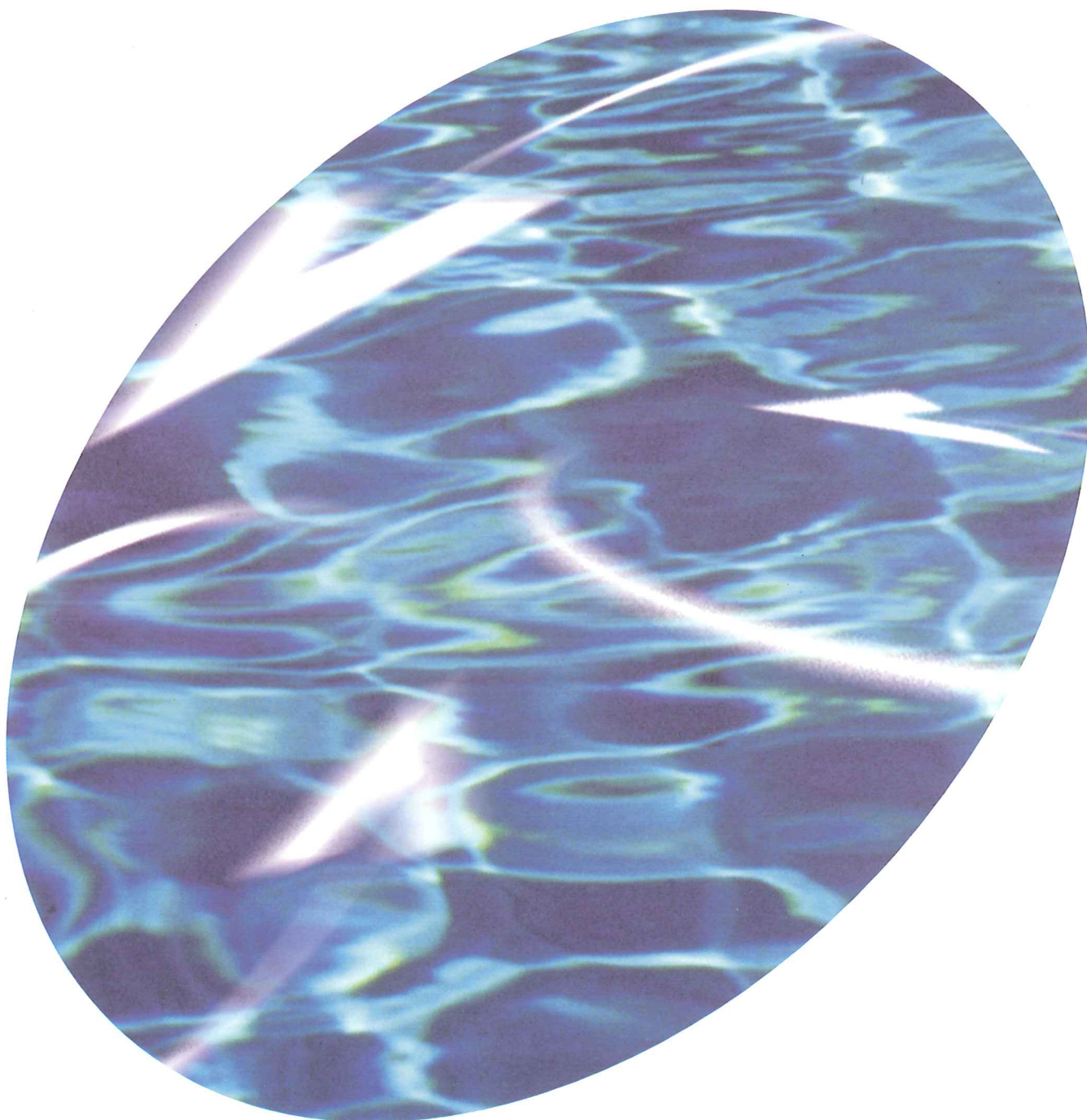


**Interlaboratorieundersøgelse
for analyse af olie i jord
ved GC-FID**



2. metodeafprøvning 1997



Rapport, februar 1998

VKI



VKI
Agern Allé 11
2970 Hørsholm

Tel.: +45 45 16 92 00
Fax: +45 45 16 92 92
E-mail: hpd@vki.dk
Web: www.vki.dk

Tilknyttet Akademiet for
de tekniske Videnskaber

Interlaboratorieundersøgelse for analyse af olie i jord ved GC-FID

2. metodeafprøvning 1997

**Sagsbehandlere: Cand. pharm. Hans Peter Dybdahl
Cand. scient. Ph.D. Søren Bøwadt**

VKI sag: 10700/920

Dato: 6. februar 1998/THC

INDHOLDSFORTEGNELSE

	Side
1. INDLEDNING	1
2. TILRETTELÆGGELSE AF INTERLABORATORIEUNDERSØGELSE	1
3. STATISTISK DATABEHANDLING.....	2
4. RESULTATER.....	2
5. SAMMENFATNING	3
6. REFERENCER.....	6

BILAGSFORTEGNELSE

BILAG 1.	DELTAGENDE LABORATORIER.....	7
BILAG 2.	PRØVEFREMSTILLING	8
BILAG 3.	RESULTATER FRA DELTAGERNE.....	9
BILAG 4.	ANALYSEMETODER	59
BILAG 5.	LABORATORIERNES BEMÆRKNINGER	71
BILAG 6.	STATISTISK DATABEHANDLING.....	73
BILAG 7.	SYMBOLFORKLARING	74
BILAG 8.	GENEREL ANALYSEKVALITET	75
BILAG 9.	INFORMATION TIL DELTAGERNE.....	83
BILAG 10.	SPØRGESKEMAUNDERSØGELSE VEDR. CHROMATOGRAFISKE FORHOLD	85
BILAG 11.	OVESIGT OVER RELATIVE RESPONSAKTØRERE FOR n-ALKANERNE FRA n-C ₁₀ - n-C ₄₀	89

1. INDLEDNING

I september 1996 er der gennemført en nordisk metodeafprøvning af et metodeforslag, som er beskrevet i Nordic Guidelines for Chemical Analysis of Contaminated Soil Samples, Chapter 9, januar 1996 /1/. Her konstateredes en uacceptabel analysekvalitet med relative standardafvigelser mellem laboratorierne på mellem 30 og 45 % ved analyse af jordprøver og færdige ekstrakter. Genfindelsen af tilsatte olieprodukter til jordprøverne var knap 60 %. Resultaterne fra denne undersøgelse er beskrevet i Arbejdsrapport fra Miljøstyrelsen, No. 30 1997, Nordic Interlaboratory Test /2/.

På basis af disse resultater er der udarbejdet et nyt metodeforslag i februar 1997, som er trykt i den endelige version af Nordic Guidelines for Chemical Analysis of Contaminated Soil Samples, juni 1997 /3/. Det reviderede metodeforslag er uændret i de principielle forhold. Ekstraktionen er ikke ændret, men forhold vedrørende kalibrering, anvendte standarder, gaschromatografering, databehandling og rapportering er specificeret tydeligere.

Til afprøvning af dette nye metodeforslag er gennemført en interlaboratorieundersøgelse af den gaschromatografiske kvantificering i perioden 30. juni til 25. august 1997 med deltagelse af 27 danske laboratorier. Nærværende rapport indeholder resultaterne af en statistisk bearbejdning af resultaterne fra undersøgelsen, samt en sammestilling af deltagerne gaschromatografiske betingelser.

2. TILRETTELÆGGELSE AF INTERLABORATORIEUNDERSØGELSE

Da der på grundlag af den første metodeafprøvning i september 1996 blev lokaliseret problemer, der kunne henføres til de gaschromatografiske forhold, er der i denne anden runde valgt at udsende ekstrakter til laboratorierne, for at undersøge om det nye metodeforslags strammere beskrivelser og krav har ført til, at der kan opnås en forbedret analysekvalitet.

Alle danske laboratorier på Referencelaboratoriets mailing liste blev inviteret til at deltage i brev af 4. juni 1997. I forbindelse med invitationen blev det reviderede metodeforslag medsendt. Metodeforslaget er vedlagt som bilag 4. 27 laboratorier ønskede at medvirke, herunder de 12 danske laboratorier, som deltog i den nordiske metodeafprøvning. En oversigt over deltagende laboratorier er givet i bilag 1.

Laboratorierne modtog følgende prøver:

- 4 opløsninger i pentan til analyse for benzen, toluen, ethylbenzen + xylener, fraktionerne C₅-C₁₀, C₁₀-C₂₅, C₂₅-C₃₅ og det samlede olie indhold:
 - A1 benzin
 - B1 dieselolie
 - C1 fuelolie
 - F benzin + diesel + fuel
- 2 opløsninger i pentan til vurdering af de chromatografiske forhold
 - D aromatblanding
 - E n-alkan blanding (n-C₁₀ - n-C₄₄)

Endvidere modtog laboratorierne standardstoffer af diesel og fuelolie til kalibrering samt en benzin-standard.

Prøverne blev udsendt i samplerglas (vials) a 1,6 ml.

Et spørgeskema, hvor gaschromatografiske og datahåndterings forhold skulle anføres, blev sendt til deltagerne sammen med information vedrørende gennemførelsen af interlaboratorieundersøgelsen samt prøverne den 30. juni 1997.

Efter at prøverne var udsendt, opstod der tvivl om, hvorvidt indholdet af fuelolie i prøverne C1 og F var høje nok til, at de kunne bestemmes. Derfor har VKI fremstillet nye opløsninger i dichlormethan af disse to og benævnt dem C1a og Fa. De nye prøver blev udsendt den 28. juli 1997, og rapporteringsfristen blev forlænget fra den 12. august til 25. august 1997.

Prøvefremstillingen fremgår af bilag 2.

Prøverne er ikke blevet testet for homogenitet og stabilitet. Der er lavet en forundersøgelse af opbevaringsmulighederne af pentanopløsninger påfyldt samplerglas. Resultaterne viser at prøverne kan opbevares ved 20 -25 °C i 10 dage, uden at der sker vægtsmæssige ændringer. Der er ikke sket noget fordampnings tab.

Laboratorierne modtog et skema med angivelse af prøvenummer samt påfyldningsvægt og har efterfølgende selv kontrolvejret glassene. Såfremt der er sket en vægtændring på mere end 4 % har laboratorierne fået en prøve tilsendt. Dette har været tilfældet for et laboratorium med én prøve.

3. STATISTISK DATABEHANDLING

Laboratorierne er hver tildelt et kodenummer, ved at give et fortløbende nummer, efterhånden som resultaterne er modtaget på VKI. I bilag 1 er laboratorierne anført i tilfældig orden.

Der er anvendt uniform level design. Databehandlingen er foretaget i overensstemmelse med ISO 5725: "Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results" /4/. En kort gennemgang af statistikken fremgår af bilag 6, og en fortegnelse over forkortelser og symboler findes i bilag 7.

Cochran's og Grubbs' outliertest er gennemført på datamaterialet. Laboratorier identificeret som outliers er anført i bilag 3.1. Outliers er udelukket fra databehandlingen.

Resultaterne fra spørgeskemaundersøgelsen, samt laboratoriernes angivelser af respons på n-alkanblandingen er anført i bilag 10 og 11.

De modtagne chromatogrammer er ikke omfattet af denne rapportering.

4. RESULTATER

Rapporteringsfristen for deltageres tilbagemelding var den 25. august 1997. Den 5. september var alle analyseresultater modtaget på VKI, mens øvrige rapporteringer som spørgeskema og chromatogrammer ikke er afsluttet for alle laboratorier. 7 ud af de medvirkende 27 laboratorier har ikke afleveret resultater, hvilket fremgår af laboratoriernes bemærkninger i bilag 5.

Der er udsendt foreløbige tilbagemeldinger til deltagerne den 19. september 1997. Herefter er der rettet enkelte indtastningsfejl, og enkelte laboratorier der har konstateret forståelsesmæssige fejl i

metoden har undtagelsesvist fået lov til at aflevere korrigerede resultater. Disse rettelser er anført i bilag 5 under laboratoriernes bemærkninger.

Resultaterne modtaget fra alle deltagerne er angivet i bilag 3. Enkelte laboratorier har anført resultater på prøverne C1 og F, disse resultater er ikke databehandlet. Resultaterne er fremstillet grafisk ved hjælp af linieplots. Laboratoriernes bemærkninger er anført i bilag 5.

5. SAMMENFATNING OG VURDERING

Der er i tabel 1 lavet en sammenstilling af de opnåede resultater:

Sammenstilling af tilsætninger og målte indhold efter outliertest												
MÅLT	A1			B1			C1a			Fa		
	m mg/l	CV _L %	n	m mg/l	CV _L %	n	m mg/l	CV _L %	n	m mg/l	CV _L %	n
benzen	2,20	33	15							2,63	37	11
toluen	15,7	22	15	0,170	20	7				12,9	17	10
ethylbenzen + xylener	18,4	14	12	0,582	23	8				16,4	24	13
C ₅ -C ₁₀	68,9	27	14	10,6	30	13				71,6	29	16
C ₁₀ -C ₂₅	12,1	46	9	142	20	16	439	21	15	423	21	17
C ₂₅ -C ₃₅							1920	20	18	1450	25	17
TOTAL	74,3	22	17	165	29	15	2340	12	16	1870	14	13
sum C ₅ -C ₃₅	81,0			152			2360			1940		
TILSAT												
benzin	78,0									69,5		
diesel				159						121		
fuel							2880			2250		
sum THC	78,0			159			2880			2440		

TABEL 1: Målte gennemsnits indhold for alle deltagere medtaget i beregningerne, m, variationskoefficient mellem laboratorierne, CV_L, og antal laboratorier, n, medtaget i beregningerne sammenholdt med de tilsatte indhold. Resultater med mindre end 6 laboratorier er ikke medtaget i oversigten.

Det ses i tabel 1, at der typisk er god overensstemmelse mellem de beregnede indhold og de målte indhold. Overensstemmelsen er mindre god for prøverne C1a og Fa. Det kan henføres til at en betydelig del af arealet, ca. en tredjedel, af fuelolie befinder sig i C₁₀-C₂₅ fraktionen og derfor beregnes med responsfaktoren for dieselolie, som for hovedparten af laboratorierne er ca. 2 gange højere. Dette giver et mindre beregnet indhold, og denne indbyggede fejl betyder at fuelolie indholdet beregnes 15 - 20% for lavt.

Den opnåede analysekvalitet svarer ikke til det, der normalt anses for acceptabelt for miljøanalyser, når mellem laboratorium variationskoefficienten vurderes. Selv i de tilfælde hvor variationskoefficienten er bedst, er den ikke bedre end 12%. En simpel prøve som B1, der alene indeholder dieselolie har en variationskoefficient mellem laboratorierne på 29%, når der betragtes det rapporterede totaltal.

De anførte outliers i bilag 3.1 er langt overvejende Cochran outliers, altså med dårlig reproducerbarhed mellem enkeltbestemmelserne. De opnåede inden for laboratoriet variationskoefficienter fremgår

af bilag 8 og er på 1 - 10%, typisk 4 - 5%, højest for den tungt flygtige fraktion, C₂₅-C₃₅ og for fraktioner med lave indhold.

Bestemmelsen af enkeltkomponenterne benzen, toluen og ethylbenzen+xylen er udviser overvejende samme analysekvalitet med henblik på variationskoefficient inden for og mellem laboratorierne, som for produkterne/fraktionerne af olie. Dette er overraskende, idet de forventede problemer med denne metode til bestemmelse af olie og olieprodukter har været fokuseret på sammensatte produkter som olie.

Det er bemærkelsesværdigt at den opnåede analysekvalitet er væsentligt forbedret sammenlignet med de resultater der blev opnået ved den nordiske metodeafprøvning i september 1996. Her var der variationskoefficienter på 33% (CV_L) på et ekstrakt og på 37-45% (CV_R) på jordprøver.

De sammenfattende resultater fra den nordiske metodeafprøvning er gengivet i tabel 2:

	Sample A (soil) mg/kg WW	Sample B (soil) mg/kg WW	Sample C (soil) mg/kg WW	Sample E (dichloromethane) mg/l
Reference value	Diesel oil: 287 Lubricant oil: 142 THC: 429	Gasoline: 40,2 Diesel oil: 41,0 THC: 81,2	(natural sample)	Gasoline: 117 Diesel oil: 118 Lubricant oil: 117 THC: 352
Producers control data THC	Mean: 365,1 CV _r : 1,7 %	Mean: 66,0 CV _r : 4,0 %	Mean: 2130 CV _r : 6,8 %	
Laboratory results THC	Mean: 255,8 CV _R : 37%	Mean: 44,4 CV _R : 45 %	Mean: 1955 CV _R : 44 %	Mean: 309,8 CV _L : 32,9 %
Tabel 2. Resultater fra Nordic Interlaboratory Test /2/. WW: vådvægt				

Det er ikke afklaret hvorvidt den forbedrede analysekvalitet i denne anden runde af metodeafprøvningen kan tilskrives, at der ikke er gennemført ekstraktioner af jordprøver, men alene er analyseret på opløsninger. For ekstrakterne er den generelle analysekvalitet bedre ved denne anden runde, hvilket kan tilskrives det strammere metodeforlæg og at alle laboratorier har anvendt samme diesel- og fuelolie standarder.

Hvor meget usikkerheden vil øges ved en afprøvning, hvor der analyseres på jordprøver er ikke afklaret. I forbindelse med de afprøvninger af ekstraktionsforløbet, der er gennemført på VKI /5/, ses at der er to faktorer som påvirker ekstraktionsudbyttet: ekstraktionstiden og det anvendte rysteapparat. Disse to faktorer må endvidere forventes at være indbyrdes afhængige. VKI's resultater viser ca. 90 % udbytte ved 2 timers ekstraktion sammenlignet med udbyttet ved 8-48 timers ekstraktion, i hvilken periode udbyttet ikke øges yderligere. Disse resultater er opnået, når der anvendes det mest effektive rysteapparat blandt de, der var til rådighed. Det er en uheldig usikkerhed, at anvende en ikke fuldt indstillet ligevægt, især når metoden skal anvendes på laboratorier under forskellige betingelser. Det er vigtigt at det enkelte laboratorium selv tester, om deres ekstraktionsudbytte er tilfredsstillende og om deres ekstraktionstid kan optimeres. Indtil da må det rigtigste være at anvende en ekstraktionstid, som med stor sikkerhed er lang nok, hvorfor 16 timers ekstraktionstid anbefales.

Af bilag 11 fremgår de relative respons for en række n-alkaner i intervallet n-C₁₀ - n-C₄₀. Da den testede metode begrænses til n-C₃₅, skal alene resultaterne indtil n-C₃₆ sammenholdes. Et af argumenterne for at foreskrive anvendelse af GC-FID til olieanalyse er at der er samme respons for alle kulbrinter. Det kan eksempelvis ses i API's metodeundersøgelse /6/. Af bilaget ses at en del laboratorier har problemer med at opnå et tilfredsstillende respons over hele intervallet. 11 ud af de 20 laboratorier har for

n-C₃₂ mindre end 2/3 af max. respons, og 8 ud af de 20 laboratorier har for n-C₁₀ mindre end 2/3 af max. respons. Der sker altså en diskriminering af enten de lette eller de tunge forbindelser, for enkelte laboratorier endda både de lette og de tunge på en gang. En del af laboratorierne må arbejde yderligere med at optimere de gaskromatografiske parametre.

De gaskromatografiske forhold som fremgår af bilag 10 er sammenholdt med de resultater der fremgår af bilag 11. Der er ikke nogen entydige konklusioner, men følgende, der også er baseret på VKI almen viden, bør fremhæves:

PARAMETER	INDSTILLING/ANBEFALING	ARGUMENT
Injektion	On-column eller liner med glasuld	Ensartet respons i hele intervallet
Liner	Stor nok til at kunne rumme den injicerede mængde pentan ved den aktuelle temperatur og tryk	1 µL pentan ved 20°C har på dampform ved 310°C og 15 psi et volumen på 206 µL
Injektions-temperatur	Høj, f.eks. 310°C	Høj nok til at der ikke forekommer diskriminering eller aflejring i injektoren af tunge forbindelser.
Temperatur-program	Stigende temperatur fra injektion til slut temperatur i ovn til detektor. Eksempelvis inj. 310°C, slut ovn 320°C, det. 325°C	Det skal medvirke til at tungt flygtige forbindelser der er injiceret ikke aflejres igen uden mulighed for at komme ud
Bæregas	Helium og brint kan anvendes, mens nitrogen er vanskelig	Brint giver normalt bedre og mere effektiv chromatografi
Purge-tid	Lang nok til lidt over en skylning af lineren	Alt skal ind på kolonnen, men tailing fra pentan skal undgås
Flow	Højt flow anbefales for at de tungt flygtige forbindelser får et tilfredsstillende forløb og analysen gennemføres på en tilfredsstillende tid	Det skal sikres at benzen kan skelnes fra injektionstoppen.
	Konstant hastighed ved aktiv trykstyring	Der er mulighed for bedre adskillelse af flygtige forbindelser, samtidig med at tunge forbindelser chromatograferes tilfredsstillende med en samlet kort analyse tid.
Kolonne	5 % phenyl-methyl-silicone med ultra lav blødning, f.eks. MS-kolonner	Mere tolerante for høje temperaturer. Lav blødning giver bedre detektionsmulighed for tunge forbindelser.
	Dimensioner: 25-30 m, 0,2-0,25 mm ID, 0,25-0,5 µm film	Flere dimensioner kan anvendes
Forkolonne	Forkolonne kan anvendes både til splitless og til on-column. f.eks. 5 m deaktiveret	Det giver bedre chromatografering samt mulighed for at brække af kolonnen uden at hovedkolonnens egenskaber påvirkes

6. REFERENCER

- /1/ Nordic Guidelines for Chemical Analysis of Contaminated Soil Samples, NORDTEST- projekt 1143-93, SINTEF Oslo Januar 1996
- /2/ Arbejdsrapport fra Miljøstyrelsen, No. 30 1997, Nordic Interlaboratory Test
- /3/ Nordic Guidelines for Chemical Analysis of Contaminated Soil Samples, NORDTEST Technical Report 329, SINTEF Oslo, June 1997
- /4/ International Standard ISO 5725-1 og ISO 5725-2 (1994): Accuracy (Trueness and Precision) of
Measurement Methods and Results -
Part 1: General Principles and Definitions.
Part 2: Basic Method for the Determination of Repeatability and Reproducibility of a
Standard Measurement Method.
- /5/ Analyse af olie i jord. Undersøgelse af en velegnet analysemetode. Del 1: VKI's undersøgelse af
ekstraktionsforholdene. VKI's rapport til Miljøstyrelsen, januar 1997
- /6/ API 4599 June 994. Interlaboratory Study of Three Methods for Analyzing Petroleum Hydrocarbons in Soil

BILAG 1. DELTAGENDE LABORATORIER

A/S AnalyCen, Fredericia

Alfred Jørgensen, Gæringsfysiologisk Laboratorium A/S, Frederiksberg

Beredskabsstyrelsen, Kemiske Laboratorium, København

Danmarks Miljøundersøgelser, Afd. for Miljøkemi, Roskilde

Dansk Chemex, Kalundborg

Dansk Teknologisk Institut, Kemiteknik, Tåstrup

Dansk Teknologisk Institut, Århus

FORCE Institutterne, Kemisk Afdeling, Brøndby

Fælleskommunal Levnedsmiddelkontrol, Københavns Amt Vest, Glostrup

Hedeselskabets Laboratorium, Viborg

Hygiejnelaboratoriet A/S, Tønder

Hygiejnisk Forvaltning, Laboratoriet for miljø og levnedsmidler, Ålborg

Københavns Levnedsmiddelkontrol

Levnedsmiddelkontrollen I/S, Skovlunde

Miljø Consult Fyn A/S, Svendborg

Miljø- og Levnedsmiddelcenter, Sjælland Øst I/S, Køge

Miljø- og Levnedsmiddelcentret I/S, Horsens

Miljø- og LevnedsmiddelCentret, Holbæk

Miljø- og Levnedsmiddelkontrollen, Helsingør

Miljø- og Levnedsmiddelkontrollen, Varde

Miljø- og Levnedsmiddelkontrollen, Viborg

Miljøcentret i Næstved I/S

Miljø-Kemi, Dansk Miljø Center A/S, Albertslund

Miljø-Kemi, Dansk Miljø Center A/S, Galten

MLK Østjylland I/S, Silkeborg

MLK-Fyn I/S, Odense SØ

Steins Laboratorium A/S, Miljø & Energi Division, Brørup

BILAG 2. PRØVEFREMSTILLING

PRØVE	FREMSTILLING 26. juni 1997	BEREGNET KONCENTRATION mg/L
BENZIN STAM	0,8062 g 95 oktan blyfri benzin fra Statoil i Kalundborg opløses i 100,0 ml pentan	8062
DIESEL STAM	0,8242 g vinter dieselolie fra statoil i Kalundborg opløses i 100,0 ml pentan	8242
FUEL STAM	1,0217 g fuel olie fra Statoil i Kalundborg opløses i 100,0 ml dichlormethan	10217
A1	1,5145 g BENZIN STAM fortyndes til 250 ml pentan	78,02
B1	3,0191 g DIESEL STAM fortyndes til 250 ml pentan	159,0
C1	8,9443 g FUEL STAM fortyndes til 200,0 ml pentan	345,1
F1	2,4319 g BENZIN STAM, 1,4618 g DIESEL STAM og 5,91980 g FUEL SAM fortyndes til 200 ml pentan	156,6 benzin 96,23 diesel 200,6 fuel i alt 453,4 olie

PRØVE	FREMSTILLING 23. juli 1997	BEREGNET KONCENTRATION mg/L
BENZIN STAM	0,9132 g 95 oktan blyfri benzin fra Statoil i Kalundborg opløses i 100,0 ml dichlormethan	9132
DIESEL STAM	0,9240 g vinter dieselolie fra Statoil i Kalundborg opløses i 100,0 ml dichlormethan	9240
FUEL STAM	6,0389 g fuel olie fra Statoil i Kalundborg opløses i 100,0 ml dichlormethan	60389
C1a	12,6078 g FUEL STAM fortyndes til 200,0 ml dichlor-methan	2875
Fa	2,0155 g BENZIN STAM, 3,4590 g DIESEL STAM og 9,8580 g FUEL STAM fortyndes til 200 ml dichlormethan	69,51 benzin 120,7 diesel 2248 fuel i alt 2438 olie

Prøverne er påfyldt vials med 1,6 ml i hver og forsynet med krympelåg med teflon foring. Prøverne er mærket med påfyldningsnummer og vejret efterfølgende. Prøverne er opbevaret i fryser.

