

- De relatieve responsfactoren  $(A_i \cdot C_{IS}) / (A_{IS} \cdot C_i)$  worden berekend en uitgezet in functie van  $C_i$  ;
- Daarop wordt het concentratiegebied bepaald waarvoor deze waarden niet meer dan 15% afwijken van de gemiddelde RRF-waarde.

De resultaten in Tabel 4 en 5 bevestigen het constante verloop van individuele RRF-waarden over het beoogde werkgebied evenals de reproduceerbaarheid van de gemiddelde waarden. Betrokken componenten zijn aldaar weergegeven in volgorde van gevoeligheid en retentietijd.

Tabel 4: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen - Relatieve responsfactoren als functie van de concentratie

Actief koolmethode	Lineariteit via RRF							
Validatiemateriaal:	Standaardoplossingen met concentratie C <sub>1</sub> tot C <sub>8</sub> (0,03 - 450 µg/g)							
	Dag 0							
Concentratie (µg/g)	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	C <sub>3</sub>	C <sub>4</sub>	C <sub>5</sub>	C <sub>6</sub>	C <sub>7</sub>	C <sub>8</sub>
Component	Individuele RRF-waarden							
Trichloormethaan	0,33	0,32	0,32	0,33	0,32	0,32	0,31	0,31
Benzeen	0,89	0,88	0,76	0,79	0,76	0,77	0,77	0,76
Trichlooretheen	0,27	0,25	0,25	0,25	0,25	0,24	0,24	0,24
Toluëen	0,98	0,92	0,91	0,93	0,90	0,92	0,90	0,87
n-Butylacetaat	0,43	0,42	0,40	0,42	0,41	0,42	0,43	0,43
Tetrachlooretheen	0,29	0,30	0,29	0,30	0,29	0,29	0,29	0,28
1,2-Dibroommethaan	0,27	0,26	0,24	0,24	0,23	0,23	0,23	0,23
Chloorbenzeen	0,69	0,66	0,65	0,66	0,64	0,66	0,65	0,63
Ethylbenzeen	1,04	1,04	1,01	1,04	1,02	1,05	1,01	0,98
m+p-Xyleen	0,81	0,80	0,80	0,81	0,80	0,82	0,79	0,77
o-Xyleen	0,88	0,84	0,81	0,82	0,82	0,84	0,81	0,80
Styreen	0,71	0,67	0,68	0,70	0,70	0,74	0,71	0,68
Isopropylbenzeen	1,08	1,08	1,07	1,09	1,08	1,12	1,05	1,02
1,3,5-Trimethylbenzeen	0,95	0,93	0,91	0,92	0,92	0,98	0,91	0,89
1,2,4-Trimethylbenzeen	1,01	1,03	0,99	1,00	1,00	1,07	0,97	0,94
1,2,3-Trimethylbenzeen	1,00	0,91	0,92	0,93	0,93	0,99	0,92	0,90
1,4-Dichloorbenzeen	0,64	0,60	0,60	0,61	0,61	0,63	0,58	0,56
1,2-Dichloorbenzeen	0,59	0,58	0,57	0,58	0,58	0,60	0,55	0,54
n-Pentaaan		0,24	0,23	0,22	0,22	0,22	0,22	0,23
Aceton		0,09	0,09	0,08	0,09	0,09	0,08	0,09
1,1-Dichloorethyleen		0,16	0,15	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14
trans-1,2-Dichlooretheen		0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,22	0,23
di-Isopropylether		0,34	0,33	0,33	0,37	0,35	0,35	0,38
1,1-Dichloorethaan		0,29	0,27	0,27	0,28	0,27	0,27	0,28
Vinylacetaat		0,41	0,41	0,41	0,41	0,41	0,41	0,42
cis-1,2-Dichlooretheen		0,24	0,23	0,24	0,24	0,23	0,23	0,23
1,1,1-Trichloorethaan		0,30	0,31	0,32	0,32	0,31	0,31	0,31
Tetrachloormethaan		0,33	0,30	0,31	0,31	0,31	0,30	0,30
1,2-Dichloorethaan		0,30	0,27	0,28	0,28	0,27	0,27	0,26
1,4-Dioxaan		0,18	0,19	0,19	0,19	0,19	0,18	0,18
1,1,2-Trichloorethaan		0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,19
n-Nonaan		0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
di-Ethylether			0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
2-Chloorpropaan			0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Dichloormethaan			0,09	0,09	0,10	0,09	0,09	0,08
1-Hexeen			0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
n-Hexaan			0,07	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Tetrahydrofuraan			0,11	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12
1-Hepteen			0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
n-Heptaan			0,09	0,09	0,08	0,08	0,08	0,08
1-Octeen			0,02	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02
n-Octaan			0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
di-n-Butylether			0,16	0,16	0,16	0,18	0,17	0,17
1-Noneen			0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
n-Decaan			0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
1-Deceen				0,01	0,01	0,02	0,01	0,01

Tabel 5: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen - Kalibratie a.h.v. relatieve responsfactoren