BILAG 3. RESULTATER FRA DELTAGERNE

Bilag 3.1 Oversigt over outliers				
PRØVE	A1	B1	C1a	Fa
Benzen	2C	5C		
Toluen	2C 5C 12C 18C	5C 17C 20C		6C 9C 12C 13C 14C 19C
Ethylbenzen + Xylener	1C 4C 5C 8C 11C 12C 20C	5C 6C		6C 9C 12C
C ₅ - C ₁₀	2C 5G 9C 10C 12C 20C	5G 12C 18G	10C 17C	9C 17C
C ₁₀ - C ₂₅	5C 10C	4G 5C 12C 20C	4C 6C 17C	4G 17C
C ₂₅ - C ₃₅		5C 9C 11C	17C	6C 17C
Total	5G 9C 12C	5C 9C 12C 18C 20C	4G 17C	4G 6C 9C 15C 17C 18C

C : Cochran outlier
G : Grubbs outlier

Benzen ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 2.295	Nominal værdi ppm 0.0540	Nominal værdi ppm 0.270	Nominal værdi ppm 2.775	
1	2.69	-	-	2.57	
	2.65	-	-	2.64	
	2.75	-	-	2.90	
	2.65	-	-	2.91	
2	2.4	-	-	1.4	
	1.5	-	-	1.4	
	-	-	-	1.4	
	-	-	-	1.5	
3	2.38	0.039	<0.05	2.23	
	2.39	0.055	<0.05	2.14	
	2.48	0.059	<0.05	2.18	
	2.43	0.046	-	-	
4	2.29	0.055	<0.05	<0.05	
	1.92	0.051	<0.05	<0.05	
	2.30	0.054	<0.05	<0.05	
	-	-	-	-	
5	2.06	2.26	-	-	
	2.05	2.47	-	-	
	2.07	-	-	-	
	-	-	-	-	
6	3.57	<0.10	<0.10	4.51	
	3.57	<0.10	<0.10	5.16	
	3.56	<0.10	<0.10	4.48	
	3.60	<0.10	<0.10	4.45	
7	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
8	2.29	-	-	3.66	
	2.65	-	-	3.99	
	2.63	-	-	3.38	
	2.62	-	-	3.32	
9	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	

H:\REFLAB\9200\LIETHC2\ISODATA\BENZEN.PAR
04-02-1998

Benzen ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 2.295	Nominal værdi ppm 0.0540	Nominal værdi ppm 0.270	Nominal værdi ppm 2.775	
10	0.93	<0.1	0.26	2.97	
	0.92	<0.1	0.26	2.98	
	1.18	<0.1	0.27	2.65	
	1.11	<0.1	0.26	2.92	
11	1.54	0.017	-	-	
	1.57	0.015	-	-	
	1.58	0.017	-	-	
	-	-	-	-	
12	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
13	1.56	-	-	2.40	
	1.48	-	-	2.46	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
14	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
15	3.54	0.062	0.29	2.76	
	3.56	0.066	0.30	2.82	
	3.52	0.071	0.28	2.79	
	-	-	-	-	
16	2.74	-	-	3.10	
	2.61	-	-	2.95	
	2.59	-	-	3.15	
	2.66	-	-	2.90	
17	0.985	0.051	-	-	
	0.970	0.041	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
18	1.13	-	-	1.60	
	1.11	-	-	1.50	
	0.96	-	-	1.53	
	0.92	-	-	1.49	

H:\REFLAB\9200\LIETHC2\ISODATA\BENZEN.PAR
04-02-1998

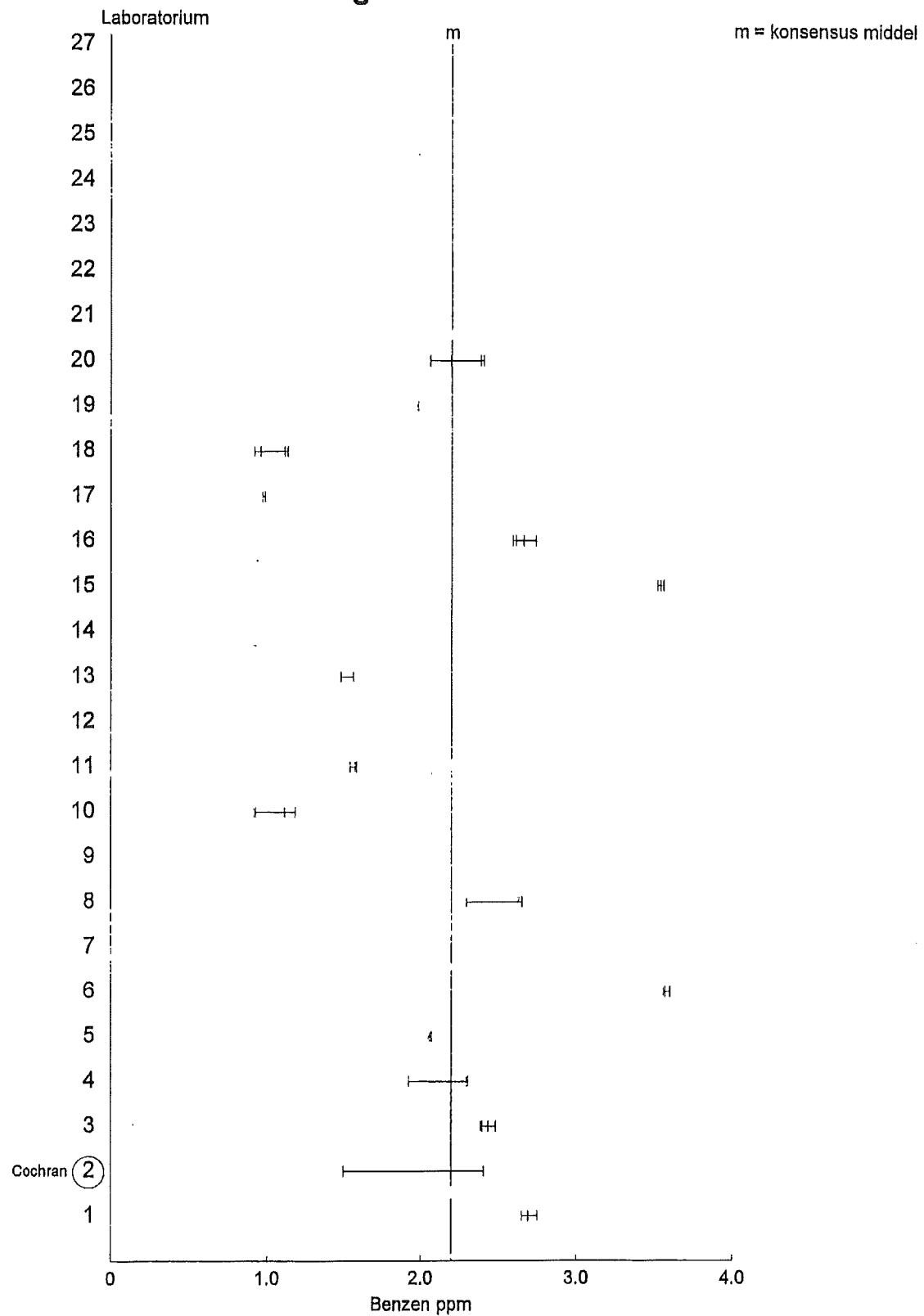
Benzen ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 2.295	Nominal værdi ppm 0.0540	Nominal værdi ppm 0.270	Nominal værdi ppm 2.775	
19	1.98 1.97 - -	- - - -	- - - -	- - - -	
20	2.06 2.40 2.38 2.19	- - - -	- - - -	0.28 0.28 - -	
21	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
22	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
23	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
24	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
25	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
26	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
27	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	

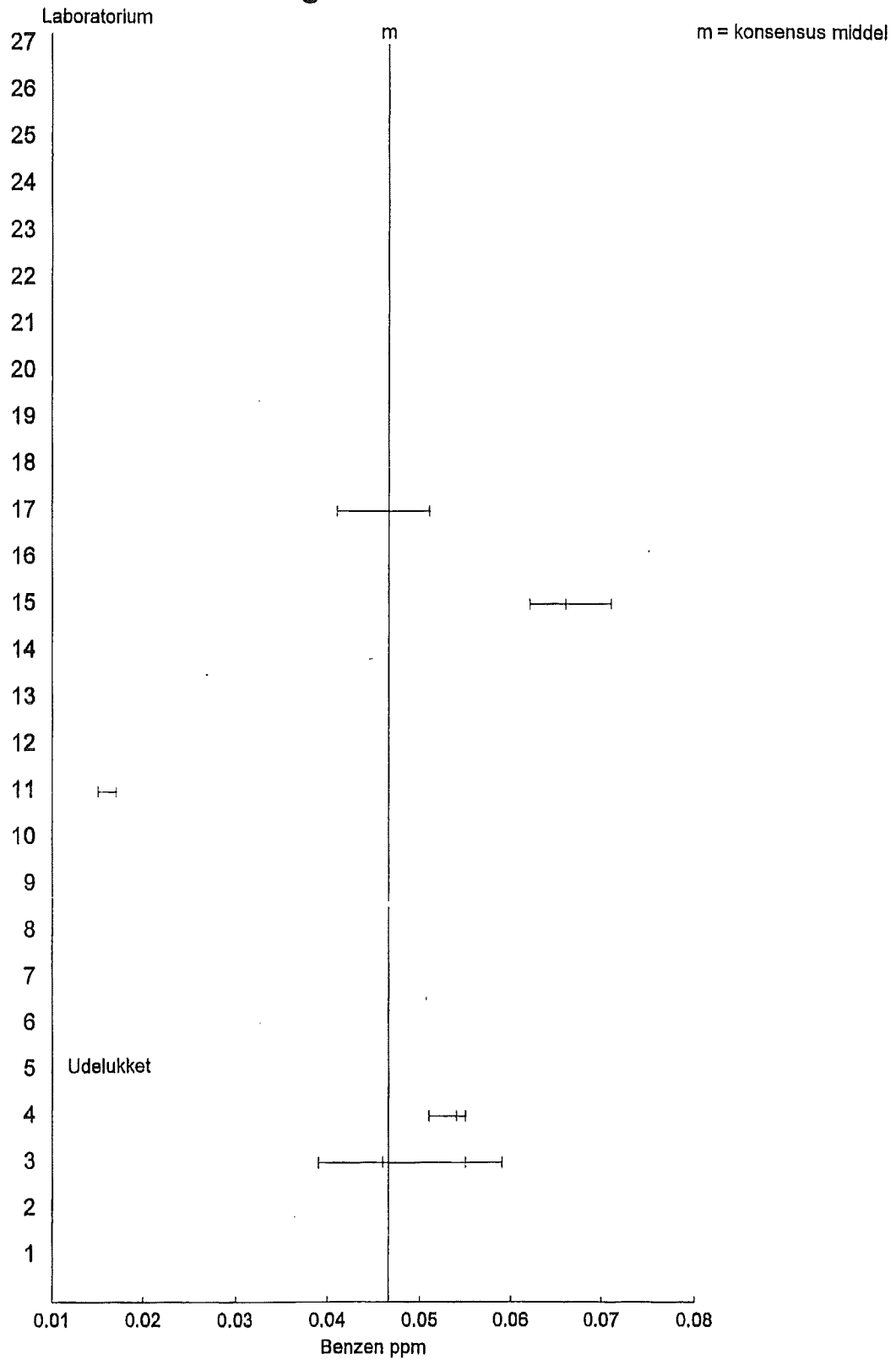
H:\REFLAB\9200LIE\THC2\1\SODATA\BENZEN.PAR
04-02-1998

Liniediagram : Niveau A1



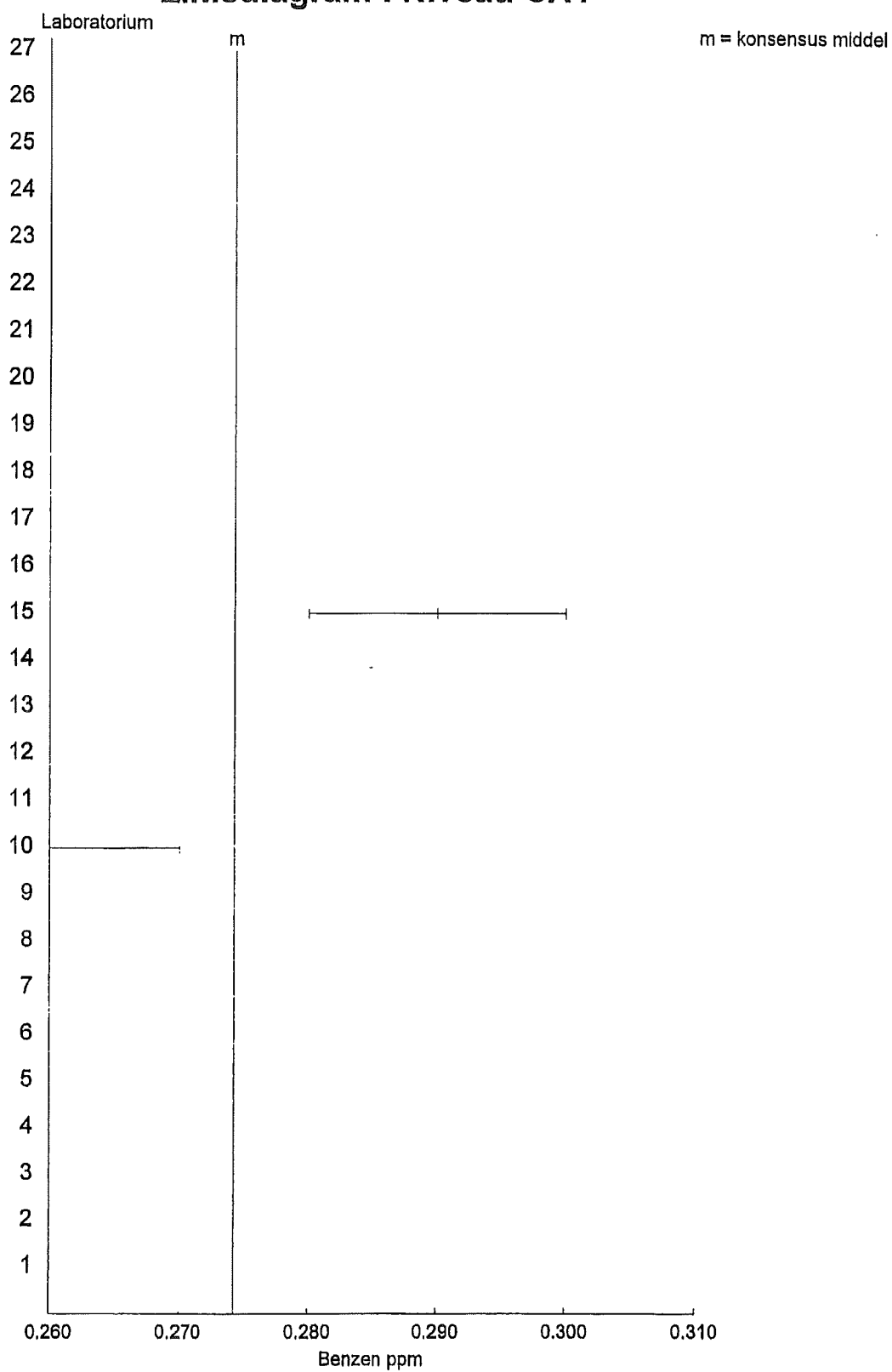
Alle resultater inklusive outliers: n = 52 Middelværdi = 2.19 Std.afv = 0.80
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 50 Middelværdi = 2.19 Std.afv = 0.81

Liniediagram : Niveau B1



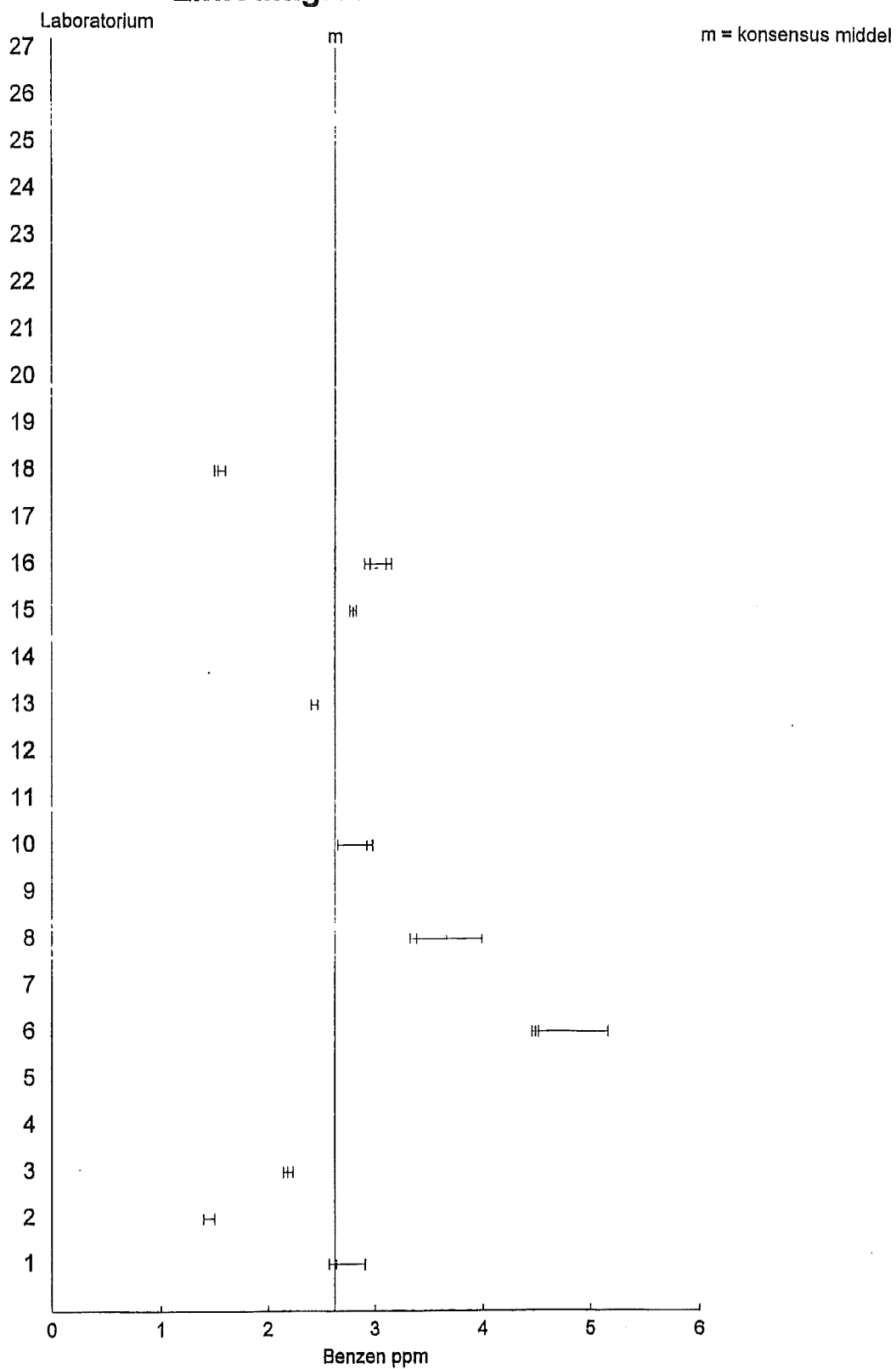
Alle resultater inklusive outliers: n = 15 Middelværdi = 0.047 Std.afv = 0.018
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 15 Middelværdi = 0.047 Std.afv = 0.018

Liniediagram : Niveau CA1



Alle resultater inklusive outliers: n = 7 Middelværdi = 0.27 Std.afv = 0.02
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 7 Middelværdi = 0.27 Std.afv = 0.02

Liniediagram : Niveau FA



Alle resultater inklusive outliers: n = 38 Middelværdi = 2.63 Std.afv = 1.09
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 38 Middelværdi = 2.63 Std.afv = 1.09

Toluen ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 16.25	Nominal værdi ppm 0.170	Nominal værdi ppm 0.100	Nominal værdi ppm 15.11	
1	22.18	-	-	12.5	
	21.76	0.27	-	12.7	
	22.50	0.27	-	12.7	
	22.99	0.27	-	12.7	
2	17	-	-	8.4	
	15	-	-	8.0	
	-	-	-	8.1	
	-	-	-	8.2	
3	17.4	0.142	<0.05	15.1	
	17.5	0.151	<0.05	16.2	
	17.9	0.138	<0.05	15.1	
	17.8	0.127	-	-	
4	13.1	0.17	<0.05	12.4	
	12.6	0.17	<0.05	12.4	
	12.4	0.18	<0.05	12.6	
	-	-	-	-	
5	38.6	43.5	-	-	
	38.0	43.3	-	-	
	35.1	-	-	-	
	-	-	-	-	
6	13.7	0.17	<0.10	14.1	
	13.7	0.16	<0.10	16.4	
	13.6	0.16	<0.10	13.8	
	13.8	0.16	<0.10	14.7	
7	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
8	17.34	-	-	15.74	
	17.34	-	-	15.11	
	17.68	-	-	15.70	
	17.62	-	-	15.37	
9	16.0	-	-	16.7	
	16.2	-	-	14.9	
	16.3	-	-	15.3	
	-	-	-	-	

H:\REFLAB\9200LIE\THC\USODATA\TOLUEN.PAR
04-02-1998

Toluen ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 16.25	Nominal værdi ppm 0.170	Nominal værdi ppm 0.100	Nominal værdi ppm 15.11	
10	11.6	0.14	0.10	10.7	
	11.3	0.14	0.10	10.7	
	12.9	0.13	0.10	10.7	
	11.6	0.14	0.11	10.7	
11	14.9	0.23	-	-	
	15.6	0.23	-	-	
	16.5	0.24	-	-	
	-	-	-	-	
12	39	<1	<1	32	
	34	<1	<1	31	
	24	<1	<1	26	
	-	-	<1	29	
13	22.1	-	-	19.2	
	22.4	-	-	18.0	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
14	19	-	-	17	
	19	-	-	17	
	19	-	-	17	
	19	-	-	18	
15	12.91	0.135	0.042	9.18	
	12.67	0.121	0.046	9.18	
	12.71	0.123	0.040	9.19	
	-	-	-	-	
16	17.2	-	-	15.4	
	17.0	-	-	15.3	
	16.9	-	-	15.4	
	17.2	-	-	15.5	
17	6.133	0.478	-	-	
	6.254	0.589	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
18	15.8	-	-	15.3	
	15.6	-	-	15.2	
	13.9	-	-	15.2	
	13.4	-	-	15.3	

H:\REFLAB\9200\LIETHC\2\ISO\DATA\TOLUEN.PAR
04-02-1998

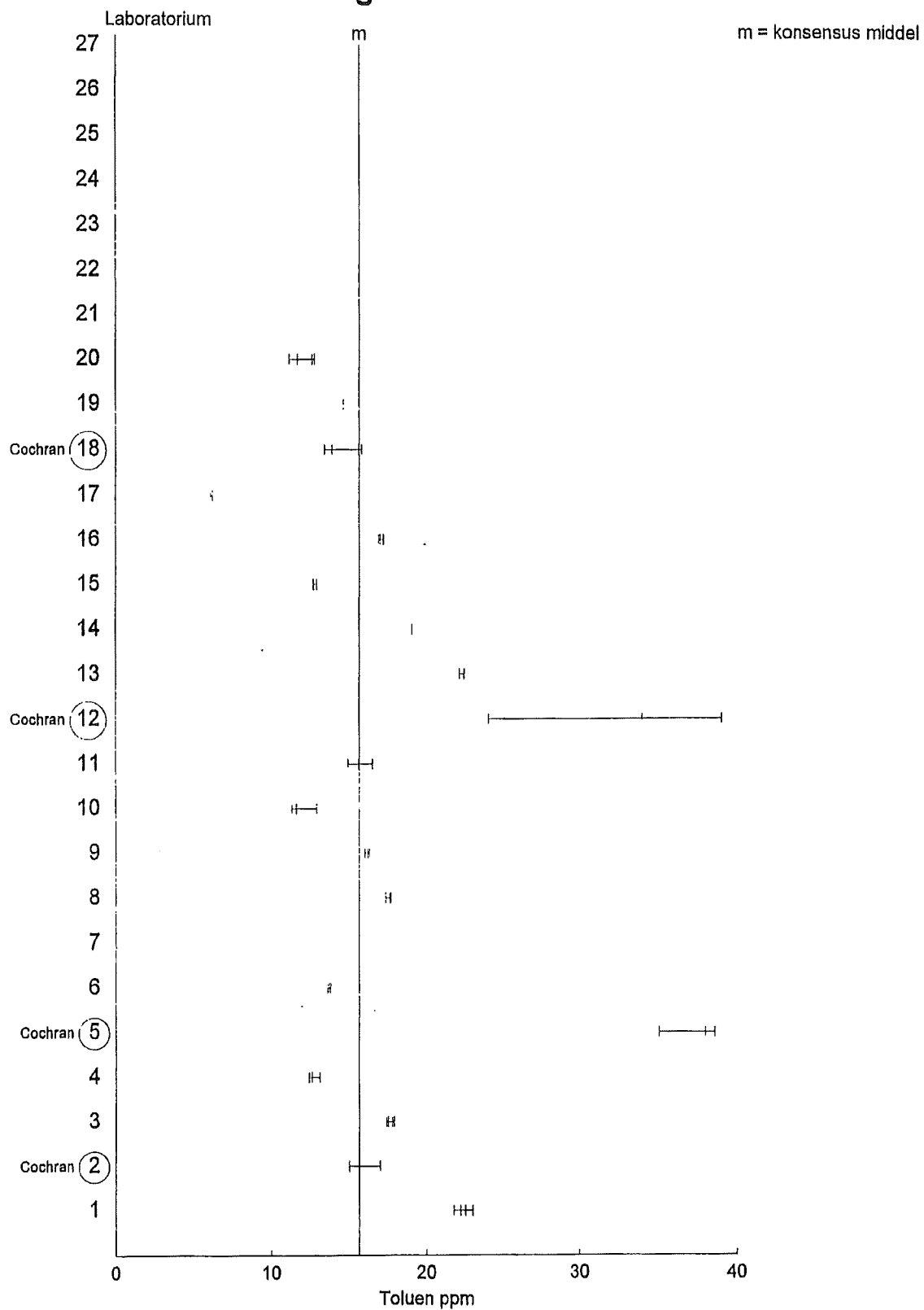
Toluen ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 16.25	Nominal værdi ppm 0.170	Nominal værdi ppm 0.100	Nominal værdi ppm 15.11	
19	14.6 14.6 - -	- - - -	- - - -	15.2 16.1 - -	
20	11.14 12.75 12.63 11.69	0.26 0.25 0.19 0.19	- - - -	13.77 14.54 13.96 13.88	
21	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
22	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
23	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
24	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
25	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
26	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
27	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	

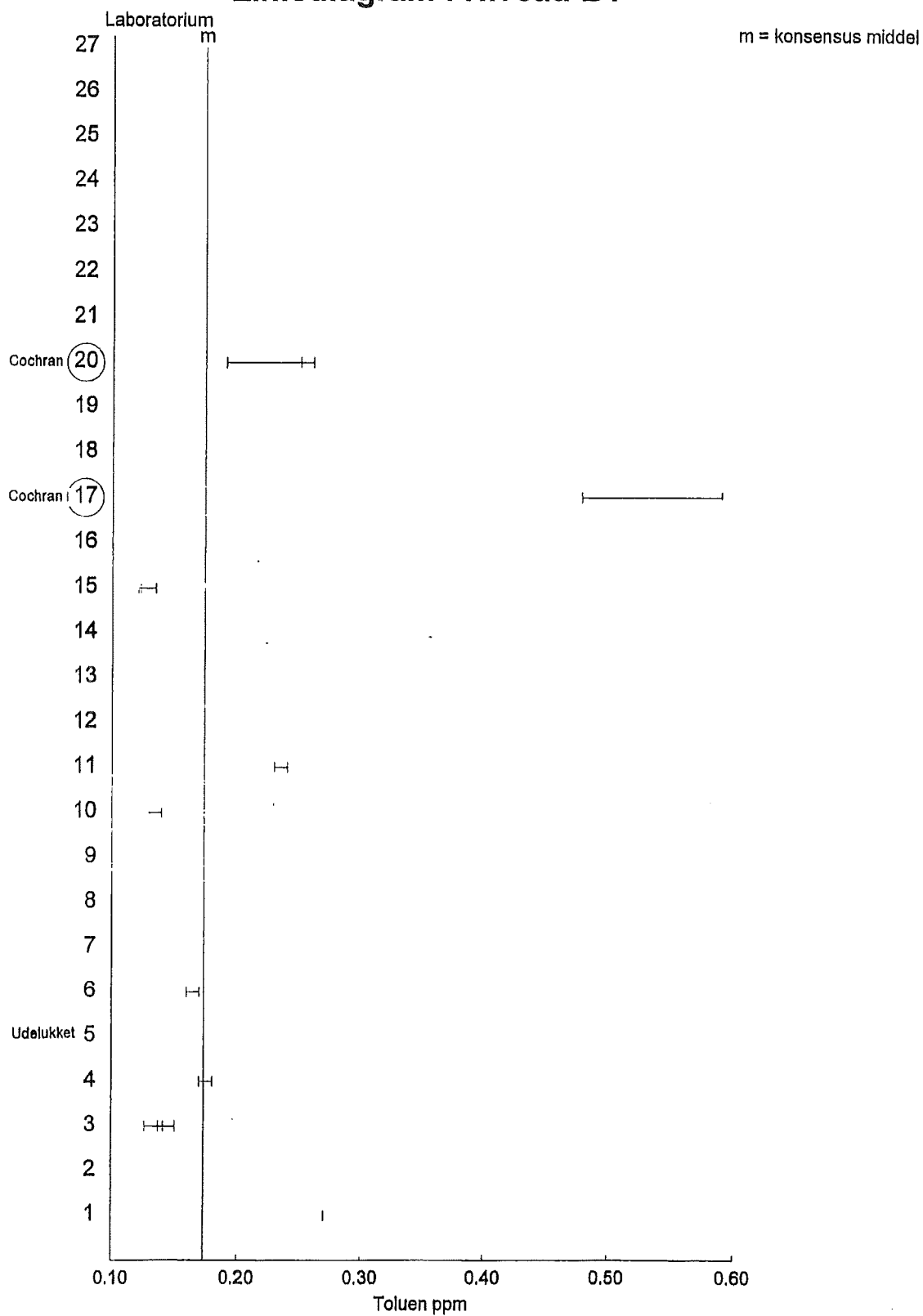
H:\REFLAB\9200LIETHC2\ISODATA\TOLUEN.PAR
04-02-1998

Liniediagram : Niveau A1



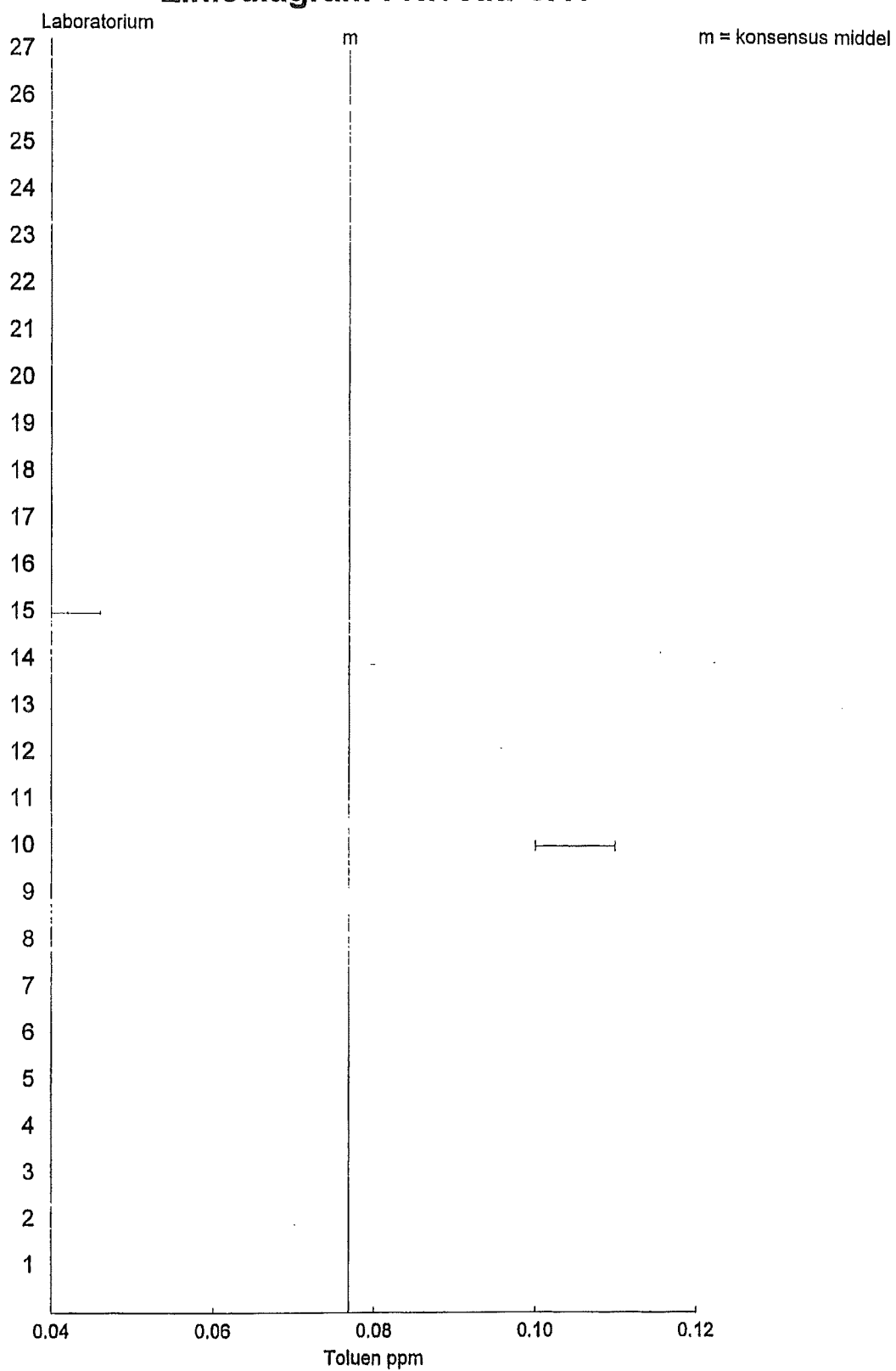
Alle resultater inklusive outliers: $n = 62$ Middelværdi = 17.5 Std.afv = 6.9
 Alle resultater eksklusive outliers: $n = 50$ Middelværdi = 15.7 Std.afv = 3.8

Liniediagram : Niveau B1



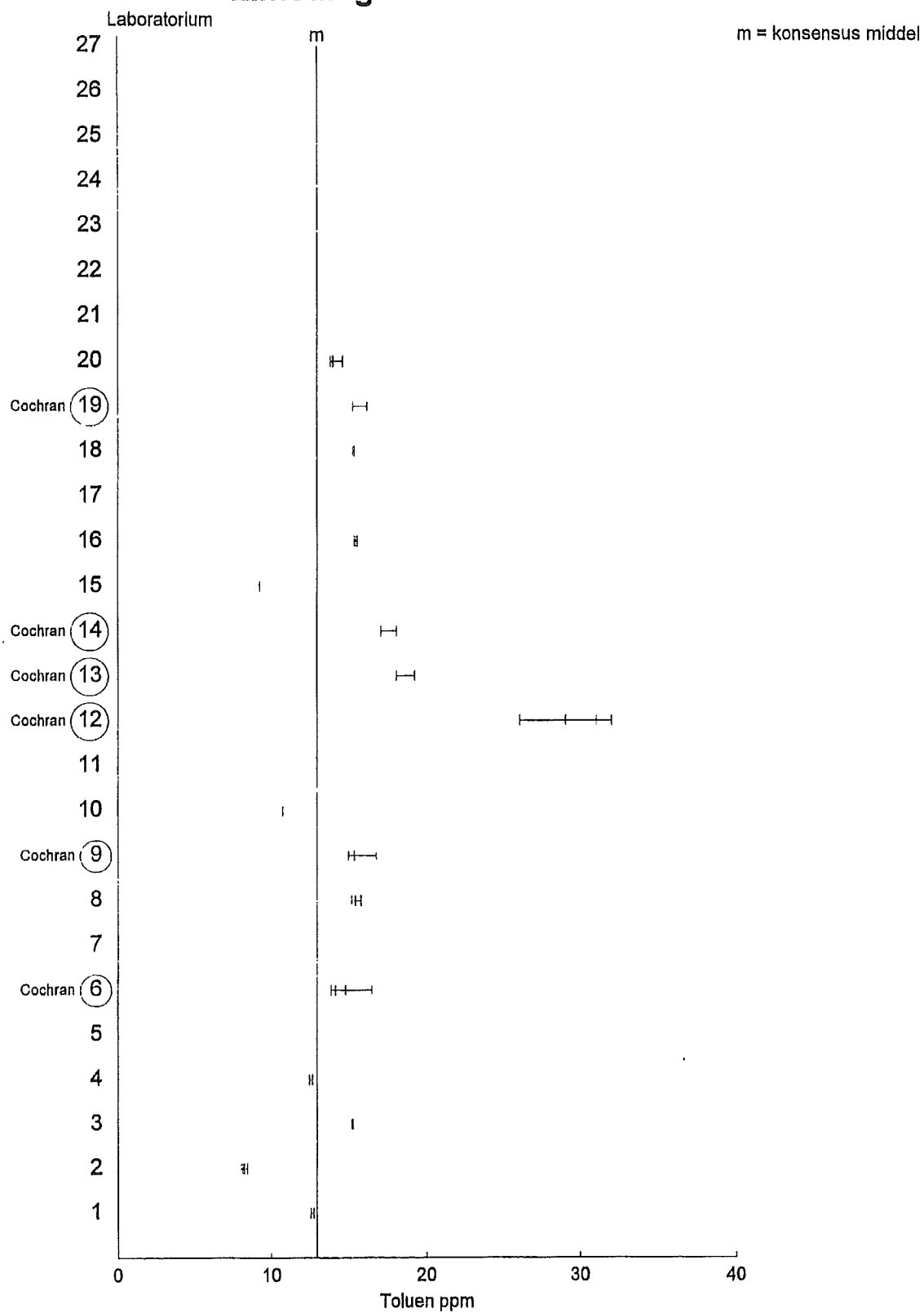
Alle resultater inklusive outliers: n = 30 Middelværdi = 0.20 Std.afv = 0.10
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 24 Middelværdi = 0.17 Std.afv = 0.05

Liniediagram : Niveau CA1



Alle resultater inklusive outliers: n = 7 Middelværdi = 0.08 Std.afv = 0.03
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 7 Middelværdi = 0.08 Std.afv = 0.03

Liniediagram : Niveau FA



Alle resultater inklusive outliers: n = 56 Middelværdi = 15.0 Std.afv = 4.9
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 37 Middelværdi = 12.9 Std.afv = 2.6

Ethylbenzen + Xylenen ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 20.30	Nominal værdi ppm 0.645	Nominal værdi ppm 0.0700	Nominal værdi ppm 16.95	
1	20.11	-	-	15.4	
	25.63	0.69	-	15.4	
	26.56	0.66	-	15.7	
	27.37	0.66	-	15.8	
2	21	-	-	7.8	
	21	-	-	7.9	
	-	-	-	7.7	
	-	-	-	7.8	
3	20.5	0.692	<0.05	18.7	
	20.7	0.685	<0.05	18.6	
	21.1	0.670	<0.05	18.5	
	21.3	0.682	-	-	
4	15.2	0.449	<0.05	14.2	
	14.3	0.456	<0.05	14.8	
	14.0	0.434	<0.05	15.1	
	-	-	-	-	
5	59.9	59.9	-	-	
	58.5	59.8	-	-	
	63.8	-	-	-	
	-	-	-	-	
6	15.4	0.53	<0.10	16.3	
	15.5	0.60	<0.10	18.6	
	15.5	0.76	<0.10	15.0	
	15.6	0.63	<0.10	15.7	
7	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
8	19.22	-	-	20.37	
	19.19	-	-	21.27	
	21.11	-	-	19.79	
	21.14	-	-	20.52	
9	15.6	-	-	20.0	
	15.7	-	-	16.3	
	15.5	-	-	16.9	
	-	-	-	-	

H:\REFLAB\9200\IETHCZ\ISODATA\ETHYLBEN.PAR
04-02-1998

Ethylbenzen + Xylener ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 20.30	Nominal værdi ppm 0.645	Nominal værdi ppm 0.0700	Nominal værdi ppm 16.95	
10	15.9	0.50	<0.3	14.1	
	15.9	0.48	<0.3	14.2	
	15.9	0.45	<0.3	14.1	
	15.7	0.48	<0.3	14.0	
11	21.3	0.83	-	-	
	19.8	0.80	-	-	
	21.0	0.84	-	-	
	-	-	-	-	
12	50	<1	<1	42	
	43	<1	<1	41	
	31	<1	<1	42	
	-	-	<1	39	
13	19.2	-	-	13.7	
	19.2	-	-	14.9	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
14	22	-	-	21	
	22	-	-	21	
	22	-	-	21	
	22	-	-	21	
15	15.60	0.440	0.081	11.28	
	15.58	0.436	0.070	11.27	
	15.57	0.429	0.059	11.24	
	-	-	-	-	
16	21.3	-	-	19.4	
	21.1	-	-	19.5	
	21.1	-	-	19.5	
	21.3	-	-	19.6	
17	14.224	0.375	-	-	
	14.734	0.337	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
18	21.9	-	-	21.8	
	21.8	-	-	22.0	
	21.9	-	-	21.6	
	21.4	-	-	22.1	