Actief koolmethode		Lineariteit via RRF							
Validatiemateriaal:		Standaardoplossingen met concentratie C <sub>1</sub> tot C <sub>8</sub> (0,03 - 450 µg/g)							
Component	Dag 0		Dag 1		Dag 2		RRF		
	Gem.	SD	Gem.	SD	Gem.	SD	Mean of means	RSD	
Trichloormethaan	0,32	0,01	0,32	0,01	0,33	0,01	0,32	1,2%	
Benzeen	0,80	0,05	0,80	0,04	0,81	0,04	0,80	0,6%	
Trichlooretheen	0,25	0,01	0,25	0,01	0,24	0,00	0,25	0,8%	
Toluëen	0,92	0,03	0,92	0,03	0,92	0,02	0,92	0,3%	
n-Butylacetaat	0,42	0,01	0,43	0,01	0,44	0,01	0,43	1,8%	
Tetrachlooretheen	0,29	0,01	0,29	0,01	0,29	0,00	0,29	0,9%	
1,2-Dibroomethaan	0,24	0,01	0,24	0,01	0,23	0,01	0,24	1,5%	
Chloorbenzeen	0,65	0,02	0,65	0,02	0,65	0,01	0,65	0,5%	
Ethylbenzeen	1,02	0,02	1,03	0,02	1,02	0,02	1,03	0,2%	
m+p-Xyleen	0,80	0,02	0,80	0,01	0,80	0,02	0,80	0,3%	
o-Xyleen	0,83	0,03	0,82	0,02	0,82	0,02	0,82	0,3%	
Styreen	0,70	0,02	0,70	0,02	0,69	0,03	0,70	0,3%	
Isopropylbenzeen	1,07	0,03	1,08	0,03	1,07	0,04	1,08	0,3%	
1,3,5-Trimethylbenzeen	0,93	0,03	0,92	0,03	0,92	0,05	0,92	0,7%	
1,2,4-Trimethylbenzeen	1,00	0,04	0,99	0,04	0,99	0,05	0,99	0,8%	
1,2,3-Trimethylbenzeen	0,94	0,04	0,94	0,04	0,93	0,04	0,93	0,8%	
1,4-Dichloorbenzeen	0,60	0,03	0,60	0,02	0,60	0,03	0,60	0,5%	
1,2-Dichloorbenzeen	0,58	0,03	0,57	0,02	0,56	0,02	0,57	1,0%	
Validatiemateriaal:		Standaardoplossingen met concentratie C <sub>2</sub> tot C <sub>8</sub> (0,1 - 450 µg/g)							
n-Pentaaan	0,23	0,01	0,23	0,01	0,23	0,01	0,23	1,8%	
Aceton	0,09	0,00	0,09	0,01	0,09	0,00	0,09	1,8%	
1,1-Dichloorethyleen	0,15	0,01	0,14	0,01	0,14	0,01	0,14	0,8%	
trans-1,2-Dichlooretheen	0,23	0,00	0,23	0,00	0,24	0,00	0,23	2,0%	
di-Isopropylether	0,35	0,02	0,37	0,02	0,37	0,03	0,36	2,7%	
1,1-Dichloorethaan	0,27	0,01	0,28	0,00	0,28	0,01	0,28	1,7%	
Vinylacetaat	0,41	0,01	0,42	0,01	0,43	0,01	0,42	2,5%	
cis-1,2-Dichlooretheen	0,23	0,01	0,24	0,01	0,24	0,01	0,24	1,9%	
1,1,1-Trichloorethaan	0,31	0,01	0,32	0,01	0,32	0,01	0,32	0,8%	
Tetrachloormethaan	0,31	0,01	0,31	0,01	0,31	0,01	0,31	0,2%	
1,2-Dichloorethaan	0,28	0,01	0,28	0,01	0,29	0,02	0,28	2,2%	
1,4-Dioxaan	0,19	0,00	0,19	0,01	0,19	0,00	0,19	1,1%	
1,1,2-Trichloorethaan	0,20	0,00	0,20	0,00	0,20	0,00	0,20	0,9%	
n-Nonaan	0,04	0,00	0,04	0,00	0,04	0,00	0,04	1,9%	
Validatiemateriaal:		Standaardoplossingen met concentratie C <sub>3</sub> tot C <sub>8</sub> (0,3 - 450 µg/g)							
di-Ethylether	0,099	0,001	0,100	0,004	0,101	0,002	0,100	1,1%	
2-Chloorpropaan	0,050	0,001	0,050	0,002	0,050	0,001	0,050	0,4%	
Dichloormethaan	0,091	0,004	0,096	0,005	0,100	0,005	0,095	4,9%	
1-Hexeen	0,069	0,001	0,069	0,001	0,069	0,001	0,069	0,5%	
n-Hexaan	0,061	0,003	0,062	0,002	0,063	0,004	0,062	1,5%	
Tetrahydrofuraan	0,120	0,003	0,123	0,001	0,123	0,003	0,122	1,3%	
1-Hepteen	0,043	0,001	0,043	0,001	0,044	0,002	0,043	1,7%	
n-Heptaan	0,083	0,004	0,082	0,001	0,083	0,002	0,083	0,9%	

<b>1-Octeen</b>	0,024	0,001	0,024	0,001	0,025	0,001	0,025	1,3%
<b>n-Octaan</b>	0,041	0,001	0,041	0,001	0,040	0,001	0,041	0,7%
<b>di-n-Butylether</b>	0,167	0,006	0,168	0,007	0,169	0,009	0,168	0,5%
<b>1-Noneen</b>	0,019	0,001	0,018	0,001	0,018	0,001	0,018	1,1%
<b>n-Decaan</b>	0,037	0,002	0,037	0,002	0,037	0,002	0,037	0,5%
<b>Validatiemateriaal:</b>	Standaardoplossingen met concentratie C <sub>4</sub> tot C <sub>8</sub> (1 - 450 µg/g)							
<b>1-Deceen</b>	0,014	0,001	0,015	0,001	0,014	0,001	0,014	0,8%

### 3.3.2 LINEARITEIT VIA R<sup>2</sup>

Ter berekening van onbekenden (cf. routine kalibratie) wordt lineaire regressie toegepast. Op de X-as en de Y-as van de kalibratierechte worden de verhoudingen uitgezet van respectievelijk de concentraties en de piekoppervlakten van de te bepalen stof en de interne standaard.

Kwaliteitsmaten voor de regressierechte worden als volgt gestipuleerd:

- De resulterende correlatiecoëfficiënt R<sup>2</sup> dient minimaal 0,995 te bedragen voor elke component;
- De residuele afwijking  $\delta$  van de met de lineaire regressie berekende concentratie (c<sub>calc</sub>) t.o.v. de gewogen concentraties (c<sub>ref</sub>) (met  $\delta = \frac{c_{calc}}{c_{ref}} - 1$ ) bedraagt maximaal 15% voor elk van de beproefde concentratieniveau's, met uitzondering van deze voor het laagste ijkpunt;
- Desgevallend geldt 25% als eis.

Bij wijze van voorbeeld worden hierna de kalibratiegegevens voor dag 0 (in Tabel 6) samengevat.

Voor elk van de beproefde stoffen is voldaan aan de eisen gesteld aan de routine en uitgebreide kalibratie (op dag 0, 1 en 2).



Tabel 6: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen - Kalibratie d.m.v. een regressierechte

Component	R <sup>2</sup>	Residuele afwijking $\delta$							
		Standaardoplossingen met concentratie C <sub>1</sub> tot C <sub>8</sub> (0,03 - 450 $\mu\text{g/g}$ ) Dag 0							
Validatiemateriaal:		C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	C <sub>3</sub>	C <sub>4</sub>	C <sub>5</sub>	C <sub>6</sub>	C <sub>7</sub>	C <sub>8</sub>
( $\mu\text{g/g}$ )		0,03	0,1	0,3	1	10	100	300	450
Trichloormethaan	1,0000	7,2%	3,9%	3,9%	7,8%	4,8%	3,0%	0,0%	-0,1%
Benzeen	1,0000	17%	15%	-0,3%	3,4%	-0,4%	0,3%	0,7%	-0,3%
Trichlooretheen	1,0000	12%	3,1%	2,3%	5,6%	2,3%	2,0%	0,5%	0,3%
Tolueen	0,9996	11%	4,4%	2,5%	5,5%	2,2%	4,3%	2,1%	-1,1%
n-Butylacetaat	0,9999	0,8%	-0,9%	-5,5%	-2,9%	-3,4%	-0,9%	1,3%	-0,5%
Tetrachlooretheen	0,9997	2,9%	8,1%	3,0%	5,2%	3,0%	2,9%	1,8%	-0,9%
1,2-Dibroomethaan	1,0000	17%	11%	4,0%	3,1%	0,4%	1,0%	0,3%	-0,2%
Chloorbenzeen	0,9997	7,4%	3,5%	1,3%	3,3%	0,4%	3,3%	1,7%	-0,9%
Ethylbenzeen	0,9995	5,4%	5,0%	2,2%	5,7%	3,4%	6,0%	2,0%	-1,1%
m+p-Xyleen	0,9996	4,5%	3,3%	3,3%	4,6%	2,2%	5,3%	1,8%	-1,0%
o-Xyleen	0,9998	9,4%	4,6%	0,7%	2,8%	1,8%	4,5%	1,4%	-0,8%
Styreen	0,9995	2,2%	-3,3%	-2,0%	1,0%	1,1%	6,5%	2,0%	-1,2%
Isopropylbenzeen	0,9994	4,1%	4,3%	3,9%	5,5%	4,2%	8,4%	1,9%	-1,2%
1,3,5-Trimethylbenzeen	0,9995	6,0%	2,9%	1,1%	2,6%	2,1%	8,3%	1,4%	-1,0%
1,2,4-Trimethylbenzeen	0,9990	5,7%	8,5%	4,1%	5,2%	5,2%	12%	1,6%	-1,3%
1,2,3-Trimethylbenzeen	0,9995	10%	-0,4%	1,1%	2,6%	2,0%	8,6%	0,8%	-0,8%
1,4-Dichloorbenzeen	0,9990	13%	6,3%	7,0%	7,9%	7,3%	11%	2,2%	-1,5%
1,2-Dichloorbenzeen	0,9992	8,9%	6,7%	5,4%	7,2%	5,9%	9,9%	1,7%	-1,2%
n-Pentaaan	0,9994		7,4%	2,2%	-2,4%	-2,7%	-2,0%	-2,9%	1,3%
Aceton	0,9990		-2,0%	4,4%	-6,1%	-1,0%	0,3%	-3,9%	1,7%
1,1-Dichloorethyleen	0,9998		11%	5,8%	1,6%	2,2%	1,4%	-1,9%	0,7%
trans-1,2-Dichlooretheen	0,9997		-3,0%	2,3%	1,1%	2,3%	0,3%	-2,0%	0,9%
di-Isopropylether	0,9977		-9,8%	-11%	-11%	-1,4%	-6,8%	-5,6%	2,7%
1,1-Dichloorethaan	0,9995		5,6%	0,6%	0,6%	1,4%	-1,6%	-2,6%	1,2%
Vinylacetaat	0,9997		-1,0%	-1,1%	-3,0%	-1,4%	-1,9%	-1,9%	0,9%
cis-1,2-Dichlooretheen	1,0000		6,1%	0,6%	4,8%	3,3%	2,5%	-0,3%	0,0%
1,1,1-Trichloorethaan	0,9999		-1,6%	1,9%	4,5%	2,5%	1,9%	0,6%	-0,4%
Tetrachloormethaan	0,9999		10%	2,0%	4,6%	2,6%	2,5%	0,5%	-0,4%
1,2-Dichloorethaan	0,9996		17%	4,3%	8,9%	5,7%	4,7%	1,9%	-1,0%
1,4-Dioxaan	1,0000		0,0%	2,3%	3,7%	1,9%	1,1%	-0,1%	0,0%
1,1,2-Trichloorethaan	1,0000		3,1%	1,3%	3,5%	0,5%	0,4%	0,4%	-0,2%
n-Nonaan	0,9992		1,1%	6,0%	6,9%	3,4%	8,2%	2,2%	-1,5%
di-Ethylether	0,9995			-1,1%	0,6%	0,1%	0,5%	-2,6%	1,0%
2-Chloorpropaan	0,9996			1,4%	-1,2%	1,2%	2,1%	-2,2%	0,9%
Dichloormethaan	0,9994			5,3%	8,8%	12%	9,5%	0,6%	-0,7%
1-Hexeen	0,9997			1,9%	0,6%	-0,1%	-2,1%	-2,0%	0,9%
n-Hexaan	0,9993			10%	0,8%	0,3%	-3,0%	-2,9%	1,4%
Tetrahydrofuraan	1,0000			-6,3%	-1,5%	-0,1%	1,2%	-0,7%	0,2%
1-Hepteen	1,0000			2,2%	-2,2%	-1,4%	0,3%	0,7%	-0,2%
n-Heptaan	0,9999			11%	5,8%	0,3%	1,0%	1,3%	-0,7%
1-Octeen	0,9998			-3,1%	-1,1%	-4,4%	-0,3%	1,7%	-0,7%
n-Octaan	0,9995			6,3%	-0,3%	-1,8%	2,2%	2,3%	-1,3%
di-n-Butylether	0,9993			-3,8%	-3,0%	-1,9%	4,8%	2,6%	-1,4%
1-Noneen	0,9995			5,3%	-1,3%	-3,1%	4,9%	1,8%	-1,4%

<b>n-Decaan</b>	0,9993	-2,3%	-2,0%	2,5%	9,9%	1,1%	-0,9%
<b>1-Deceen</b>	0,9997		-4,7%	-5,2%	5,4%	0,7%	-0,6%

### 3.3.3 ONAFHANKELIJKE CONTROLESTANDAARD

De juistheid van de kalibratieoplossingen dient regelmatig gecontroleerd te worden.

Als onderdeel van de routine kalibratie worden daartoe controlestandaarden geanalyseerd. Deze worden onafhankelijk bereid met concentraties relevant voor praktijkmonsters (1, 15 en 150 µg te bepalen stof/g desorptievloeistof).

De gemeten concentraties mogen niet meer dan **15%** afwijken van de reële concentraties.

De terugvinding van alle componenten gestipuleerd in Tabel 7 (voor C<sub>1</sub>), Tabel 8 (voor C<sub>2</sub>) en Tabel 9 (voor C<sub>3</sub>) dient bijgevolg tussen 85 en 115% te liggen.

De relatieve standaarddeviatie berekend op basis van herhaalde analyse van de controlestandaarden (op dag 0, in drievoud) geldt als maat voor de herhaalbaarheid van de analysemethode voor de beproefde componenten.

Acht analyses van elk van de controlestandaarden worden uitgevoerd onder intra-reproduceerbaarheidscondities (cf. dag 0 tot 5).

De herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt heeft als doelwaarde **3%**.

In geval van paraffinische en olefinische koolwaterstoffen met concentratie C<sub>1</sub> is echter niet voldaan aan deze gewenste specificatie (met 4,5% als maximale waarde voor 1-Deceen).

Uit de Tabellen 7 t.e.m. 9 kan worden afgeleid dat de reproduceerbaarheid voor elk van de controlestandaarden lager is dan de doelwaarde van **6%**. Uitzondering vormt de reproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt voor di-Isopropylether. Deze bedraagt 6,2%, indien C<sub>1</sub>.

Tabel 7: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen - Terugvinding controlestandaard met concentratie  $C_1$