H:\REFLAB\200\LIETHC2\USODATA\ETHYLBEN.PAR
04-02-1998

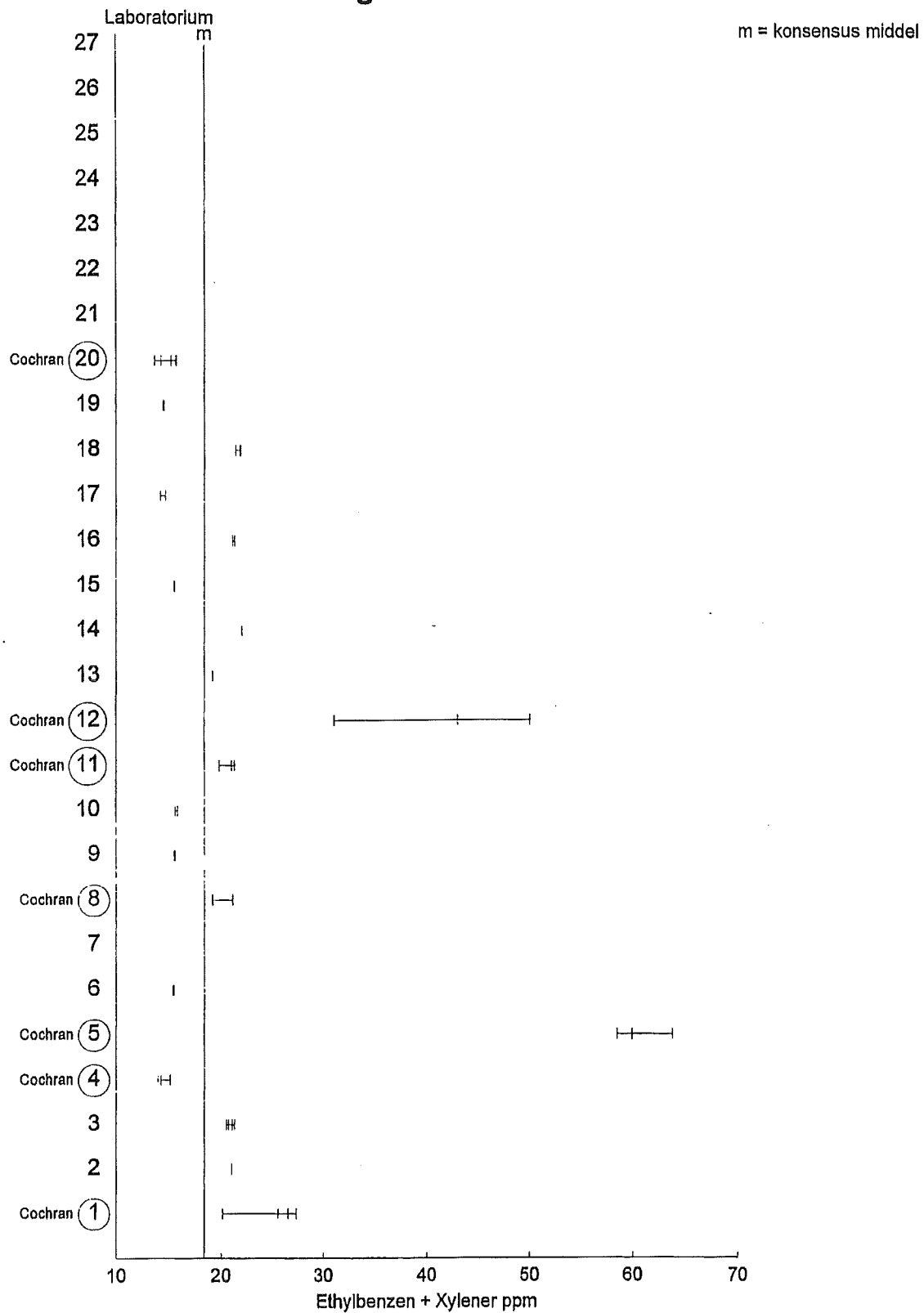
Ethylbenzen + Xylener ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 20.30	Nominal værdi ppm 0.645	Nominal værdi ppm 0.0700	Nominal værdi ppm 16.95	
19	14.6 14.5 - -	- - - -	- - - -	12.4 13.3 - -	
20	13.66 15.75 15.30 14.29	0.72 0.77 - -	- - - -	16.37 17.68 17.30 16.99	
21	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
22	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
23	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
24	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
25	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
26	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
27	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	

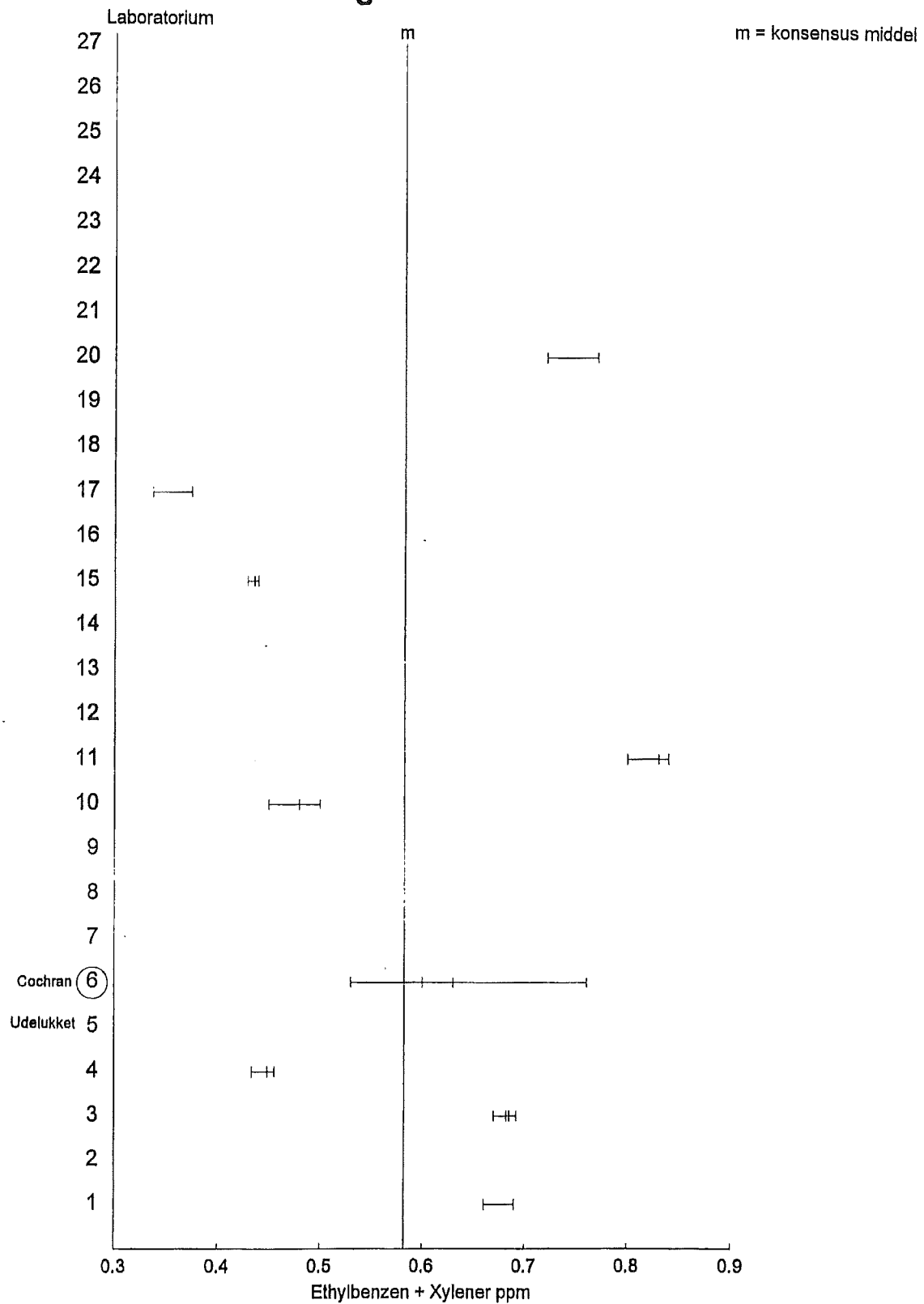
H:\REFLAB\9200\LIETHC2\ISODATA\ETHYLBEN.PAR
04-02-1998

Liniediagram : Niveau A1



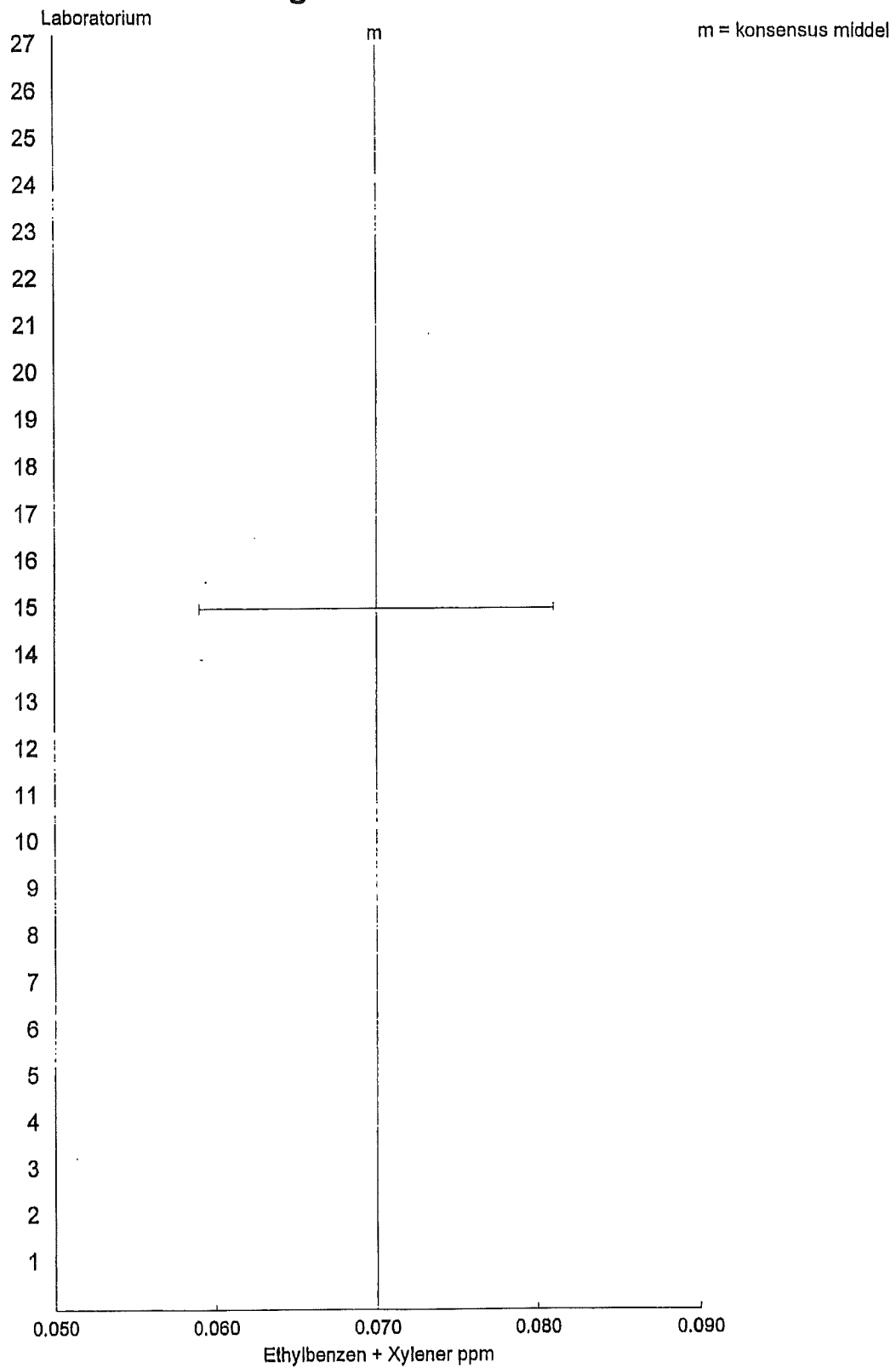
Alle resultater inklusive outliers: n = 62 Middelværdi = 21.8 Std.afv = 10.8
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 38 Middelværdi = 18.4 Std.afv = 3.0

Liniediagram : Niveau B1



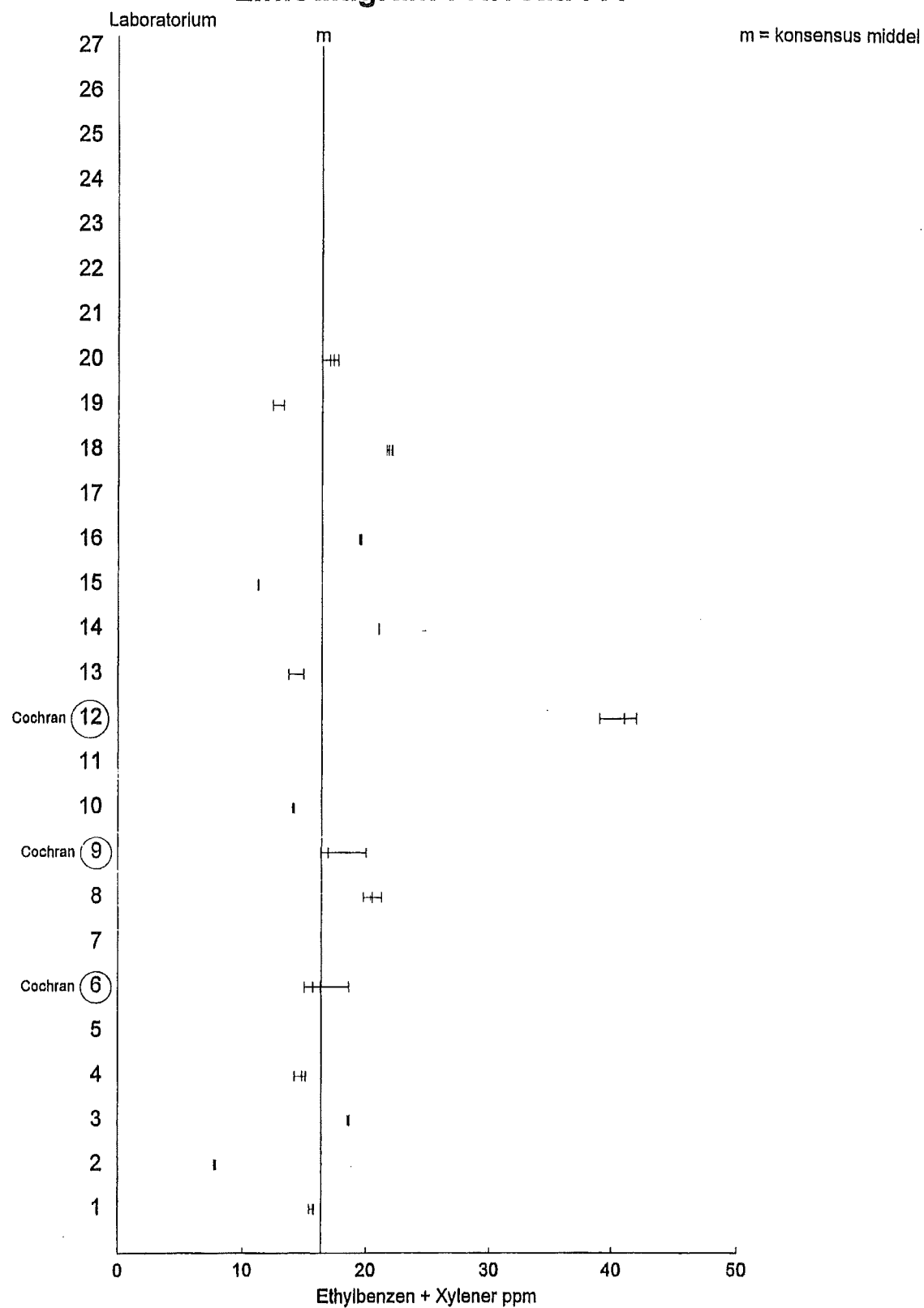
Alle resultater inklusive outliers: n = 28 Middelværdi = 0.59 Std.afv = 0.15
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 24 Middelværdi = 0.58 Std.afv = 0.16

Liniediagram : Niveau CA1



Alle resultater inklusive outliers: n = 3 Middelværdi = 0.070 Std.afv = 0.011
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 3 Middelværdi = 0.070 Std.afv = 0.011

Liniediagram : Niveau FA



Alle resultater inklusive outliers: n = 56 Middelværdi = 18.2 Std.afv = 7.4
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 45 Middelværdi = 16.4 Std.afv = 4.2

C>5 - C10 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 69.00	Nominal værdi ppm 10.40	Nominal værdi ppm 3.30	Nominal værdi ppm 74.40	
1	37.2	-	0	74.4	
	36.5	-	0	75.3	
	38.0	-	0	75.6	
	38.7	-	0	75.1	
2	88	-	-	42	
	80	-	-	41	
	-	-	-	41	
	-	-	-	41	
3	67.0	10.4	2.24	63.1	
	67.9	11.0	2.81	69.6	
	68.3	10.6	2.87	63.7	
	69.4	10.6	-	-	
4	99.17	-	-	106.6	
	96.36	-	-	98.7	
	98.55	-	-	100.1	
	-	-	-	-	
5	197.8	188.5	-	-	
	196.4	188.6	-	-	
	196.5	-	-	-	
	-	-	-	-	
6	48.6	5.13	<0.10	57.9	
	48.7	5.98	<0.10	63.1	
	47.7	5.80	<0.10	55.6	
	48.9	6.10	<0.10	56.4	
7	72.9	12.1	9.4	73.9	
	69.1	12.4	9.1	74.1	
	74.7	12.7	9.1	74.7	
	-	-	-	-	
8	94.38	16.50	-	110.3	
	95.48	17.98	-	115.6	
	94.01	14.25	-	111.5	
	93.76	14.43	-	103.9	
9	257.3	16.8	-	124.9	
	199.3	19.0	-	104.2	
	153.6	15.9	-	106.4	
	-	-	-	-	

H:\REFLAB\920OLIE\THC2\ISODATA\IC_5___C1.PAR
04-02-1998

C>5 - C10 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 69.00	Nominal værdi ppm 10.40	Nominal værdi ppm 3.30	Nominal værdi ppm 74.40	
10	56.0 48.0 47.4 43.9	11.6 14.3 9.6 9.7	9.0 10.7 4.8 5.4	52.2 52.3 57.1 57.4	
11	63 65 61 -	9.4 9.6 8.0 -	- - - -	- - - -	
12	130 114 86 -	6.4 9.5 12.4 -	<3 <3 <3 <3	118 115 115 107	
13	105.2 103.9 - -	- - - -	- - - -	85.4 79.0 - -	
14	59 59 59 60	10 10 10 10	<5 <5 <5 <5	62 62 62 63	
15	47.04 48.39 47.13 -	6.273 6.183 6.003 -	3.303 2.673 2.583 -	39.843 39.663 40.203 -	
16	69.7 69.1 69.0 68.6	13.1 13.5 12.7 12.5	- - - -	76.4 76.6 76.4 76.7	
17	96.1 92.2 - -	9.8 9.6 - -	49.2 79.7 - -	236.8 188.9 - -	
18	84 83 81 83	28 30 26 27	- - - -	80 80 83 84	

H:\REFLAB\9200LIE\THCZ\ISODATA\0_5_C1.PAR
04-02-1998

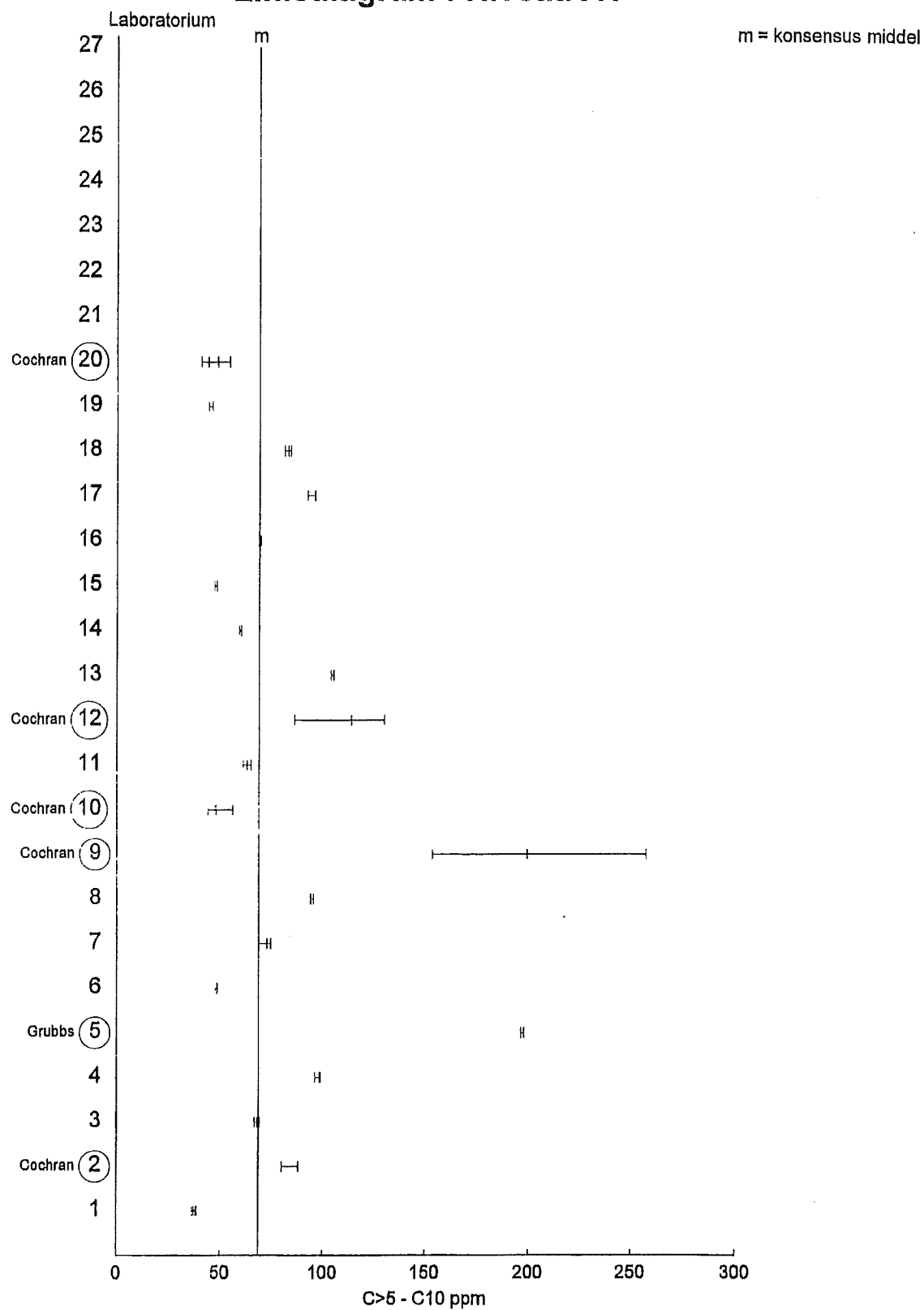
C>5 - C10 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 69.00	Nominal værdi ppm 10.40	Nominal værdi ppm 3.30	Nominal værdi ppm 74.40	
19	44 46 - -	9 8 - -	- - - -	41 43 - -	
20	40.41 54.30 48.64 43.87	6.62 7.94 6.96 8.84	- - - -	54.76 51.89 58.32 56.59	
21	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
22	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
23	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
24	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
25	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
26	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
27	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	