Component	Herhaalbaarheid			Terugvinding		
	RSD	Gem.	SD	RSD	Min	Max
Validatiemateriaal	Controlestandaardoplossing $C_1$ (1 µg/g)					
	(Dag 0, n: 3)			(Dag 0 - 5, n: 8)		
<u>Aromatische koolwaterstoffen</u>						
Benzeen	0,7%	104,3	1,3	1,3%	102,9	106,6
1,2-Dichloorbenzeen	0,6%	107,3	3,3	3,1%	103,0	111,5
Chloorbenzeen	0,7%	103,4	1,7	1,6%	101,9	105,7
Isopropylbenzeen	0,6%	106,4	1,4	1,3%	105,0	108,6
1,4-Dichloorbenzeen	0,0%	108,9	2,5	2,3%	103,7	111,2
Ethylbenzeen	0,0%	106,1	1,2	1,1%	104,8	107,3
Styreen	0,7%	101,6	1,5	1,5%	99,5	103,2
Tolueen	0,7%	106,1	1,2	1,2%	103,7	107,4
1,2,3-Trimethylbenzeen	0,8%	102,7	2,3	2,2%	99,4	105,4
1,2,4-Trimethylbenzeen	0,0%	104,4	2,1	2,0%	101,5	106,6
1,3,5-Trimethylbenzeen	0,7%	102,8	1,4	1,3%	101,1	105,0
o-Xyleen	0,0%	103,7	1,2	1,1%	101,9	104,5
m+p-Xyleen	0,7%	103,1	1,3	1,3%	101,1	104,7
<u>Alifatische halogeenkoolwaterstoffen</u>						
1,2-Dibroomethaan	1,2%	104,4	1,3	1,2%	103,0	106,9
1,2-Dichloorethaan	0,0%	109,1	1,7	1,6%	105,8	110,8
1,1-Dichloorethyleen	1,9%	102,3	2,0	1,9%	99,3	105,7
Tetrachloormethaan	0,7%	106,2	1,1	1,0%	104,6	107,1
1,1,2-Trichloorethaan	1,4%	104,3	1,1	1,1%	102,6	106,3
Trichloormethaan	0,0%	106,9	1,1	1,0%	105,3	108,9
2-Chloorpropaan	1,5%	101,5	2,3	2,2%	98,6	103,8
1,1-Dichloorethaan	0,0%	102,1	2,1	2,1%	98,1	104,6
Tetrachlooretheen	0,0%	106,8	1,9	1,7%	103,7	108,6
1,1,1-Trichloorethaan	0,6%	105,5	1,7	1,6%	102,7	107,3
Trichlooretheen	0,6%	106,0	1,0	1,0%	105,1	107,4
cis-1,2-Dichlooretheen	1,2%	106,4	2,1	1,9%	103,8	110,2
trans-1,2-Dichlooretheen	0,7%	102,9	1,5	1,5%	100,6	105,6
Dichloormethaan	2,5%	106,3	5,5	5,2%	100,7	117,9
<u>Olefinische koolwaterstoffen</u>						
1-Hexeen	2,6%	100,7	2,4	2,4%	97,4	103,7
1-Hepteen	0,7%	104,6	3,7	3,5%	99,1	108,0
1-Octeen	3,2%	97,4	4,9	5,1%	85,8	100,9
1-Noneen	1,9%	99,2	3,3	3,4%	93,4	102,2
1-Deceen	4,5%	89,7	4,7	5,3%	84,0	99,0
<u>Paraffinische koolwaterstoffen</u>						
n-Pentaan	0,7%	99,3	2,8	2,8%	96,1	103,4
n-Hexaan	1,3%	106,1	4,9	4,6%	99,5	110,7
n-Heptaan	3,1%	105,3	2,1	2,0%	102,3	108,6

### HOOFDSTUK 3. UITVOERING, RESULTATEN EN CONCLUSIES

<b>n-Octaan</b>	<b>3,1%</b>	100,0	4,5	4,5%	92,5	107,5
<b>n-Nonaan</b>	2,6%	108,3	3,3	3,1%	104,1	112,8
<b>n-Decaan</b>	0,7%	99,5	2,9	2,9%	93,7	102,0
<b><u>Ethers</u></b>						
<b>1,4-Dioxaan</b>	1,4%	104,7	1,3	1,3%	103,7	107,6
<b>Tetrahydrofuraan</b>	0,7%	99,8	2,9	2,9%	95,3	105,6
<b>di-n-Butylether</b>	0,7%	97,4	2,2	2,3%	94,0	100,3
<b>di-Ethylether</b>	1,5%	100,1	2,7	2,6%	97,1	103,5
<b>di-Isopropylether</b>	0,7%	96,7	6,0	<b>6,2%</b>	87,0	102,4
<b><u>Esters</u></b>						
<b>Vinylacetaat</b>	1,3%	98,5	2,2	2,2%	95,3	101,4
<b>n-Butylacetaat</b>	0,7%	98,9	1,9	1,9%	96,3	102,6
<b><u>Ketonen</u></b>						
<b>Aceton</b>	0,8%	95,5	4,2	4,4%	90,5	100,2

Tabel 8: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen – Terugvinding controlestandaard met concentratie C<sub>2</sub>

Component	Herhaalbaarheid			Terugvinding		
		Gem.	SD	RSD	Min	Max
Validatiemateriaal					Controlestandaardoplossing C <sub>2</sub> (15 µg/g)	
	(Dag 0, n: 3)				(Dag 0 - 5, n: 8)	
<u>Aromatische koolwaterstoffen</u>						
Benzeen	0,3%	100,9	0,9	0,9%	99,9	102,3
1,2-Dichloorbenzeen	0,6%	103,5	2,6	2,5%	99,2	106,7
Chloorbenzeen	0,5%	100,4	1,1	1,1%	98,6	102,1
Isopropylbenzeen	0,3%	103,8	1,3	1,2%	101,9	105,5
1,4-Dichloorbenzeen	0,6%	105,5	2,4	2,2%	101,2	108,4
Ethylbenzeen	0,3%	103,4	1,2	1,2%	101,6	104,8
Styreen	0,1%	101,6	1,5	1,4%	99,7	103,2
Tolueen	0,2%	103,2	0,7	0,7%	102,2	104,0
1,2,3-Trimethylbenzeen	0,4%	102,1	1,7	1,7%	99,4	104,0
1,2,4-Trimethylbenzeen	0,6%	104,9	2,1	2,0%	101,9	107,8
1,3,5-Trimethylbenzeen	0,3%	102,1	1,7	1,7%	99,6	104,2
o-Xyleen	0,6%	101,7	1,1	1,1%	100,1	103,5
m+p-Xyleen	0,3%	100,7	1,0	1,0%	99,3	102,0
<u>Alifatische halogeenkoolwaterstoffen</u>						
1,2-Dibroomethaan	0,4%	101,7	0,5	0,5%	100,8	102,6
1,2-Dichloorethaan	0,7%	104,4	1,3	1,2%	101,6	106,1
1,1-Dichloorethyleen	0,8%	99,5	2,1	2,1%	96,5	102,1
Tetrachloormethaan	0,4%	103,6	0,6	0,6%	102,4	104,2
1,1,2-Trichloorethaan	0,4%	101,4	0,5	0,5%	100,5	102,1
Trichloormethaan	0,2%	103,7	0,8	0,8%	102,9	104,7
2-Chloorpropaan	1,1%	97,5	2,8	2,8%	93,6	100,8
1,1-Dichloorethaan	1,5%	99,2	1,5	1,5%	97,1	101,3
Tetrachlooretheen	0,2%	102,5	1,6	1,5%	99,8	104,3
1,1,1-Trichloorethaan	0,2%	102,4	0,6	0,6%	101,2	102,9
Trichlooretheen	0,4%	102,8	0,4	0,4%	102,3	103,7
cis-1,2-Dichlooretheen	0,1%	102,7	1,7	1,6%	101,1	104,8
trans-1,2-Dichlooretheen	0,9%	100,1	1,6	1,6%	98,0	102,8
Dichloormethaan	0,9%	101,2	4,6	4,6%	91,4	106,2
<u>Olefinische koolwaterstoffen</u>						
1-Hexeen	1,9%	98,5	1,4	1,4%	96,3	100,9
1-Hepteen	0,4%	100,4	1,1	1,1%	98,0	101,6
1-Octeen	0,4%	97,2	2,1	2,1%	93,3	99,2
1-Noneen	0,5%	97,5	3,5	3,6%	92,6	101,1
1-Deceen	0,9%	95,9	2,2	2,3%	92,0	98,8
<u>Paraffinische koolwaterstoffen</u>						
n-Pentaaan	1,3%	95,4	3,0	3,1%	90,7	99,2
n-Hexaaan	2,7%	98,4	1,9	1,9%	96,0	100,8
n-Heptaaan	0,5%	101,5	1,0	1,0%	99,4	102,7
n-Octaaan	0,0%	99,1	1,9	1,9%	95,7	100,8
n-Nonaan	0,9%	102,9	2,7	2,7%	99,3	106,6
n-Decaaan	0,4%	101,3	3,3	3,3%	96,4	105,2

### HOOFDSTUK 3. UITVOERING, RESULTATEN EN CONCLUSIES

---

<b><u>Ethers</u></b>						
1,4-Dioxaan	0,5%	102,8	0,8	0,8%	101,7	103,9
Tetrahydrofuraan	0,3%	101,3	1,2	1,2%	99,8	103,2
di-Ethylether	0,9%	97,4	2,8	2,9%	93,5	101,0
di-Isopropylether	2,2%	96,6	2,9	3,0%	90,7	99,1
<b><u>Esters</u></b>						
Vinylacetaat	0,6%	97,6	2,0	2,0%	95,6	100,2
n-Butylacetaat	0,2%	98,8	1,4	1,4%	97,3	101,2
<b><u>Ketonen</u></b>						
Aceton	1,1%	91,2	3,0	3,2%	87,1	95,3

Tabel 9: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen – Terugvinding controlestandaard met concentratie C<sub>3</sub>

Component	Herhaalbaarheid			Terugvinding		
		Gem.	SD	RSD	Min	Max
Validatiemateriaal					Controlestandaardoplossing C <sub>3</sub> (150 µg/g)	
	(Dag 0, n: 3)				(Dag 0 - 5, n: 8)	
<b><u>Aromatische koolwaterstoffen</u></b>						
Benzeen	0,2%	100,5	0,8	0,8%	99,4	101,5
1,2-Dichloorbenzeen	0,8%	106,7	2,3	2,1%	104,0	109,5
Chloorbenzeen	0,6%	102,0	1,0	1,0%	100,5	103,2
Isopropylbenzeen	1,1%	105,2	1,9	1,8%	101,5	106,8
1,4-Dichloorbenzeen	1,2%	106,8	2,3	2,2%	103,8	109,7
Ethylbenzeen	0,6%	104,1	1,4	1,3%	101,4	105,4
Styreen	0,9%	104,2	1,9	1,8%	100,3	105,9
Tolueen	0,2%	103,5	0,9	0,8%	101,5	104,1
1,2,3-Trimethylbenzeen	0,9%	105,1	2,5	2,3%	101,1	107,8
1,2,4-Trimethylbenzeen	0,9%	107,1	2,6	2,4%	102,4	109,7
1,3,5-Trimethylbenzeen	1,1%	105,0	2,0	1,9%	101,4	107,0
o-Xyleen	0,5%	103,3	1,2	1,2%	101,2	104,3
m+p-Xyleen	0,7%	103,7	1,4	1,3%	101,1	105,0
<b><u>Alifatische halogeenkoolwaterstoffen</u></b>						
1,2-Dibroomethaan	0,4%	100,5	0,4	0,4%	99,8	100,9
1,2-Dichloorethaan	0,6%	101,5	1,6	1,6%	98,7	103,4
1,1-Dichloorethyleen	0,8%	98,2	0,6	0,6%	97,4	99,3
Tetrachloormethaan	0,3%	101,0	0,5	0,4%	100,2	101,8
1,1,2-Trichloorethaan	0,4%	100,1	0,4	0,4%	99,5	100,6
Trichloormethaan	0,4%	101,2	0,6	0,6%	100,1	101,9
2-Chloorpropaan	0,6%	98,1	1,2	1,2%	96,7	99,9
1,1-Dichloorethaan	0,2%	98,3	1,3	1,3%	96,0	99,7
Tetrachlooretheen	0,4%	101,4	1,4	1,4%	99,2	103,0
1,1,1-Trichloorethaan	0,5%	100,1	0,7	0,7%	98,6	100,7
Trichlooretheen	0,3%	100,4	0,6	0,6%	99,8	101,4
cis-1,2-Dichlooretheen	0,2%	100,9	1,3	1,3%	99,5	102,5
trans-1,2-Dichlooretheen	0,3%	99,1	1,2	1,2%	97,2	100,8
Dichloormethaan	1,3%	101,3	4,9	4,8%	91,6	107,2
<b><u>Olefinische koolwaterstoffen</u></b>						
1-Hexeen	0,3%	98,7	1,9	1,9%	95,8	100,6
1-Hepteen	0,1%	99,9	0,9	0,9%	97,9	101,0
1-Octeen	0,1%	99,5	1,5	1,5%	96,3	100,6
1-Noneen	0,9%	102,6	2,6	2,5%	96,9	104,7
1-Deceen	1,3%	102,1	3,1	3,0%	95,7	105,1
<b><u>Paraffinische koolwaterstoffen</u></b>						
n-Pentaaan	1,1%	96,0	1,7	1,7%	93,2	98,3
n-Hexaaan	0,2%	98,3	3,0	3,0%	94,8	101,6
n-Heptaaan	0,1%	100,5	0,8	0,8%	98,8	101,5

### HOOFDSTUK 3. UITVOERING, RESULTATEN EN CONCLUSIES

<b>n-Octaan</b>	0,4%	101,4	1,4	1,4%	98,1	102,4
<b>n-Nonaan</b>	1,1%	105,0	2,7	2,6%	99,4	107,5
<b>n-Decaan</b>	1,3%	104,4	3,2	3,1%	98,0	107,6
<b><u>Ethers</u></b>						
<b>1,4-Dioxaan</b>	0,2%	100,6	0,7	0,7%	99,7	101,4
<b>Tetrahydrofuraan</b>	0,2%	101,0	0,9	0,9%	100,1	102,3
<b>di-n-Butylether</b>	0,8%	103,0	1,9	1,8%	99,1	104,7
<b>di-Ethylether</b>	0,8%	97,8	1,2	1,2%	96,5	99,8
<b>di-Isopropylether</b>	0,4%	97,1	3,7	3,8%	91,2	100,8
<b><u>Esters</u></b>						
<b>Vinylacetaat</b>	0,1%	98,5	1,6	1,6%	95,9	100,5
<b>n-Butylacetaat</b>	0,4%	100,5	1,4	1,4%	99,2	103,5
<b><u>Ketonen</u></b>						
<b>Aceton</b>	0,7%	95,0	1,4	1,5%	93,4	97,5



### 3.4 WERKGEBIED

De ondergrens van het werkgebied ligt op of boven de bepalingsgrens en binnen het gebied waarvoor de lineariteit werd aangetoond.

Het concentratieniveau van de hoogste kalibratiestandaard fungeert als bovengrens.

Tabel 10 toont de rapporteergrens voor elk van de betrokken stoffen.

Voor het merendeel van de stoffen wordt de laagste kalibratiestandaard als ondergrens van het werkgebied beschouwd.

Een uitzondering hierop vormt de rapporteergrens voor Trichloormethaan, Trichlooretheen, 1-Octeen, 1-Noneen en n-Nonaan.