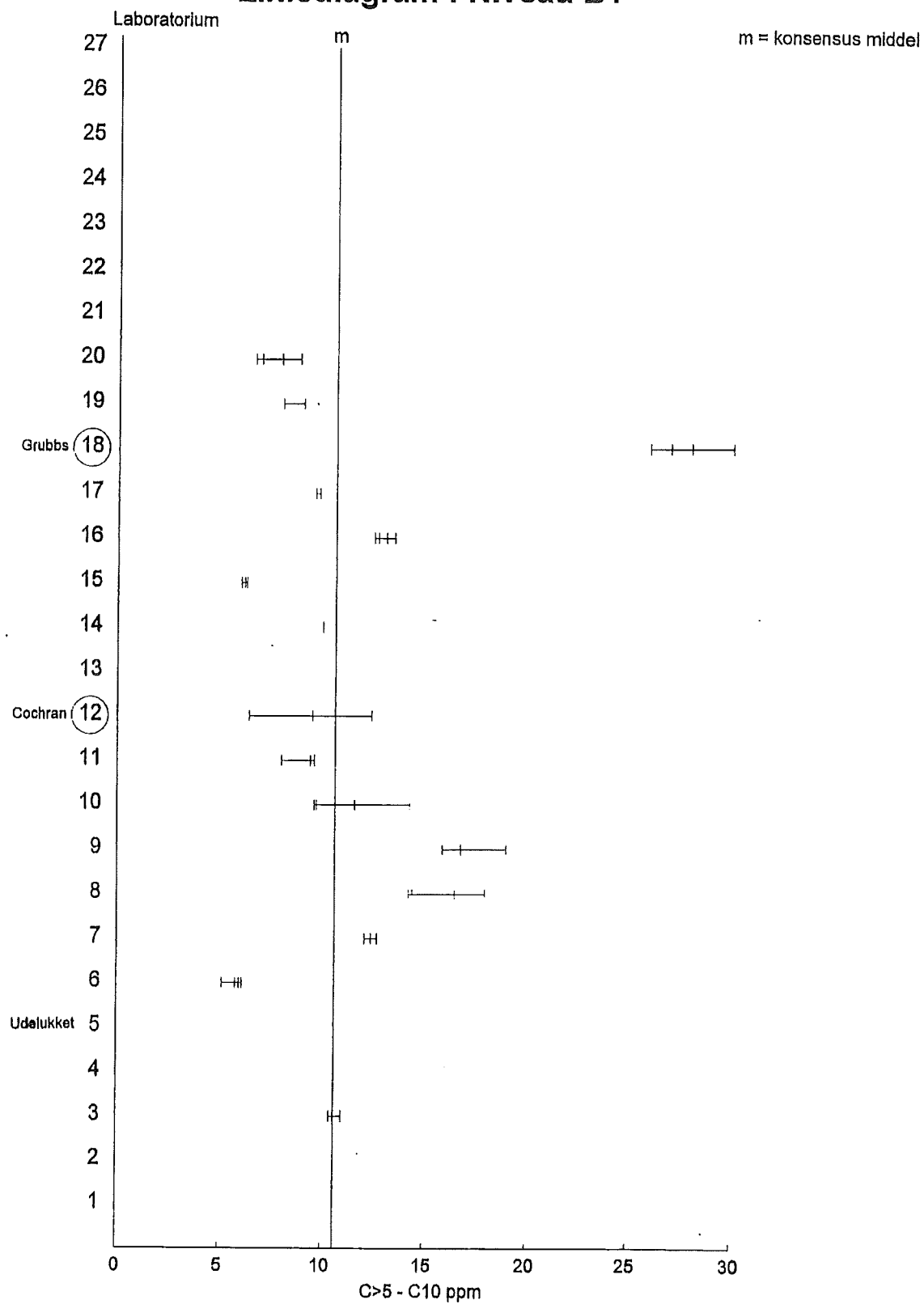
H:\REFLAB\9200LIETHCZ\ISODATA\IC_5___C1.PAR
04-02-1998

Liniediagram : Niveau A1



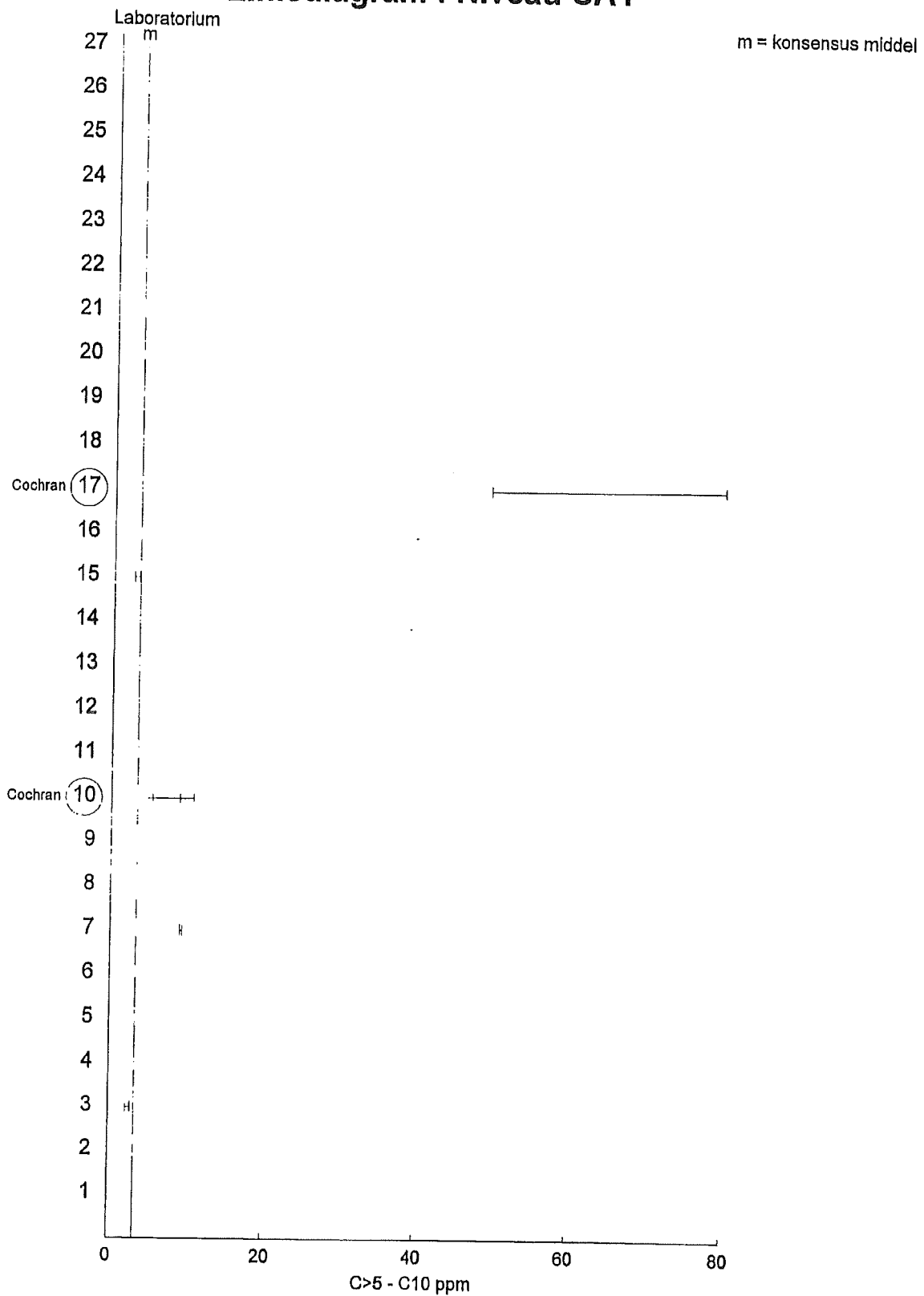
Alle resultater inklusive outliers: n = 65 Middelværdi = 80,8 Std.afv = 44,8
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 46 Middelværdi = 68,9 Std.afv = 20,2

Liniediagram : Niveau B1



Alle resultater inklusive outliers: $n = 51$ Middelværdi = 11.9 Std.afv = 5.7
 Alle resultater eksklusive outliers: $n = 44$ Middelværdi = 10.6 Std.afv = 3.5

Liniediagram : Niveau CA1

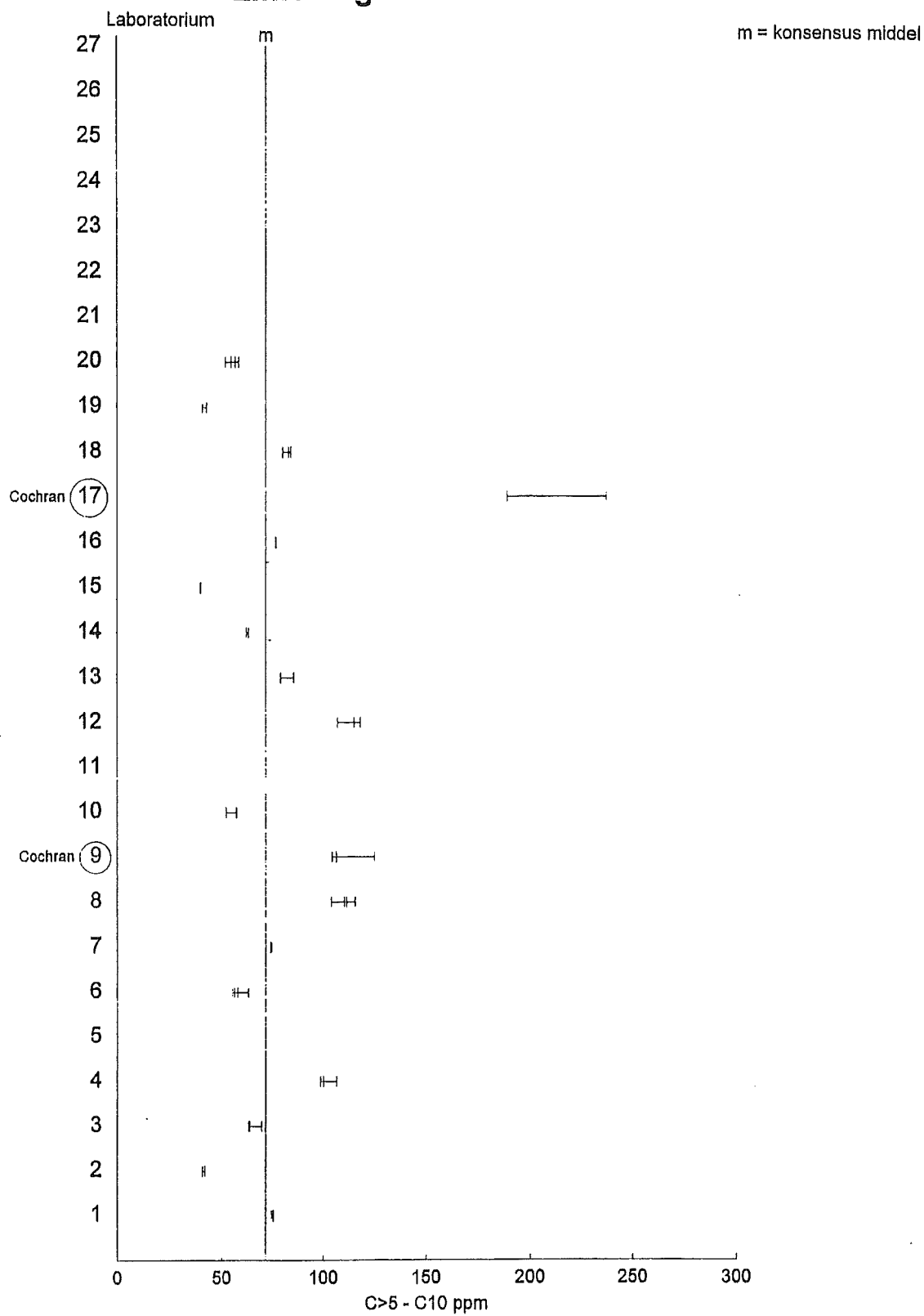


Alle resultater inklusive outliers: $n = 19$ Middelværdi = 10.7 Std.afv = 19.9

Alle resultater eksklusive outliers: $n = 13$ Middelværdi = 3.4 Std.afv = 3.5

Resultater der ikke er medtaget i ovenstående diagram:

Liniediagram : Niveau FA



Alle resultater inklusive outliers: n = 61 Middelværdi = 78.2 Std.afv = 34.7
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 56 Middelværdi = 71.6 Std.afv = 22.9

C>10 - C25 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 11.320	Nominal værdi ppm 149.00	Nominal værdi ppm 460.00	Nominal værdi ppm 439.5	
1	15.0	-	548	542	
	14.5	174.1	550	555	
	16.0	172.8	561	558	
	15.5	173.6	566	560	
2	-	240	550	450	
	-	240	530	510	
	-	-	510	490	
	-	-	500	540	
3	11.0	156	546	386	
	11.3	157	488	381	
	11.7	159	526	398	
	11.4	150	-	-	
4	-	310.8	874	950	
	-	302.4	808	880	
	-	317.8	953	889	
	-	-	-	-	
5	9.12	171.9	-	-	
	18.8	143.9	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
6	6.71	74.8	418	426	
	6.91	80.0	418	414	
	6.73	79.2	327	392	
	6.37	81.1	446	313	
7	14.0	159	280	353	
	13.7	158	295	348	
	14.8	166	306	373	
	-	-	-	-	
8	11.32	148.8	460	518.2	
	11.61	142.6	475	548.8	
	11.39	152.1	489	503.4	
	11.12	142.0	474	516.0	
9	-	140.0	383.0	306.1	
	-	129.0	405.0	381.7	
	-	129.0	424.3	331.7	
	-	-	430.2	-	

H:\REFLAB\9200LIETHCZ\ISODATA\IC_10_C.PAR
04-02-1998

C>10 - C25 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 11.320	Nominal værdi ppm 149.00	Nominal værdi ppm 460.00	Nominal værdi ppm 439.5	
10	<5 11.9 6.5 <5	133 140 151 149	363 372 357 348	371 358 360 365	
11	<5 <5 <5 -	153 156 153 -	460 450 470 -	470 440 430 -	
12	8.5 7.3 4.9 -	116 111 145 -	370 358 394 398	425 380 380 344	
13	- - - -	160.2 164.1 - -	- - - -	398 426 - -	
14	<10 <10 <10 <10	141 144 145 142	460 465 465 466	484 490 486 488	
15	6.868 6.328 6.328 -	105.238 93.808 94.348 -	192.808 201.98 202.168 -	200.09 194.698 188.398 -	
16	22.6 21.6 24.0 25.2	150 149 152 152	397 404 414 414	439 457 437 451	
17	- - - -	141.7 145.1 - -	842.2 1147.6 - -	1434.6 922.7 - -	
18	- - - -	122 120 105 105	414 404 401 344	476 420 451 458	

H:\REFLAB\9200L\ETHC2\USODATA\IC_10__C.PAR
04-02-1998

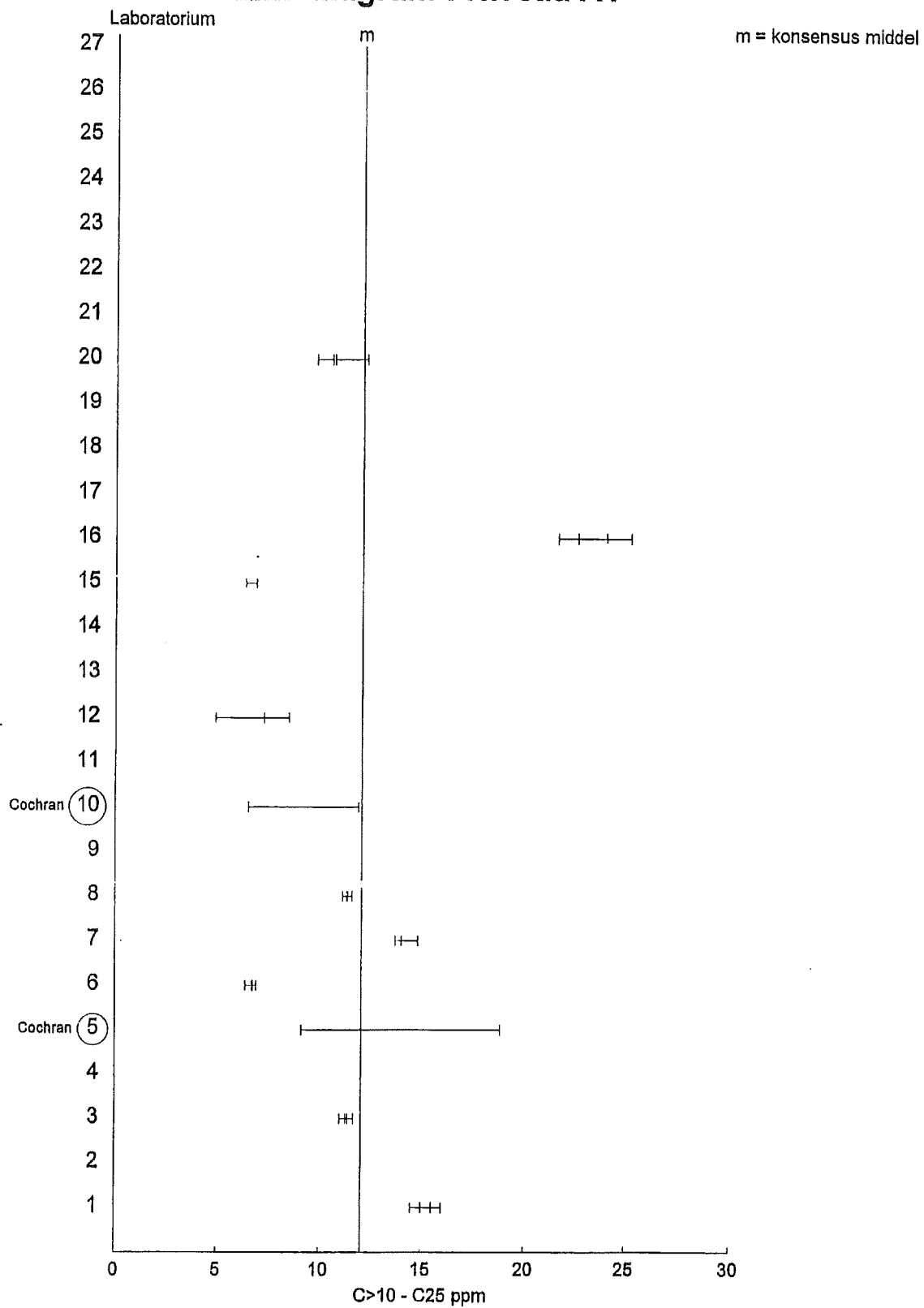
C>10 - C25 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 11.320	Nominal værdi ppm 149.00	Nominal værdi ppm 460.00	Nominal værdi ppm 439.5	
19	- - - -	129 129 - -	593 611 - -	200 212 - -	
20	12.23 10.65 10.63 9.78	199.61 202.93 151.57 168.84	561.63 518.46 554.40 585.55	575.19 565.12 546.69 520.69	
21	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
22	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
23	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
24	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
25	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
26	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
27	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	

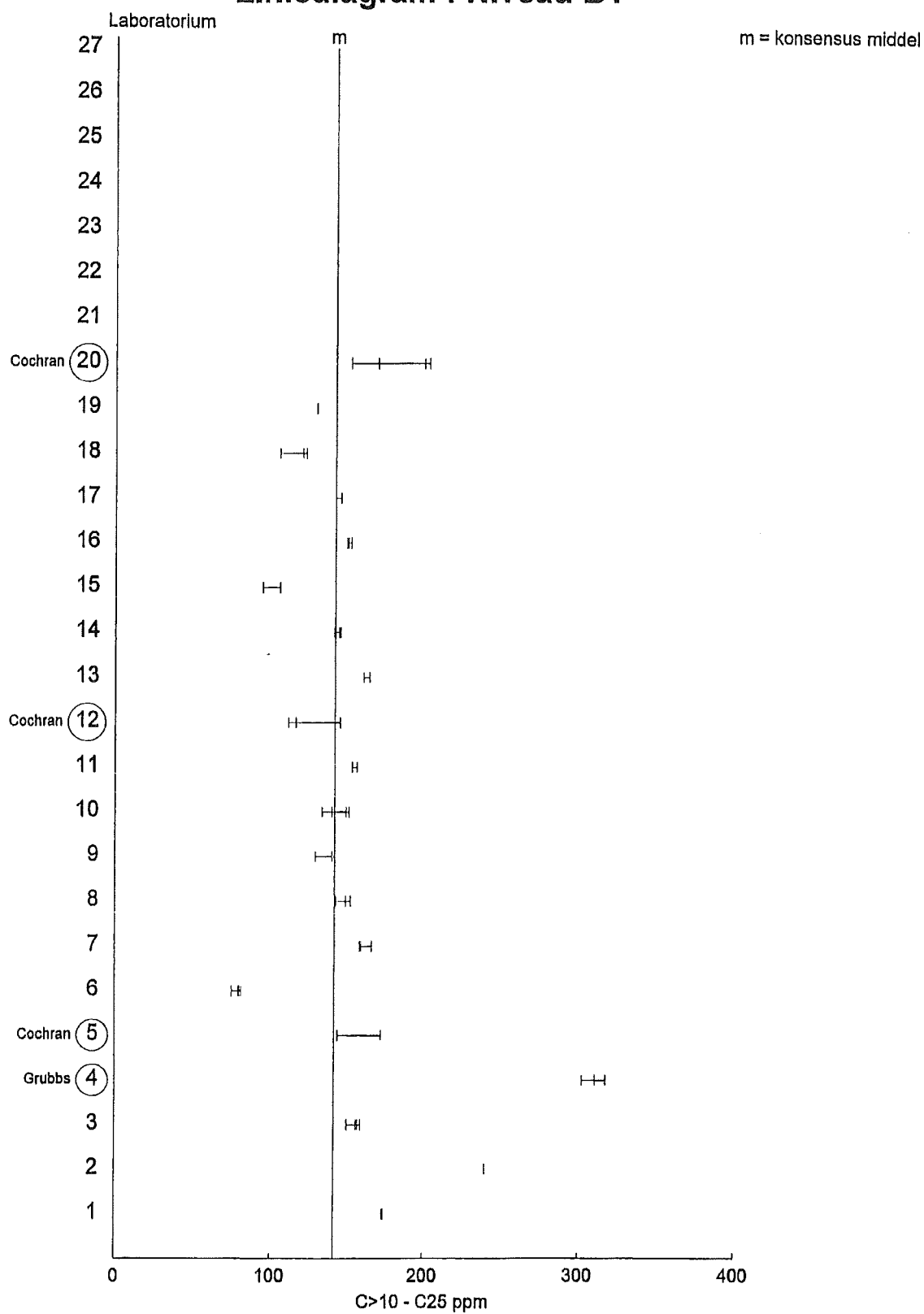
H:\REFLAB\9200LIETHC2\USODATA\IG_10__C.PAR
04-02-1998

Liniediagram : Niveau A1



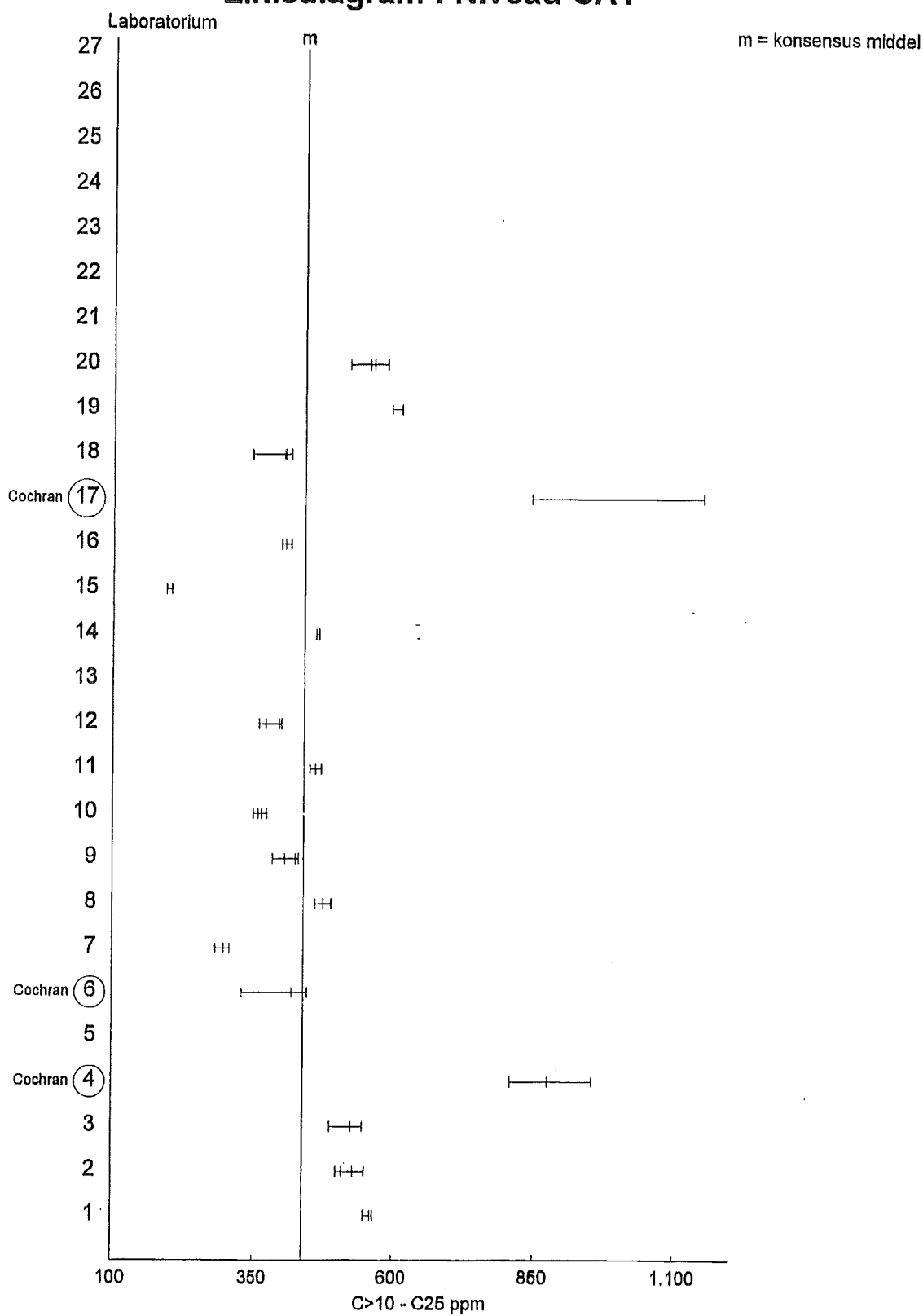
Alle resultater inklusive outliers: n = 37 Middelværdi = 12.01 Std.afv = 5.18
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 33 Middelværdi = 12.06 Std.afv = 5.25