Deze werd (voorlopig) verhoogd tot het concentratieniveau van de op een na laagste, beproefde kalibratiestandaard: 0,1 µg/g voor Trichloormethaan en Trichlooretheen, 0,3 µg/g voor n-Nonaan en 1 µg/g voor 1-Octeen en 1-Noneen.

Er kan geopteerd worden een kalibratiestandaard voor olefinische koolwaterstoffen met concentratie 0,5 µg/g bijkomend te analyseren. Dit met de bedoeling de rapporteergrens voor 1-Octeen, 1-Noneen en 1-Deceen maximaal terug te brengen, nl. tot 1/3 van de beoogde toetsingswaarde (cf. 0,01 \* EGW in Tabel 10).

De kalibratiereeks voor componenten met 0,2 µg/g als beoogde toetsingswaarde kan in dezelfde context worden uitgebreid met een kalibratiestandaard met concentratie 0,05 µg/g (cf. 0,1 µg/g als huidige rapporteergrens).

Kritische parameters blijven Benzeen en 1,2-Dibroomethaan (met rapporteergrens nabij LOQ).

Tabel 10: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen – Werkgebied

Component	Werkgebied (µg/g, 10NI, 8 ml CS <sub>2</sub> )				
	0,01 * EGW (LUC/IV/001)	3 * EGW	LOQ	Rapporteergrens	Lineair gebied
<b><u>Aromatische koolwaterstoffen</u></b>					
Benzeen	0,1	15	<b>0,036</b>	0,03	0,03 - 450
1,2-Dichloorbenzeen	0,2	60	0,007	0,03	0,03 - 450
Chloorbenzeen	1,0	300	0,010	0,03	0,03 - 450
Isopropylbenzeen	1,0	300	0,006	0,03	0,03 - 450
1,4-Dichloorbenzeen	1,0	300	0,008	0,03	0,03 - 450
Ethylbenzeen	1,0	300	0,006	0,03	0,03 - 450
Styreen	1,0	300	0,027	0,03	0,03 - 450
Tolueen	1,0	300	0,008	0,03	0,03 - 450
1,2,3-Trimethylbenzeen	1,0	300	0,007	0,03	0,03 - 450
1,2,4-Trimethylbenzeen	1,0	300	0,006	0,03	0,03 - 450
1,3,5-Trimethylbenzeen	1,0	300	0,007	0,03	0,03 - 450
o-Xyleen	1,0	300	0,008	0,03	0,03 - 450
m+p-Xyleen	1,0	300	0,008	0,03	0,03 - 450
<b><u>Alifatische halogeenkoolwaterstoffen</u></b>					
1,2-Dibroomethaan	0,1	15	<b>0,030</b>	0,03	0,03 - 450
1,2-Dichloorethaan	0,2	60	0,031	0,1	0,1 - 450
1,1-Dichloorethyleen	0,2	60	0,071	0,1	0,1 - 450
Tetrachloormethaan	0,2	60	0,041	0,1	0,1 - 450
1,1,2-Trichloorethaan	0,2	60	0,036	0,1	0,1 - 450
Trichloormethaan	0,2	60	0,035	0,1	0,03 - 450
2-Chloorpropaan	1,0	300	0,182	0,3	0,3 - 450
1,1-Dichloorethaan	1,0	300	0,045	0,1	0,1 - 450
Tetrachlooretheen	1,0	300	0,024	0,03	0,03 - 450
1,1,1-Trichloorethaan	1,0	300	0,040	0,1	0,1 - 450
Trichlooretheen	1,0	300	0,035	0,1	0,03 - 450
cis-1,2-Dichlooretheen	1,5	450	0,047	0,1	0,1 - 450
trans-1,2-Dichlooretheen	1,5	450	0,050	0,1	0,1 - 450
Dichloormethaan	1,5	450	0,041	0,3	0,3 - 450
<b><u>Olefinische koolwaterstoffen</u></b>					
1-Hexeen	1,5	450	0,170	0,3	0,3 - 450
1-Hepteen	1,5	450	0,248	0,3	0,3 - 450
1-Octeen	1,5	450	0,341	1	0,3 - 450
1-Noneen	1,5	450	0,375	1	0,3 - 450
1-Deceen	1,5	450	0,472	1	1 - 450
<b><u>Paraffinische koolwaterstoffen</u></b>					
n-Pentaaan	1,5	450	0,036	0,1	0,1 - 450
n-Hexaaan	1,5	450	0,181	0,3	0,3 - 450
n-Heptaaan	1,5	450	0,134	0,3	0,3 - 450
n-Octaaan	1,5	450	0,197	0,3	0,3 - 450
n-Nonaan	1,5	450	0,163	0,3	0,1 - 450

<b>n-Decaan</b>	1,5	450	0,180	0,3	0,3 – 450
<b><u>Ethers</u></b>	<i>(LUC/IV/008)</i>				
<b>1,4-Dioxaan</b>	0,2	60	0,045	0,1	0,1 - 450
<b>Tetrahydrofuraan</b>	1,0	300	0,094	0,3	0,3 - 450
<b>di-n-Butylether</b>	1,5	450	0,116	0,3	0,3 - 450
<b>di-Ethylether</b>	1,5	450	0,083	0,3	0,3 - 450
<b>di-Isopropylether</b>	1,5	450	0,036	0,1	0,1 - 450
<b><u>Esters</u></b>					
<b>Vinylacetaat</b>	1,0	300	0,042	0,1	0,1 - 450
<b>n-Butylacetaat</b>	1,5	450	0,017	0,03	0,03 - 450
<b><u>Ketonen</u></b>					
<b>Aceton</b>	1,5	450	0,096	0,1	0,1 - 450

### 3.5 DESORPTIE-EFFICIËNTIE

De desorptie-efficiëntie (DE) van betrokken componenten wordt bepaald volgens het fase-equilibratieprincipe, op drie (uitzonderlijk vier) concentratieniveau's, gespreid over het toepassingsgebied van de betrokken analytische procedure.

Belading van adsorptiepatronen voor DE-bepaling gebeurt door toevoeging van een standaardoplossing van de beproefde component in de desorptievloeistof (spike-oplossing) aan een blanco adsorptiepatroon, en dit volgens de gangbare extractieprocedure. Na 30 minuten mechanisch schudden van het aldus beladen adsorbens wordt het resulterende extract geanalyseerd.

Zowel de standaardoplossing ter bereiding van betrokken validatiemonsters als de monsterextracten worden gekwantificeerd via de compendiumprocedure LUC/IV/011.

De verhouding van beide analyseresultaten levert de desorptie-efficiëntie van de betrokken component.

De finale DE-waarde is een gemiddelde van negen (twaalf indien vier concentratieniveau's) individuele DE-waarden. Deze dient minimaal 75% te bedragen, met een maximale variatiecoëfficiënt van 10%.

De desorptie-efficiëntie van betrokken stoffen varieert tussen 93 en 105% (respectievelijk voor 1,2-Dichloorbenzeen en Tetrachlooretheen, beide indien concentratie 0,05 µg/g), met een maximale variatiecoëfficiënt van 12% (voor 1-Noneen).

Analyseresultaten worden niet gecorrigeerd voor een eventuele onvolledige desorptie, uitgezonderd voor 1,2-Dichloorbenzeen en 1,4-Dichloorbenzeen, evenals Aceton. Beschouw daartoe de gemiddelde DE-waarde van betrokken stoffen in Tabel 11.

De desorptie-efficiëntie voor styreen varieert van 63 tot 94% en is concentratie-afhankelijk. Dit bevestigt de tendens die zich reeds manifesteerde bij de validatie van de individuele analysemethode voor aromatische koolwaterstoffen (cf. Tabel 4 van compendiumprocedure LUC/IV/001).

Indien styreen concentraties beneden 0,1 \* EGW (indien 10 NI, 8 ml CS<sub>2</sub>) worden vastgesteld in de praktijk, dienen bijkomende DE-waarden bepaald overeenkomstig de beladen hoeveelheid. Voor hogere styreen concentraties geldt 88% als waarde voor de desorptie-efficiëntie.

Tabel 11: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen – Desorptie-efficiëntie

Component	Desorptie-efficiëntie					
	Validatiemateriaal: Synthetisch monster (Dag 2, n: 9)					
(µg/g)	0,05	1,5	15	300	Gem. DE	
<b><u>Aromatische koolwaterstoffen</u></b>						
Benzeen	97 ± <b>11</b>	100 ± 1	100 ± 1	101 ± 1	100	
1,2-Dichloorbenzeen	93 ± 5	95 ± 1	95 ± 2	94 ± 2	94	
Chloorbenzeen	95 ± 2	99 ± 1	99 ± 1	98 ± 0	98	
Isopropylbenzeen	104 ± 4	102 ± 1	102 ± 1	100 ± 1	102	
1,4-Dichloorbenzeen	95 ± 2	96 ± 2	97 ± 1	95 ± 2	96	
Ethylbenzeen	101 ± 4	102 ± 1	101 ± 1	100 ± 1	101	
Styreen	<b>63</b> ± 4	81 ± 1	89 ± 0	94 ± 1	82	
Tolueen	100 ± 4	101 ± 1	101 ± 0	100 ± 0	100	
1,2,3-Trimethylbenzeen	98 ± 1	98 ± 1	98 ± 2	96 ± 2	97	
1,2,4-Trimethylbenzeen	100 ± 3	100 ± 1	100 ± 1	98 ± 2	99	
1,3,5-Trimethylbenzeen	103 ± 3	101 ± 1	101 ± 1	99 ± 2	101	
o-Xyleen	99 ± 2	99 ± 1	99 ± 1	98 ± 1	99	
m+p-Xyleen	103 ± 1	101 ± 1	101 ± 1	99 ± 1	101	
<b><u>Alifatische halogeenkoolwaterstoffen</u></b>						
1,2-Dibroomethaan	99 ± 8	100 ± 0	100 ± 0	100 ± 0	100	
1,2-Dichloorethaan		101 ± 1	101 ± 1	101 ± 1	101	
1,1-Dichloorethyleen		101 ± 2	101 ± 1	103 ± 2	101	
Tetrachloormethaan		102 ± 1	102 ± 1	102 ± 1	102	
1,1,2-Trichloorethaan		101 ± 1	101 ± 0	101 ± 1	101	
Trichloormethaan	99 ± 5	100 ± 1	101 ± 0	102 ± 0	100	
2-Chloorpropaan		102 ± 2	101 ± 1	104 ± 3	102	
1,1-Dichloorethaan		100 ± 1	102 ± 2	102 ± 1	101	
Tetrachlooretheen	105 ± 3	100 ± 1	101 ± 0	100 ± 0	101	
1,1,1-Trichloorethaan		102 ± 1	102 ± 0	102 ± 1	102	
Trichlooretheen		101 ± 1	101 ± 1	102 ± 1	101	
cis-1,2-Dichlooretheen		101 ± 1	101 ± 0	102 ± 1	101	
trans-1,2-Dichlooretheen		99 ± 1	101 ± 1	102 ± 1	101	
Dichloormethaan		100 ± 0	100 ± 2	100 ± 2	100	
<b><u>Olefinische koolwaterstoffen</u></b>						
1-Hexeen		98 ± 3	102 ± 3	102 ± 2	101	
1-Hepteen		101 ± 2	102 ± 1	103 ± 1	102	
1-Octeen		100 ± 2	102 ± 2	101 ± 0	101	
1-Noneen		100 ± <b>12</b>	101 ± 1	101 ± 1	101	
1-Deceen		103 ± 2	102 ± 0	99 ± 3	101	
<b><u>Paraffinische koolwaterstoffen</u></b>						
n-Pentaaan		102 ± 1	101 ± 1	105 ± 3	103	
n-Hexaaan		98 ± 3	103 ± 5	101 ± 4	101	
n-Heptaaan		103 ± 2	102 ± 1	102 ± 1	102	
n-Octaaan		101 ± 2	102 ± 0	101 ± 0	101	
n-Nonaan		101 ± 5	102 ± 1	100 ± 1	101	
n-Decaaan		104 ± 4	102 ± 1	100 ± 2	102	
<b><u>Ethers</u></b>						
1,4-Dioxaan		98 ± 1	99 ± 1	101 ± 1	99	

<b>Tetrahydrofuraan</b>		97 ± 2	99 ± 0	101 ± 1	99
<b>di-n-Butylether</b>		103 ± 1	102 ± 0	100 ± 1	102
<b>di-Ethylether</b>		102 ± 1	101 ± 2	104 ± 3	102
<b>di-Isopropylether</b>		96 ± 5	102 ± 7	102 ± 6	100
<b><u>Esters</u></b>					
<b>Vinylacetaat</b>		98 ± 1	100 ± 0	101 ± 0	99
<b>n-Butylacetaat</b>	104 ± 2	100 ± 0	100 ± 1	100 ± 0	101
<b><u>Ketonen</u></b>					
<b>Aceton</b>		93 ± 2	93 ± 1	99 ± 4	95

### 3.6 MEETONZEKERHEID VAN DE ANALYSEMETHODE

Ter bepaling van de juistheid en intra-reproduceerbaarheid van de analysemethode worden terugvindingsexperimenten uitgevoerd met synthetische monsters (concentratie 0,8 - 80 µg/g) als validatiemateriaal.

De bias aldaar bedraagt gemiddeld -1,7% (voor 1,2,3-Trimethylbenzeen) tot 4,1% (voor di-Isopropylether).

De intra-reproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt varieert tussen 0,9 en 11,9%.

Betrokken resultaten worden vervolgens gebruikt ter bepaling van de analytische meetonzekerheid voor betrokken componenten (volgens BS EN ISO 20988).

De verhoogde waarden voor de meetonzekerheid van Styreen en di-Isopropylether (respectievelijk 12,3 en 15,0%) worden voornamelijk bepaald door imprecisie van de analysemethode (cf. intra-reproduceerbaarheid in Tabel 12).