Liniediagram : Niveau B1



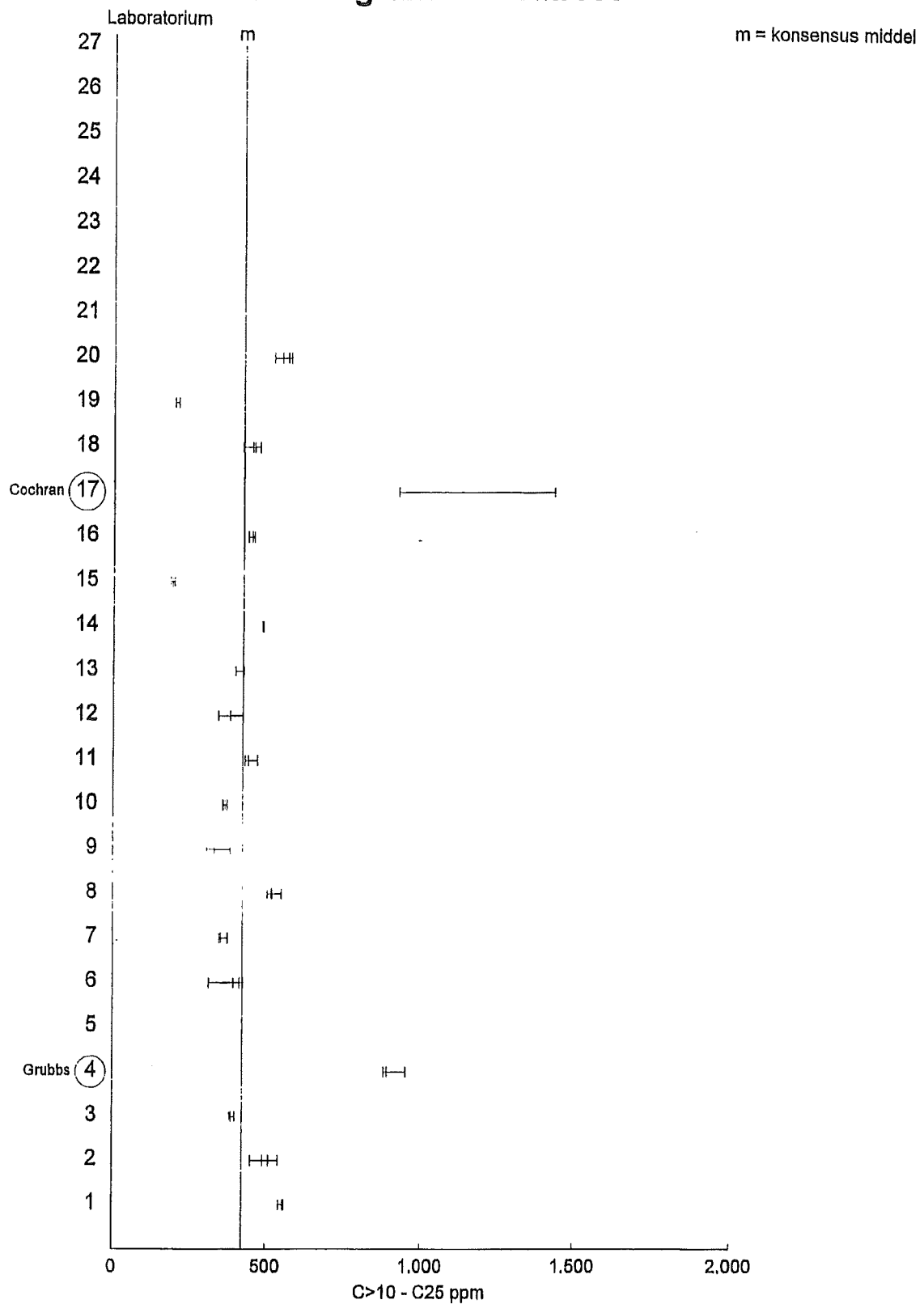
Alle resultater inklusive outliers: n = 63 Middelværdi = 151,9 Std.afv = 47,8
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 51 Middelværdi = 141,7 Std.afv = 32,3

Liniediagram : Niveau CA1



Alle resultater inklusive outliers: n = 63 Middelværdi = 475 Std.afv = 166
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 64 Middelværdi = 439 Std.afv = 99

Liniediagram : Niveau FA



Alle resultater inklusive outliers: n = 64 Middelværdi = 470 Std.afv = 195
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 59 Middelværdi = 423 Std.afv = 98

C>25 - C35 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 7.450	Nominal værdi ppm 10.10	Nominal værdi ppm 1950.0	Nominal værdi ppm 1404.4	
1	- - - -	- - - -	1240 1268 1293 1302	928 972 980 997	
2	- - - -	- - - -	2400 2300 2000 2000	1100 1000 1100 1100	
3	<25 <25 <25 <25	<25 <25 <25 <25	1903 1771 1951 -	1064 1089 1188 -	
4	- - - -	- - - -	2870 2774 3009 -	2491 2314 2332 -	
5	- - - -	1052 1006 - -	- - - -	- - - -	
6	<0.5 <0.5 <0.5 <0.5	2.91 1.03 1.22 1.50	1570 1810 1810 2270	1420 1220 1300 771	
7	6.4 3.4 4.5 -	11.2 10.1 10.5 -	2070 2100 2180 -	1700 1690 1540 -	
8	- - - -	- - - -	2163.0 2303.3 2135.6 2232.2	1388.8 1424.6 1445.0 1493.0	
9	- - - -	34.1 10.4 0.7 -	993.6 1254.0 1284.5 1224.1	790.1 1135.6 1179.3 -	

H:\REFLAB\0200LIETHC2\ISODATA\IC_25___C.PAR
04-02-1998

C>25 - C35 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 7.450	Nominal værdi ppm 10.10	Nominal værdi ppm 1950.0	Nominal værdi ppm 1404.4	
10	<25	<25	1502	1247	
	<25	<25	1615	1225	
	<25	<25	1641	1200	
	<25	<25	1600	1219	
11	<5	18	1580	1180	
	<5	9.2	1550	1060	
	<5	11	1520	1110	
	-	-	-	-	
12	<5	<5	1730	1470	
	<5	<5	1800	1590	
	<5	<5	1950	1440	
	-	-	1940	1510	
13	-	-	2080	1800	
	-	-	1960	1650	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
14	<25	<25	1695	1279	
	<25	<25	1697	1332	
	<25	<25	1703	1318	
	<25	<25	1675	1295	
15	12.81	-	2245.44	1583.499	
	8.499	-	2450.91	1594.92	
	8.499	-	2484.75	1286.22	
	-	-	-	-	
16	<50	<50	1750	1482	
	<50	<50	1850	1596	
	<50	<50	1950	1553	
	<50	<50	1940	1581	
17	-	0,7	2312	2710	
	-	0	2985	2013.7	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
18	-	-	2430	2010	
	-	-	2480	1750	
	-	-	2530	2170	
	-	-	2060	2290	

H:\REFLAB\9200LIE\THOZ\ISODATA\IC_25__C.PAR
04-02-1998

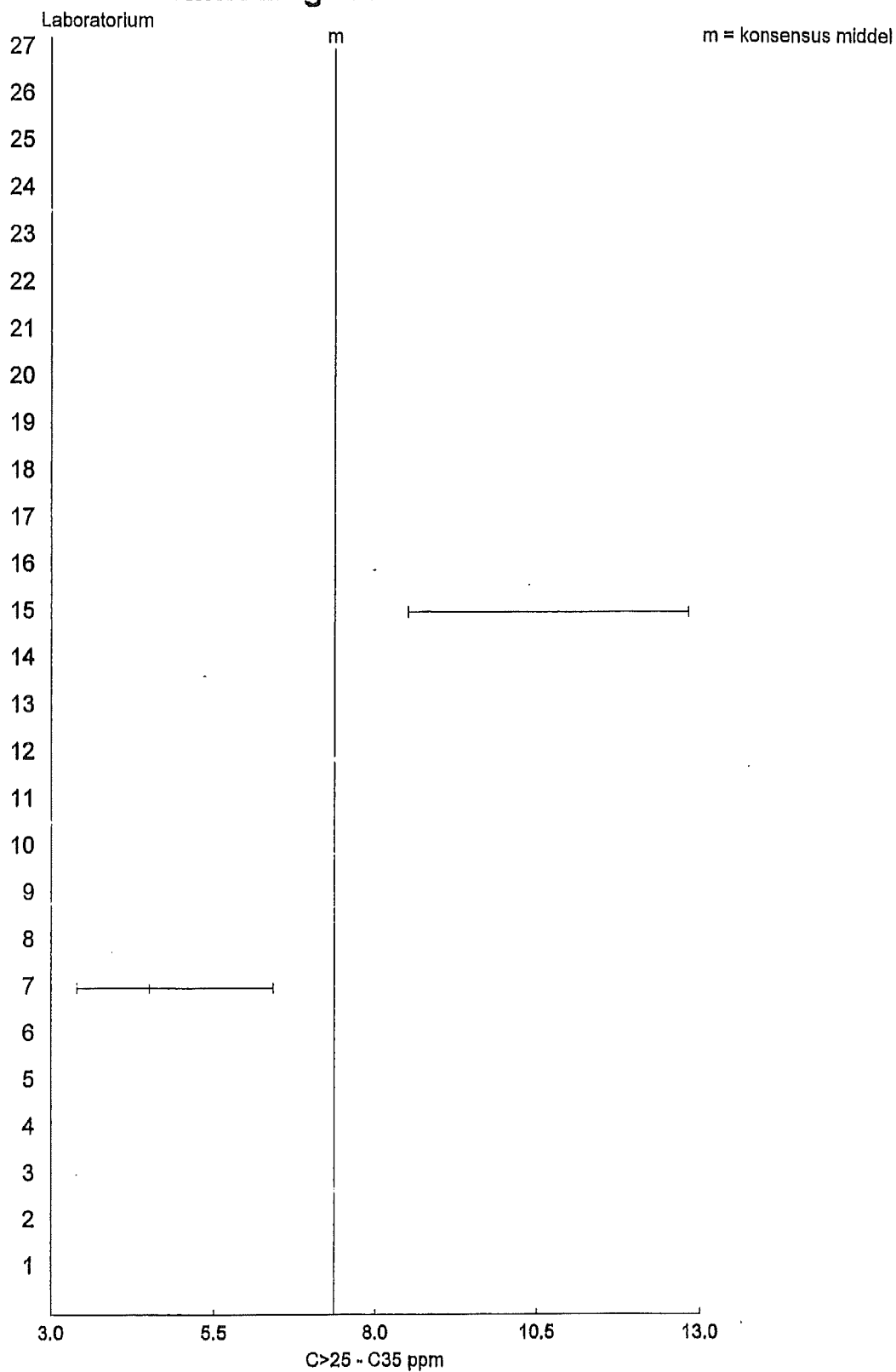
C>25 - C35 ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 7.450	Nominal værdi ppm 10.10	Nominal værdi ppm 1950.0	Nominal værdi ppm 1404.4	
19	- - - -	- - - -	1642 1733 - -	1258 1207 - -	
20	- - - -	- - - -	2150.92 1972.40 2279.57 2565.68	1852.32 1846.89 1796.51 1735.47	
21	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
22	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
23	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
24	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
25	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
26	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
27	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	

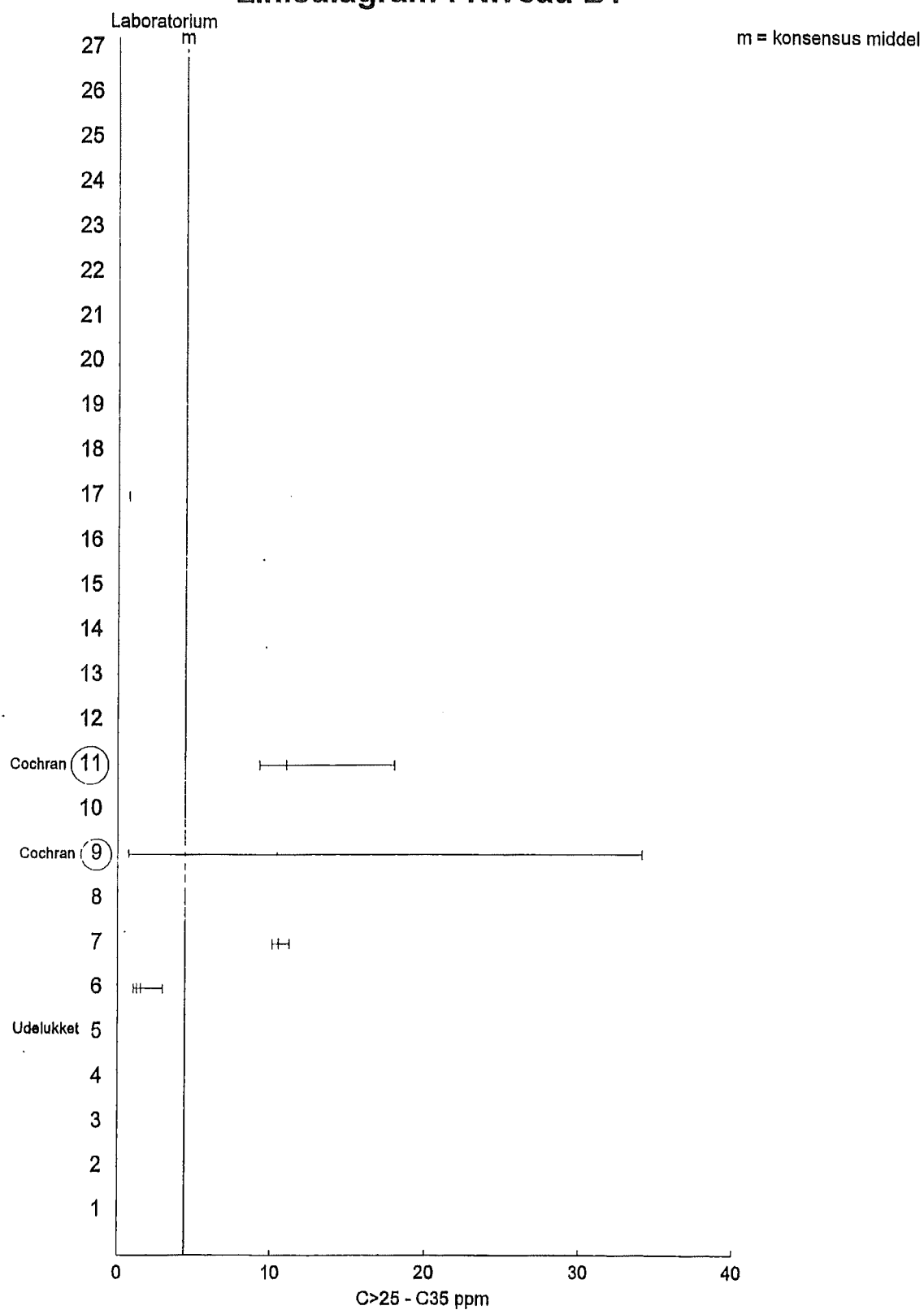
H:\REFLAB\9200\LEI\THC2\ISODATA\G_25__C.PAR
04-02-1998

Liniediagram : Niveau A1



Alle resultater inklusive outliers: $n = 6$ Middelværdi = 7,35 Std.afv = 3,38
 Alle resultater eksklusive outliers: $n = 6$ Middelværdi = 7,35 Std.afv = 3,38

Liniediagram : Niveau B1

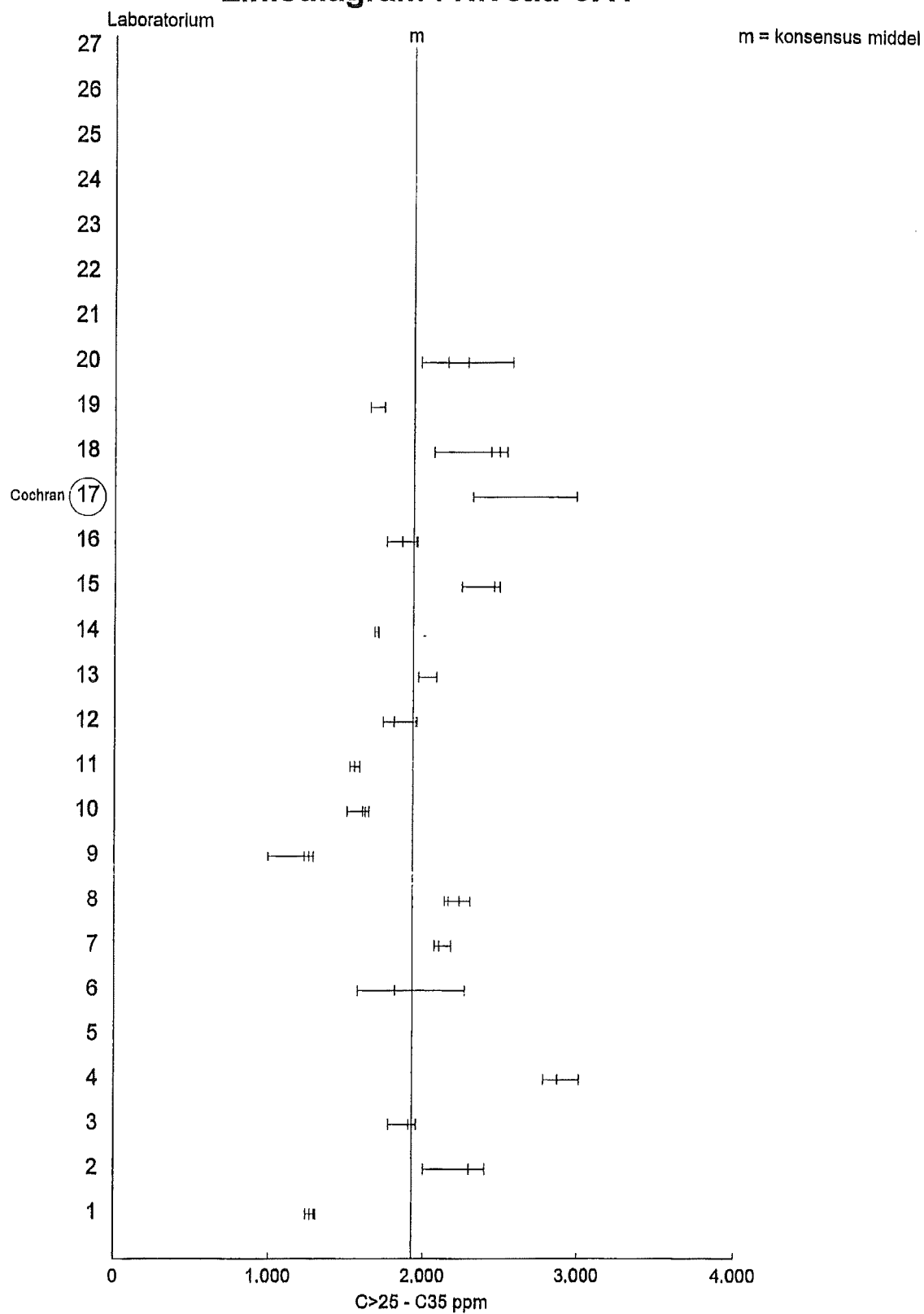


Alle resultater inklusive outliers: $n = 15$ Middelværdi = 8.2 Std.afv = 9.1

Alle resultater eksklusive outliers: $n = 9$ Middelværdi = 4.4 Std.afv = 4.8

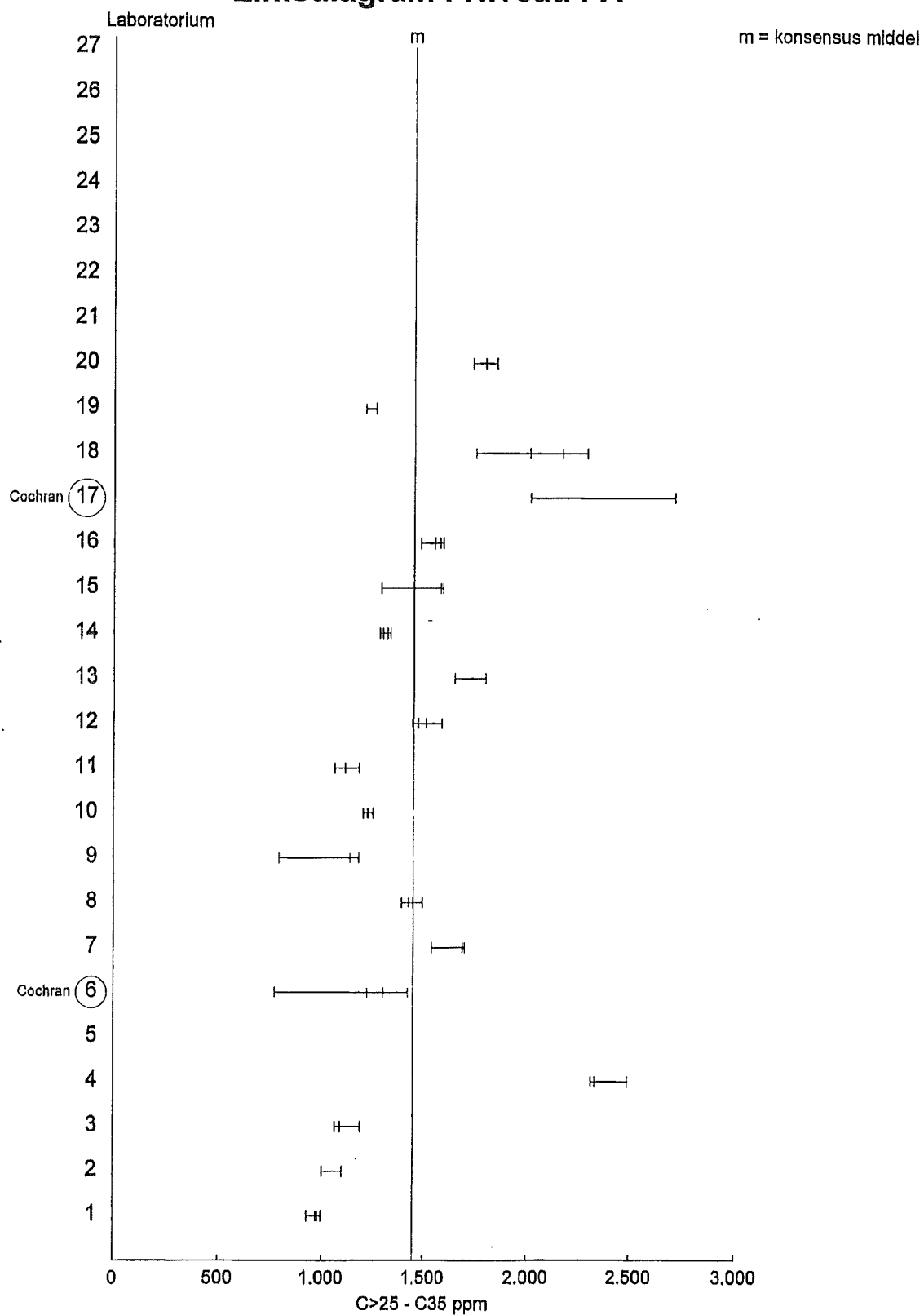
Resultater der ikke er medtaget i ovenstående diagram:

Liniediagram : Niveau CA1



Alle resultater inklusive outliers: n = 65 Middelværdi = 1947 Std.afv = 444
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 63 Middelværdi = 1924 Std.afv = 429

Liniediagram : Niveau FA



Alle resultater inklusive outliers: n = 64 Middelværdi = 1459 Std.afv = 414
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 58 Middelværdi = 1448 Std.afv = 383

Total ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominel værdi ppm 80.40	Nominel værdi ppm 162.50	Nominel værdi ppm 2350.0	Nominel værdi ppm 1920	
1	52.2	-	1788	1544	
	51	174	1818	1602	
	54.0	173	1854	1614	
	54.2	174	1868	1632	
2	88	240	3000	1600	
	80	240	2800	1600	
	-	-	2500	1600	
	-	-	2500	1600	
3	78.0	166	2451	1513	
	79.2	168	2262	1533	
	79.9	170	2480	1650	
	80.8	161	-	-	
4	99.17	310.8	3744	3547	
	96.36	302.4	3582	3293	
	98.55	317.8	3962	3321	
	-	-	-	-	
5	206.9	1412	-	-	
	215.2	1339	-	-	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
6	55.3	82.8	1990	1900	
	55.6	87.0	2230	1700	
	54.4	86.2	2140	1750	
	55.3	88.7	2720	1140	
7	93.3	182	2360	2130	
	86.2	181	2400	2110	
	94.0	189	2500	1990	
	-	-	-	-	
8	105.7	165.3	2623	2017.3	
	107.1	160.6	2778	2088.9	
	105.4	166.3	2624	2059.9	
	104.9	156.4	2707	2112.9	
9	259.0	220.0	1744.3	1372.2	
	227.1	192.7	2264.5	2131.9	
	153.6	179.3	2339.1	2069.4	
	-	-	2239.3	-	

H:\REFLAB\9200LIE\THC2\USODATA\TOTAL.PAR
04-02-1998

Total ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominel værdi ppm 80.40	Nominel værdi ppm 162.50	Nominel værdi ppm 2350.0	Nominel værdi ppm 1920	
10	58.9	145	1874	1670	
	59.9	155	1998	1635	
	53.9	148	2002	1617	
	43.9	159	1953	1641	
11	63	180	2040	1650	
	65	175	2000	1500	
	61	172	1990	1540	
	-	-	-	-	
12	139	120	2100	2010	
	121	121	2150	2090	
	91	158	2350	1940	
	-	-	2330	1960	
13	105.2	160.2	2080	2302	
	103.9	164.1	1960	2175	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
14	59	151	2155	1825	
	59	154	2162	1884	
	59	155	2168	1866	
	60	152	2141	1846	
15	66.72	111.51	2441.55	1823.43	
	63.22	99.99	2655.56	1829.28	
	61.96	100.35	2689.50	1514.82	
	-	-	-	-	
16	92.3	163.1	2147	2000	
	90.7	162.5	2254	2130	
	93.0	164.7	2364	2070	
	93.8	164.5	2354	2110	
17	96.1	152	3203	4381	
	92.2	155	4212	3125	
	-	-	-	-	
	-	-	-	-	
18	84	150	2840	2570	
	83	150	2880	2250	
	81	131	2930	2700	
	83	132	2400	2830	

H:\REFLAB\9200LIE\THC2\ISODATA\TOTAL.PAR
04-02-1998

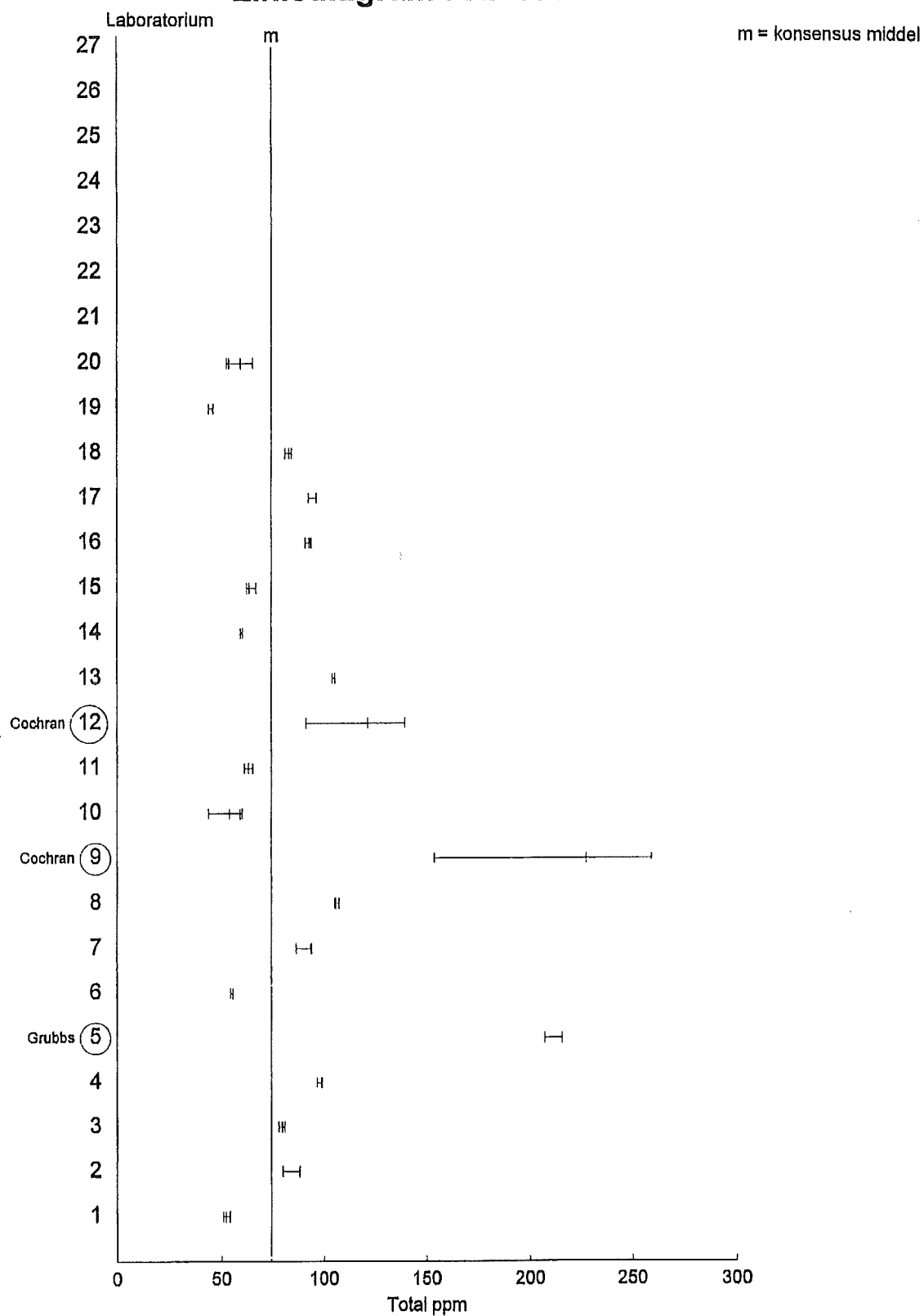
Total ppm

ISO5725, tabel A: Analyseresultater modtaget fra deltagende laboratorier:

Laboratorium	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA	Metode
	Nominal værdi ppm 80.40	Nominal værdi ppm 162.50	Nominal værdi ppm 2350.0	Nominal værdi ppm 1920	
19	44 46 - -	138 137 - -	2235 2344 - -	1458 1419 - -	
20	52.54 64.96 59.17 53.65	206.23 210.87 158.53 177.68	2712.55 2490.86 2833.97 3151.23	2482.27 2463.90 2401.52 2312.75	
21	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
22	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
23	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
24	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
25	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
26	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	
27	- - - -	- - - -	- - - -	- - - -	

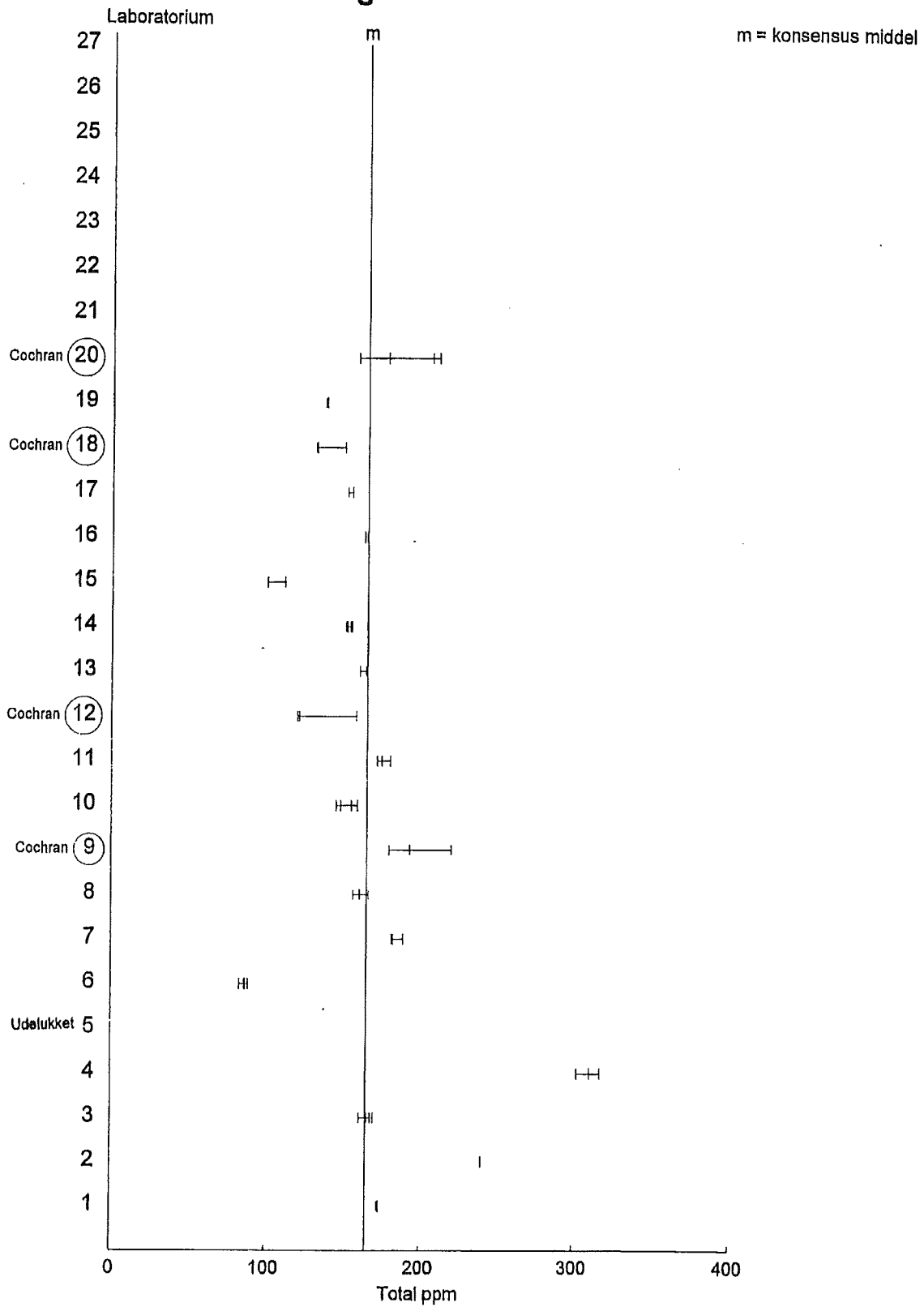
H:\REFLAB\9200\LIETHC\2\SODATA\TOTAL.PAR
04-02-1998

Liniediagram : Niveau A1



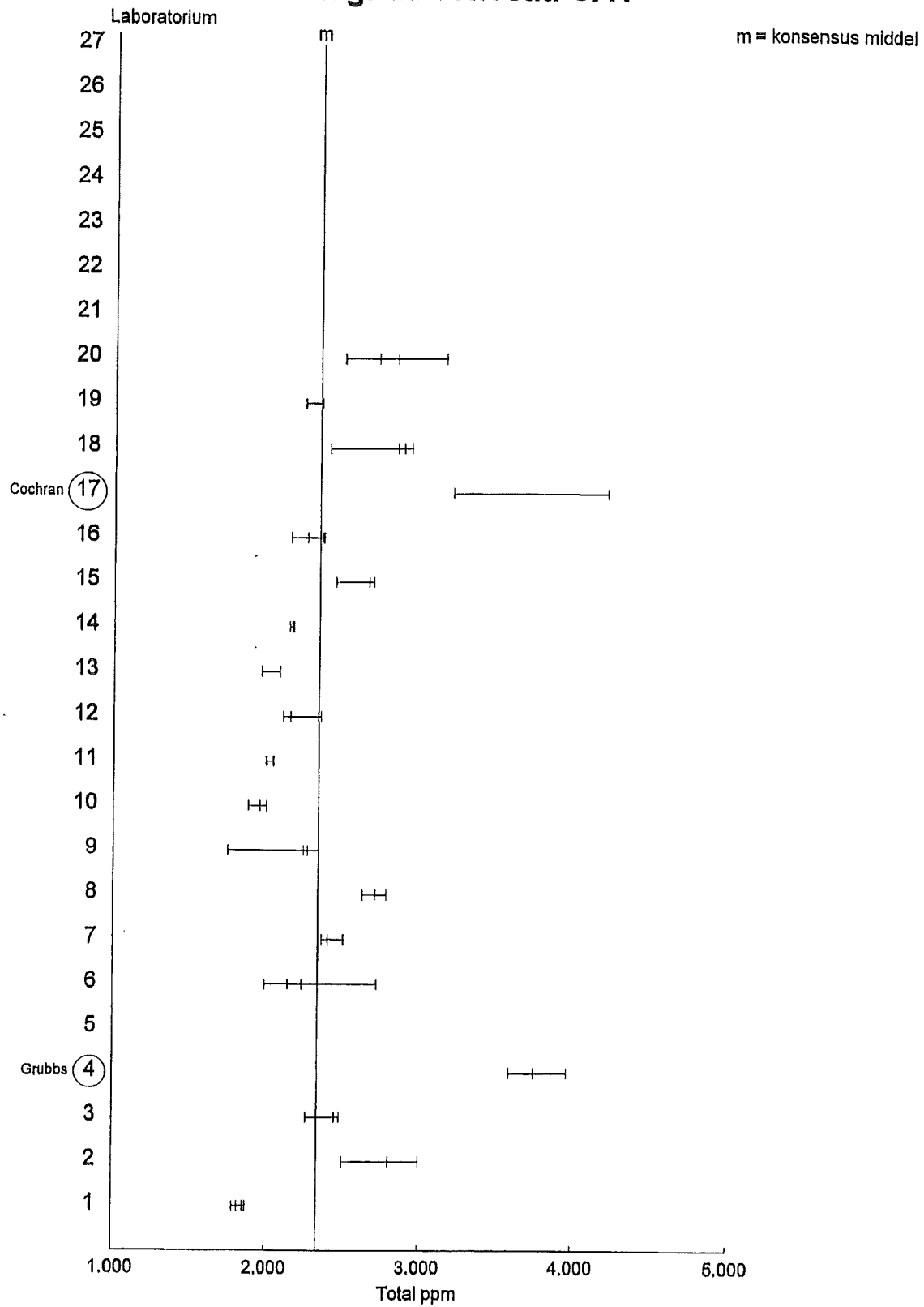
Alle resultater inklusive outliers: $n = 64$ Middelværdi = 87.1 Std.afv = 43.3
 Alle resultater eksklusive outliers: $n = 56$ Middelværdi = 74.3 Std.afv = 19.4

Liniediagram : Niveau B1



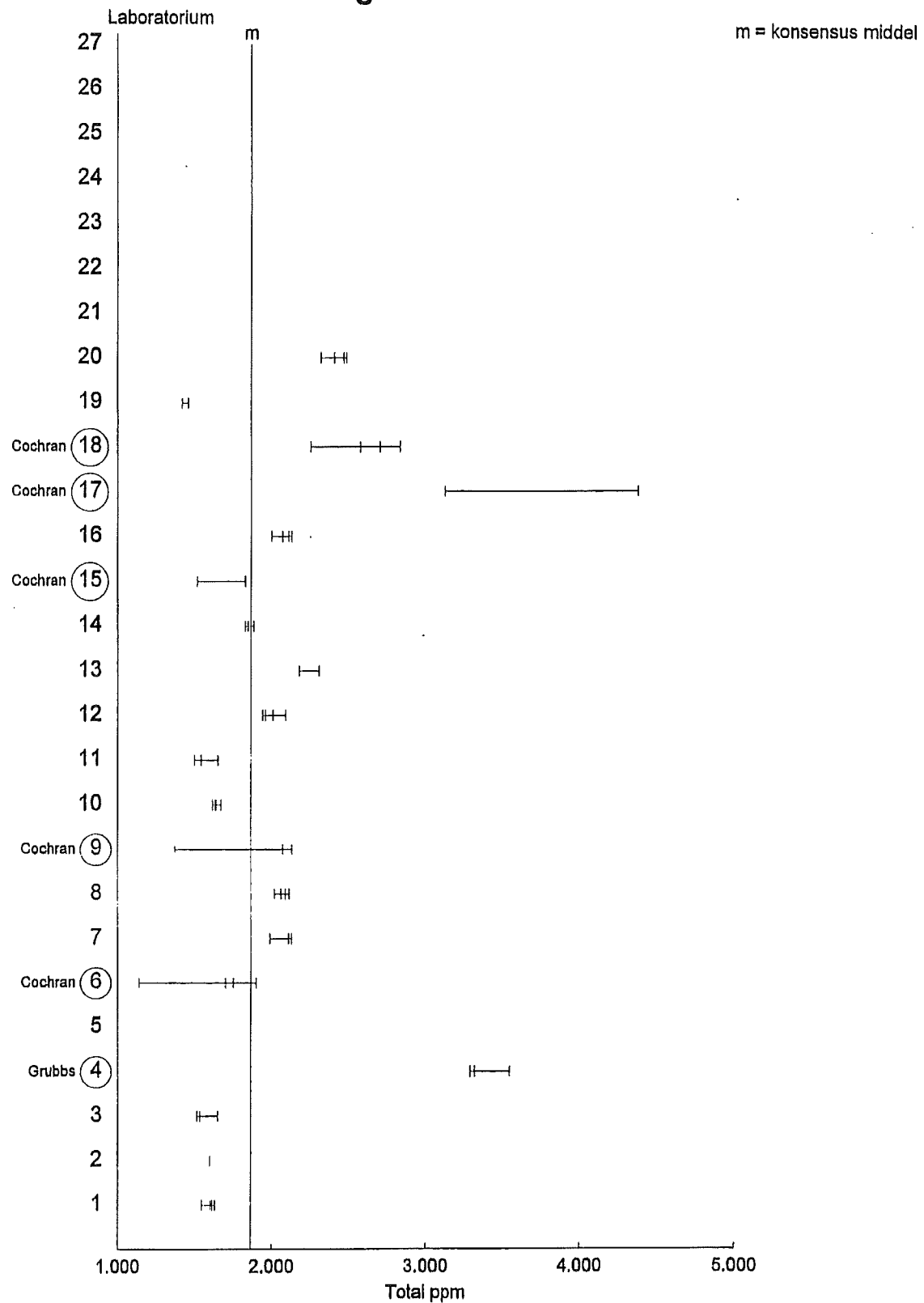
Alle resultater inklusive outliers: n = 61 Middelværdi = 165.1 Std.afv = 46.7
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 47 Middelværdi = 165.1 Std.afv = 60.2

Liniediagram : Niveau CA1



Alle resultater inklusive outliers: n = 65 Middelværdi = 2444 Std.afv = 504
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 60 Middelværdi = 2336 Std.afv = 334

Liniediagram : Niveau FA



Alle resultater inklusive outliers: n = 64 Middelværdi = 2019 Std.afv = 571
 Alle resultater eksklusive outliers: n = 45 Middelværdi = 1867 Std.afv = 294

BILAG 4. ANALYSEMETODER

Metodeforslag til bestemmelse af jordens olieindhold

Nordic Guidelines for Chemical Analysis of Contaminated Soil, June 1997, Chapter 9

9. ANALYSIS OF TOTAL HYDROCARBONS, THC

9.1 INTRODUCTION

SCOPE AND APPLICATION

This method is designed to measure the concentration of pentane extractable oil products in soil samples. The method determines single components such as benzene, toluene, ethylbenzene, xylenes (BTEX) and products such as oil, fuel oil and some lubricant oils. This corresponds to an n-alkane range of C_6 to C_{35} and a boiling point range from approximately 70°C to 490°C.

Besides determination of the concentrations of single components and complex products, the method enables the composition of the oil product to be specified. This enables identification of the source from which an oil pollution originates.

Oil or Total Hydrocarbons is defined by the method used for the determination.. The concentration of oil or THC is the amount determined by this method.

The sample preparation described in this method is also applicable for the determination of chlorinated volatile components by GC-ECD

PRINCIPLES

50 g soil is collected in a 100 to 250 ml membrane sealed flask. 20 ml pentane containing an internal standard and 20 ml pyrophosphate (0,05 M) water solution is injected through the membrane. The flask with contents is shaken for 2 hours by means of a mechanical shaker. After phase separation (if necessary by centrifugation) the pentane phase is transferred to GC-vials or similar small glass bottles with teflon lined caps. The pentane extract is analysed by capillary gas chromatography with flame ionisation detection (GC-FID). Quantification is achieved by comparing the total chromatographic area after the solvent peak up to $n-C_{35}$ with the corresponding total gaschromatographic area of selected product references.

DETECTION LIMIT

The detection limit for volatile components such as BTEX is 0,02-0,1 mg/kg.

The detection limit for complex products depends on the product type: it is e.g. 5 mg/kg for diesel oil and 25 mg/kg for fuel oil.