Tabel 12: Kwantificering van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen – Meetonzekerheid

Component	Juistheid	Intra-reproduceerbaarheid	Meetonzekerheid (dag 0 - 5, n:18)
<b>Validatiemateriaal</b>	Synthetisch monsters met concentratie C <sub>1</sub> , C <sub>2</sub> en C <sub>3</sub> (0,8 , 8 en 80 µg/g)		
<b><u>Aromatische koolwaterstoffen</u></b>			
Benzeen	0,3%	1,4%	1,7%
1,2-Dichloorbenzeen	1,5%	2,8%	4,3%
Chloorbenzeen	-1,1%	1,4%	2,6%
Isopropylbenzeen	2,0%	1,7%	3,6%
1,4-Dichloorbenzeen	0,7%	2,2%	2,9%
Ethylbenzeen	1,2%	1,3%	2,5%
Styreen	0,4%	11,9%	12,3%
Tolueen	0,5%	0,9%	1,4%
1,2,3-Trimethylbenzeen	-1,7%	2,5%	4,3%
1,2,4-Trimethylbenzeen	-0,1%	2,3%	2,4%
1,3,5-Trimethylbenzeen	1,2%	2,3%	3,5%
o-Xyleen	-0,8%	1,7%	2,5%
m+p-Xyleen	0,4%	1,4%	1,8%
<b><u>Alifatische halogeenkoolwaterstoffen</u></b>			
1,2-Dibroomethaan	0,8%	1,0%	1,7%
1,2-Dichloorethaan	0,9%	1,7%	2,7%
1,1-Dichloorethyleen	0,8%	4,5%	5,4%
Tetrachloormethaan	1,6%	1,8%	3,4%
1,1,2-Trichloorethaan	1,0%	1,6%	2,6%
Trichloormethaan	1,3%	1,8%	3,1%
2-Chloorpropaan	1,6%	7,5%	9,1%
1,1-Dichloorethaan	1,6%	4,4%	5,9%
Tetrachlooretheen	0,8%	1,2%	2,0%
1,1,1-Trichloorethaan	1,8%	2,4%	4,2%
Trichlooretheen	1,2%	1,6%	2,8%
cis-1,2-Dichlooretheen	1,0%	2,3%	3,3%
trans-1,2-Dichlooretheen	1,3%	4,0%	5,3%
Dichloormethaan	0,8%	4,2%	5,0%
<b><u>Olefinische koolwaterstoffen</u></b>			
1-Hexeen	2,6%	6,3%	8,9%
1-Hepteen	2,9%	4,7%	7,6%
1-Octeen	1,8%	4,5%	6,3%
1-Noneen	1,7%	6,2%	7,9%
1-Deceen	2,2%	7,7%	9,9%
<b><u>Paraffinische koolwaterstoffen</u></b>			
n-Pentaaan	1,4%	4,6%	6,0%
n-Hexaaan	3,2%	7,1%	10,3%
n-Heptaaan	2,0%	4,7%	6,7%

### HOOFDSTUK 3. UITVOERING, RESULTATEN EN CONCLUSIES

---

<b>n-Octaan</b>	2,1%	4,1%	6,2%
<b>n-Nonaan</b>	2,0%	2,7%	4,7%
<b>n-Decaan</b>	2,1%	7,9%	10,0%
<b><u>Ethers</u></b>			
<b>1,4-Dioxaan</b>	-0,9%	1,1%	2,1%
<b>Tetrahydrofuraan</b>	-0,6%	2,5%	3,0%
<b>di-n-Butylether</b>	1,8%	1,8%	3,6%
<b>di-Ethylether</b>	0,6%	5,4%	5,9%
<b>di-Isopropylether</b>	4,1%	10,9%	15,0%
<b><u>Esters</u></b>			
<b>Vinylacetaat</b>	-0,1%	3,7%	3,8%
<b>n-Butylacetaat</b>	0,3%	1,3%	1,6%
<b><u>Ketonen</u></b>			
<b>Aceton</b>	-1,2%	6,3%	7,5%

---



---

## HOOFDSTUK 4. CONCLUSIES

---

Volgende prestatiekenmerken dienden vastgesteld en beoordeeld of deze voldoen aan het gebruiksdoel van de nieuwe compendiumprocedure LUC/IV/011 “Gecombineerde methode voor de kwantitatieve bepaling van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen met GC-MS”:

- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens,
- Lineariteit,
- Herhaalbaarheid en intra-reproduceerbaarheid,
- Werkgebied,
- Desorptie-efficiëntie,
- Juistheid en
- Totale meetonzekerheid.

Op basis van dit validatieonderzoek werd de methode geschikt bevonden voor de kwantificering van 47 specifieke Vluchtige Organische Stoffen in emissies, en dit voor luchtconcentraties die 0,01 tot 3 maal de algemene emissiegrenswaarde benaderen.

Een specifiek aandachtspunt hierbij is de bepalingssgrens voor Benzeen en 1,2-Dibroomethaan (beide met 5 mg/Nm<sup>3</sup> als algemene emissiegrenswaarde). Deze waarden zijn immers in dezelfde grootte-orde als beladen hoeveelheden (geadsorbeerd op actief kool) nodig om 0,01 maal de algemene emissiegrenswaarde analytisch te kunnen rapporteren (indien 10 NI monstervolume en 8 ml desorptievloeistof CS<sub>2</sub>).

De geschiktheid van het lineair model voor de ijklijn van betrokken stoffen, typisch met concentraties van 0,03 tot 450 µg/g desorptievloeistof, werd bewezen via RRF-bepaling (cf. uitgebreide kalibratie, telkens n.a.v. een ernstige instrumentele ingreep) en regressie-analyse.

Tevens als onderdeel van de (routine) kalibratie (via lineaire regressie) werden onafhankelijke controlestandaarden geanalyseerd.

De terugvinding via deze analyses varieert gemiddeld van 89,7 % (voor 1-Deceen) tot 109,1 % (voor 1,2-Dichloorethaan), indien 1 µg/g desorptievloeistof (met 85 - 115% als aanvaardingscriterium).

De relatieve standaarddeviatie berekend op basis van herhaalde analyse van deze controlestandaarden is steeds beneden 3% (d.i. doelwaarde), uitgezonderd deze voor 1-Deceen (cf. respectievelijk 4,5%, indien 1 µg/g desorptievloeistof).

Ook de reproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt voor di-Isopropylether blijkt lichtjes verhoogd (6,2%, terwijl doelwaarde 6% bedraagt).

Daarop wordt het werkgebied voor betrokken componenten gedefinieerd, rekening houdend met de regelgeving en verdunningsfactor 10 enerzijds en de bepalingsgrens anderzijds.

Typisch fungeren de laagste (0,01 tot 1 µg/g) en de hoogste standaardoplossing (450 µg/g) als grenzen van het werkgebied. Voor Trichloormethaan, Trichlooretheen, n-Nonaan, 1-Octeen en 1-Noneen daarentegen geldt de concentratie van de op één na laagste standaardoplossing als rapporteergrens (cf. bepalingsgrens voor betrokken stoffen).

Analyseresultaten voor betrokken VOS geadsorbeerd op actief kool dienen niet gecorrigeerd voor eventuele onvolledige desorptie.

Uitzondering vormt de DE-waarde voor 1,2-Dichloorbenzeen, 1,4-Dichloorbenzeen en aceton, respectievelijk 94, 96 en 95%.

De desorptie-efficiëntie voor Styreen is daarenboven concentratie-afhankelijk. Voor concentraties boven 0,1\*EGW (indien 10 NI, 8 ml CS<sub>2</sub>) geldt echter 88% als vaste waarde voor desorptie-efficiëntie.

Voor elk van de betrokken stoffen is de totale meetonzekerheid beneden 10%, met 12 en 15% als uitzondering voor styreen en di-Isopropylether. Aan de basis hiervan ligt een hogere spreiding op de analyseresultaten van de controlemonsters voor beide componenten.