9.2 SAMPLING

Collect samples with a sampler. The sampler may be a disposable syringe where the tip has been cut off, so the syringe is an open cylinder with a piston. The sampler is pressed into the surface of the soil or the drilling core. After filling the syringe the sample is transferred to a membrane flask, which is closed immediately after sampling. It is important to ensure that the thread and packing surface are not contaminated with soil particles that may prevent a tight sealing of the membrane flask. Sample quantities shall be 25 - 30 ml soil to ensure that the sample weight is close to 50 g.

Other samplers may be used. The sampler shall have a diameter which is smaller than the opening of the membrane glass to prevent particles on the packing area.

The flask shall only be part-filled to enable addition of Pentane IS and the pyrophosphate solution, and to enable a sufficient shaking.

Collect a parallel sample for determination of dry matter, using a sampling container that may be sealed. Further more it is recommended to collect one or several parallel samples for further investigations or as extra samples in case of any problems.

9.3 STORING OF SAMPLES

Store the soil samples at 4°C in the dark. The samples shall be transported to the laboratory as quickly as possible and within 24 hours of sampling. Start extraction within 24 hours of receiving the sample.

9.4 PRETREATMENT

The partly filled membrane flask is weighed and the amount of soil sample is calculated by subtracting the tare weight. If the tare weight is not known, weigh the flask after extraction, cleaning and drying. A sample weight of 40 - 60 g is acceptable.

If the amount of sample is less than 40 g, reduce the amount of pentane proportionally to maintain the detection limits.

If a sample is received in a membrane flask with more than 60 g soil, open the glass and remove the surplus soil. This shall be reported together with the results.

If a sample is received in an other type of container such as a jam jar or a plastic bag, weigh and transfer 50 g soil to an extraction bottle. To ensure that the 50 g sample represents the whole sample, take subsamples distributed over the total amount of sample. Report the use of alternative sample containers with the results, as a loss of volatile components must be expected due to sample handling.

9.5 PREPARATION FOR ANALYSIS

REAGENTS

Pentane:	Check the purity of the pentane by GC-FID before use
Pyrophosphate:	$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, 10 H_2O
Pyrophosphate-solution:	0,05 M equivalent to 22,3 g/L pyrophosphate in water. The solution must be freshly prepared, as precipitation after several days may occur.
Water:	Tap water or equivalent with no traceable content of the components or products to be determined.

Internal standards:

The following substances are applicable: chlorofluorobenzene, bromobenzene, chlorobenzene, orthoter-phenyl, squalene, squalane or n-triacontane.

Preparation of stock solutions:

Use at least two internal standards, one volatile and another less volatile. The internal standards are prepared by pipetting the pure substance and dilution with pentane. Determine the exact amount by weighing the amount of the pure substance and by weighing the amount of the final solution. Then the concentration in mg/kg can be determined, the concentration in mg/l is calculated by using the density of pentane. This stock solution is stable for half a year if stored in a freezer in tightly sealed containers.

Preparation of pentane with an internal standard (Pentane IS):

Prepared by dilution of the stock solutions with pentane. This standard is stable more than 1 week if stored in a freezer in tightly sealed containers.

Standards:

volatile aromatics: benzene, toluene, ethylbenzene, xylenes (3 isomers), trimethylbenzene (C₃-alkylbenzene), tetramethylbenzene (C₄-alkylbenzene)

products: diesel oil (DIN EN 590 winter)
fuel oil (HFO, heavy fuel oil)
n-alkanes: C₁₀, C₂₅, C₃₅ (for determination of intervals)

references for identification:

gasoline (95 unleaded), kerosene (Jet A1), diesel oil, fuel oil, coal tar (products)
trichlorethylene, tetrachlorethylene, naphthalene, 1- and 2-methylnaphthalene, phenanthrene, anthracene, pyrene, crysene, flouranthene, benzo(a)pyrene, DEHP

Preparation of stock solutions:

The standards are prepared by pipetting and dilution with pentane. Determine the exact amount by weighing the pure substance and by weighing the amount of the final solution. Then the concentration in mg/kg can be determined, the concentration in mg/l is calculated by using the density of pentane. These stock solutions are stable for half a year if stored in a freezer in tightly sealed containers.

Preparation of standards:

Prepared by dilution of the stock solutions with pentane with internal standards added. The standards are stable more than 1 week if stored in a freezer in tightly sealed containers.

Internal quality control solutions:

Solutions of BTEX in methanol, 1 mg/l
Solution of diesel oil in methanol, 250 mg/l
Solution of fuel oil in methanol, 1.250 mg/l

EQUIPMENT

Glass:

The cleanliness of the glassware shall be known and documented. Non-disposable glassware may be cleaned by normal laboratory washing procedures followed by heating at a suitable temperature and time for eliminating volatile impurities. 400 -500 °C in 2 hours is acceptable. Ensure that flasks and vials are closed during storage.

For sampling preferably 100 to 250 ml membrane flasks (glass bottles equipped with a cap with a septum), that allows injection of solvents through the cap without opening. The inside of the septum shall be lined with teflon. It is recommended that the membrane flask is delivered for sampling by the laboratory and the tare weight is registered on the membrane flask.

Vials for storage of extracts, with Teflon lined seals.

Mechanical shaker:

Instrument for shaking of the samples in the sample bottles. It may be necessary place the bottles in a horizontal position when they are shaken, so they are shaken in the same direction as the center axis of the bottle. It is important to use vigorously shaking in order to ensure extraction equilibrium within the extraction time specified. The following specifications from ISO TR 11046 are acceptable for the shaker: 7 cm amplitude and a shaking frequency of 150 per minute. Other specifications may be acceptable, this must be validated at the laboratory before use.

Centrifuge:

A centrifuge for separation of phases after extraction. The centrifuge shall if possible be designed to allow centrifugation of the sample bottles, to avoid transfer of the samples to other glassware.

Gas Chromatograph:

A Gas Chromatographic system with capillary column and a flame ionisation detector (FID) is required. A data system capable of determining chromatographic areas using forced baseline and baseline projection and capable of storing and re-integration of chromatographic data is required.

A FID system is required for the measurement of hydrocarbons as described in this method. The FID produces essentially the same response for all hydrocarbons, which is essential for the applicability of this method; other detectors will not produce comparable results.

Columns:

The following column dimensions are recommended: 25-30 m, 0,2-0,3 mm ID and 0,2-0,5 µm film thickness, 5% phenylmethylsilicone, e.g. HP-5, 25 m, 0,5 mm ID, 0,5 µm film. Other columns may be used if they fulfil the demands for GC-performance.

EXTRACTION

Start extraction within 24 hours of receiving the sample.

Inject 20,0 ml Pentane IS and 20 ml pyrophosphate solution through the membrane. If there are problems due to high pressure in the flask add a sufficient amount of pentane IS to ensure a free phase of pentane in the flask, where after the flask is opened and the rest is added. The problem with to high pressure in the flask is diminished when using 250 ml membrane flasks.

The extraction is performed at ambient temperature. The flask is shaken by a mechanical shaker for 2 hours. Before the mechanical treatment, shake the glass vigorously manually until a suspension is obtained. If necessary place the flask in the shaker so that it is shaken along the center axis of the flask.

9.6 INSTRUMENTAL METHOD

Gas Chromatography

Select conditions to achieve an acceptable chromatography in the total range from C₆ to C₃₅. An example of acceptable chromatographic conditions is shown in annex 1.

Performance criteria: response factors shall be uniform in the total chromatographic range. Discrimination of the less volatile compounds is not acceptable. To ensure that the fraction from n-C₂₅ - n-C₃₅ can be acceptably determined, it is important that the injection temperature is sufficiently high, and that the final oven temperature/hold time is sufficiently high/long.

Ensure by means of the column and the temperature program that the internal standards are not co-eluting with typical components from normal products of hydrocarbons.

Gas chromatographic determination:

Inject 1-5 µl extract, with one injection of each sample. If the concentration of hydrocarbons is higher than the linear range of the standard curve, dilute the extract with Pentan IS and repeat the determination.

The internal standards are used for quality control of the retention time and the injection technique. The internal standards are also used to correct for any loss during sample handling, e.g. loss of pentan by evaporation. The concentration of hydrocarbons in the sample can be so high that the internal standard can not be determined acceptably. In this case dilute the extract with Pentan IS and repeat the determination.

Integration

Single components and internal standards are determined by traditional integration of all peaks, where the area of the peak represents the amount of the single component as best possible. Well resolved peaks are integrated by the valley-to-valley principles.

Total amount of hydrocarbons are integrated baseline projection, after subtraction of the area of the internal standards determined by traditional integration. The baseline projection is necessary to ensure integration of chromatographically unresolved hydrocarbons. The principles of this integration are shown in ISO TR 11046 annex A.

It is important that chromatographically unresolved areas without integrated peaks (humps, envelopes) are included in the total area. Compensate for unavoidable column bleeding by column compensation or other techniques. As column bleeding may change during an analytical sequence, analyse several samples, either pure pentane or air (an empty vial), several times during a sequence, to obtain an optimum background to subtract. To handle this correctly it is necessary to have a minimised and stable column bleeding.

It is also necessary to pay high attention to any carry-over effects for specially high-boiling components. It may be necessary to carry out a new determination of an extract for verification of low contents in samples analysed just after samples with a high amount of high-boiling hydrocarbons. If information on the hydrocarbon concentrations in the samples is available, analyse samples in an ascending concentration order. Indication of the hydrocarbon concentrations may be PID-results, smell of the sample or colour of the extract.

Calibration

During implementation of the method establish a standard curve with at least 5 points in the range from 10 - 2.000 mg/l for diesel oil, 50 - 5.000 mg/l for fuel oil and 0,2 - 20 mg/l for single compounds. Determine linearity extending this range individually for each product and component. In the routine use of the instrument, where no changes in columns etc. are made, it is sufficient to verify the calibration with 2 standards: one with a low concentration within the calibration range and one at an intermediate concentration level. In addition, analyse one of these standards for every 10. samples.

Establish the calibration curve. It shall be linear and pass through origin (0,0).

Calculation

The principles of the calculation is external calibration by use of internal standards. When calculating the THC the column bleeding is subtracted from the signal before integration of the areas.

The slope, H of the linear standard curve passing through (0,0) is determined by the following expression:

$$H = \frac{A_{st} * C_{is,st}}{C_{st} * A_{is}}$$

The concentration in the sample C_p is then determined by the expression:

$$C_p = \frac{A_p * C_{is}}{A_{is,p} * H} * \frac{v}{m} * \frac{F}{DM}$$

where:

H	: slope of the standard curve
C_p	: concentration in the sample, mg/kg dry matter
C_{st}	: concentration in the standard, mg/l
C_{is}	: concentration of internal standard in the pentane used for extraction, mg/l
$C_{is,st}$	: concentration of internal standard in the standard, mg/l
A_{st}	: area of the standard
$A_{is,st}$	: area of the internal standard in the standard determined by valley-to-valley integration
A_p	: area of the sample
$A_{is,p}$	: area of the internal standard in the sample determined by valley-to-valley integration
v	: volume of pentane in ml
m	: mass (weight) of sample in g
DM	: content of dry matter in kg/kg
F	: dilution factor

These calculations may be carried out by most integrator software.

The concentration of the sum of C₃-alkylbenzene and C₄-alkylbenzene may be estimated in a typically gasoline polluted sample from the total integrated area in the interval from o-xylene to naphthalene. It is presumed that all components in the specified interval in a typically gasoline pollution are aromatic components, alkyl benzenes. The obtained result will therefore to some extent overestimate the content of C₃-alkylbenzenes and C₄-alkylbenzenes. If the sample contains other components or volatile products in the interval from o-xylene to naphthalene than typical gasoline the amount of C₃-alkylbenzenes and C₄-alkylbenzenes may not be determinate by GC-FID.

Subtract the column bleeding and the areas of the internal standards from the total area before calculation of concentrations.

The total content in the samples is split into 3 fractions:

Volatiles:	from n- C ₅ (injection peak) to n-C ₁₀ (inclusive) , this is calculated by the response from toluene
Diesel oil:	from n-C ₁₀ to n-C ₂₅ (inclusive), this is calculated by a diesel oil standard
Heavy oil:	from n-C ₂₅ to n-C ₃₅ (inclusive), this is calculated by a fuel oil standard.

9.7 REQUIREMENTS

Blank samples

A total blank determination is included in every analytical batch, by sampling and analysing 50 g clean soil/sand in the same way as the samples.

Furthermore several determinations of pentane, without internal standards, are performed to determine the purity of the solvent, and to compensate for changes in the baseline related to column bleeding and carry over effects.

Quality control

Include in every analytical batch at least one control sample with known concentration. The control sample may be prepared by spiking 50 g clean soil/sand with 1,00 ml methanol solutions of the components or products included in the method: e.g. BTEX, diesel oil or fuel oil. The concentration of the control sample shall preferably be 10 times the detection limit of the actual component or product.

Sources of errors

Single components may erroneously be identified as other components if they have identical retention times as the analytes, e.g. cyclohexane may have same retention time as benzene, depending on the column. Include in the report a statement that the identity is only based on the retention time of the component, unless a verifying determination with an alternative column or by GC-MS is performed.

When analysing soil containing gasoline, part of the gasoline will be highly volatile and thus be concealed by the injection peak. The total amount of hydrocarbons in the sample will in this case not be determined by this method, only the amount that can be registered after the pentane peak.

Similarly there will be products with high boiling points that are not passing the column under the conditions of this method, an example is asphalt.

9.8 TEST REPORT

The test report shall at least include:

- Accurate identification of the sample.
- Concentrations in mg/kg dry matter of single components, fractions for total hydrocarbons and the content of total hydrocarbons as exemplified in annex 2.
- The time the samples arrived at the laboratory and the time when the extraction was started
- Qualitative information including a short description of the oil product(s), the degree of degradation of diesel oil, any sign of PAH or volatile chlorinated solvents.
- Any operations, not specified in this standard, or regarded as optional such as other sample containers, opening of the membrane flask shall be included in the report.

9.9 REFERENCES

ISO TR 11046 Soil Quality - Determination of Mineral Oil Content - Method by Infrared Spectrometry and Gas Chromatographic Method 01.06.1994. Technical report.

API 4599 June 1994. Interlaboratory Study of Three Methods for Analyzing Petroleum Hydrocarbons in Soil

9.10 ANNEX 1

Example of gas chromatographic parameters

Gaschromatograph:	HP 5890
Injector:	Splitless, 325°C.
Column:	HP-5, 25 m, 0,2 mm ID, 0,2 µm film.
Carrier gas:	H ₂ ,1 ml/min.
Column pressure:	17 psi.
Flow make-up gas:	20 ml/min
Flow septum vent:	0,4 ml/min
Flow split vent:	60 ml/min
Injection:	1 µl, Splitless
Detector:	FID, 350°C.
Temperature program:	40°C in 4 min. 5°C/min to 110°C 8°C/min to 300°C, for 15 min

9.11 ANNEX 2

Example of Report Table

Sample Identity.	Benzene	Toluene	Ethylbenzene + Xylenes	Hydrocarbons				Remarks		Dry matter
				C _{>5} - C ₁₀ incl. BTEX mg/kg	C _{>10} - C ₂₅ mg/kg	C _{>25} - C ₃₅ mg/kg	Total mg/kg	Sign of PAH or chlorinated sol- vents	Oil type	
	mg/kg	mg/kg	mg/kg							%
RB1	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 1	< 5	< 25	n.d.	no	-	91
B2 0,5 m	1,1	1,7	5,0	24	3	< 25	27	no	gasoline	87
B4 3,5 m	< 0,02	< 0,02	0,83	3	210	< 25	210	no	partly degraded diesel oil	90
B9 2,0 m	0,31	1,5	3,4	35	970	< 25	1000	no	oil	88

BILAG 5. LABORATORIERNES BEMÆRKNINGER

LAB. NR.	BEMÆRKNINGER
1	Det er rekvirenten der p.t. fastsætter rapporteringsform. n-C ₁₀ identificeret forkert, hvorefter resultaterne er rettet.
2	Det er uheldigt at skifte opløsningsmiddel midt i undersøgelsen. Responsfaktorene er afhængige af opløsningsmidlet. Rapporteringsformatet skal være PC-kompatibelt
3	Forkert indtastet resultat
4	Forkert indtastede resultater
5	Fueloliens ringe opløsningsevne i pentan er meget afgørende for ekstraktionen af C ₂₅ -C ₃₅ og dermed hele metoden
6	De høje temperaturer på laboratoriet kan have givet anledning til fordampning ved til-sætning af intern standard. Laboratoriet finder beregningsmåden besynderlig, og mener at der begås færre fejl ved at beregne over for en standard svarende til forureningstypen. Laboratoriet har angivet resultater fra den foreskrevne beregningsmetode, samt sådan som laboratoriet mener det mest naturligt at beregne.
7	BTEX bestemmes ved GC-FID. n-C ₃₆ er ikke bestemt, men n-C ₃₅ kan ses i chromatogrammet for fuel
8	Opdelingen i kulbrintefraktionerne er uhensigtsmæssig Forholdene mellem n-C ₁₇ /pristan og n-C ₁₈ /phytan samt nedbrydningsgraden rapporteres normalt. Resultater for prøve C1a rettet til foreskrevne beregningsmåde.
9	De interne standarder er ved et uheld blevet anvendt i 10 gange for lave koncentrationer. laboratoriet udfører normalt ikke kvantitative olieanalyser af denne type.
10	Resultater for C ₅ -C ₁₀ -fraktionerne rettet til foreskrevne beregningsmåde og dermed også total indholdet.
11	Der er observeret kontaminering af nogle af prøverne efter første injektion. Det kan formentlig henføres til gummidelen fra membranerne. Den tungeste del af fuelolien (> n-C ₃₅), svarende til 18 % af arealet, medbestemmes ikke ved den foreslåede metode. Der er ikke anvendt interne standarder, men dobbelt injektion
12	Der har været apparatmæssige problemer i analyseperioden. Der er ikke brugt intern standard. Det har i en del chromatogrammer ikke været muligt at adskille benzen fra solventen Standard C (fuelolie) er tungtopløselig i pentan, og det har derfor været besværligt at fremstille en standarddrække af denne prøve, hvorfor pentan som ekstraktionsmiddel til jordprøver muligvis ikke er egnet. Beskrivelse af type samt nedbrydningsgrad er svær at kvalitetssikre ved en eventuel akkreditering
13	Det undrer, at prøverne C1a og Fa er opløst i dichlormethan, når prøverne skal ekstrahe- res med pentan. Resultater for benzen og benzin i prøve Fa rettet pga. ændringer i retentionstid der kan henføres til andet opløsningsmiddel
14	Benzen er ikke tilstrækkeligt adskilt fra solventtoppen. Der er formentlig stor usikkerhed ved kvantificering af fuelolie pga. udfældning
15	Nedbrydningsgraden af dieselolie angives rutinemæssigt
16	Der er et problem med brugen af pentan til analyse af tungere olier, en ekstraktion med dichlormethan ville bedre kunne medtage både olier og PAH. Kalibrering med enkeltkomponenter i stedet for med blandinger foretrækkes. Både kalibreringen og integrationen bør beskrives endnu mere detaljeret i metoden.
18	Modvilje mod opdelingen i de 3 intervaller
19	Der er fremsendt resultater af laboratoriets egne n-alkan-blandinger, som giver lidt andre

LAB. NR.	BEMÆRKNINGER
	resultater, evt. pga. højere koncentrationer som bedre kan bestemmes.
20	Pga. apparatproblemer er prøverne analyseret på et andet apparat end normalt, bl.a. med on-column injektionsteknik.
21	Ingen resultater pga. manglende rutine
22	Afmeldt pga. tidspres
23	Afmeldt pga. udskiftning i personalet
24	Afmeldt pga. temperaturproblemer i laboratoriet i juli-august
25	Forsinket pga. analysetekniske problemer
26	Ingen resultater pga. manglende rutine
27	Ingen resultater idet analyserne ikke er forløbet tilfredsstillende

BILAG 6.

STATISTISK DATABEHANDLING

Præstationsprøvningen er gennemført ved uniform-level, hvor laboratorierne er bedt om at foretage to til fire fuldstændige bestemmelser på hver prøve.

Da hvert resultat betragtes som en del af en firedobbeltbestemmelse, er det meget vigtigt, at hvert modtaget resultat er resultatet fra en enkeltbestemmelse. Dette fremgår af det informationsmateriale, der er udsendt til laboratorierne inden præstationsprøvningen.

Forud for de statistiske beregninger er der foretaget udelukkelse af resultater, som de deltagende laboratorier på baggrund af den første resultattilbage melding har oplyst at være fejlbehæftede, eller hvor resultaterne er angivet som mindre end analysedetek tionsgrænsen. Cochran's test gennemføres for at identificere prøver med usædvanlig stor spredning. Derefter gennemføres Grubbs' test for at identificere prøver med et afvigende gennemsnit sammenlignet med resultaterne fra alle deltagerne. Signifikant afvigende resultater på 99 %-niveau (outliers) ifølge disse tests udelukkes fra den fortsatte statistiske databehandling, mens resultater, som kun afviger på 95 %-niveau (stragglers), bibeholdes. Udelukkelseskriterierne er beskrevet i ISO 5725 /4/, og den statistiske databehandling er foretaget som angivet i ISO 5725 /4/.

BILAG 7.

SYMBOLFORKLARING

BASISTABELLER

< "Mindre end" er ikke medtaget i beregningerne

U Udelukkede resultater er ikke medtaget i beregningerne.

Cochran og Grubbs outliers er ikke med i beregning af de statistiske parametre.

SYMBOLER

N = Total antal deltagende laboratorier

p = Antal laboratorier medtaget i beregningerne

n = Antal resultater

m = Gennemsnit

y_i = Gennemsnit for det i'te laboratorium

s = Standardafvigelse

s_i = Standardafvigelse for det i'te laboratorium

s_r = Standardafvigelse inden for ét laboratorium

s_L = Standardafvigelse mellem laboratorierne

s_R = Standardafvigelse på reproducerbarheden

$$S_R = \sqrt{(S_r^2 + S_L^2)}$$

CV_r = Variationskoefficient inden for ét laboratorium

$$\frac{S_r \cdot 100}{\mu}$$

CV_L = Variationskoefficient mellem laboratorierne

$$\frac{S_L \cdot 100}{\mu}$$

CV_R = Total variationskoefficient

$$\frac{S_R \cdot 100}{\mu}$$

BILAG 8 GENEREL ANALYSEKVALITET

Benzen ppm

Vurdering af analysekvalitet

Estimation af varianskomponenter

Varians-komponent	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
$s^2(r)$	0.104 ²	0.0059 ²	0.007 ²	0.179 ²
$s^2(L)$	0.749 ²	0.0157 ²	0.018 ²	1.037 ²
$s^2(R)$	0.756 ²	0.0168 ²	0.019 ²	1.053 ²

ISO 5725 Nøgleparametre

ISO 5725 parameter	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
Antal lab., p	15	5	2	11
Antal repl., n	4	4	4	4
μ	2.295	0.0540	0.270	2.775
m	2.195	0.0466	0.274	2.625
s(r)	0.104	0.0059	0.007	0.179
s(R)	0.756	0.0168	0.019	1.053
r	0.291	0.0164	0.021	0.500
R	2.118	0.0470	0.054	2.948
cv(r)	4.5 %	10.9 %	2.7 %	6.4 %
cv(R)	33.0 %	31.1 %	7.1 %	37.9 %

Toluen ppm
Vurdering af analysekvalitet

Estimation af varianskomponenter

Varians-komponent	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
$s^2(r)$	0.42 ²	0.007 ²	0.004 ²	0.17 ²
$s^2(L)$	3.55 ²	0.034 ²	0.039 ²	2.61 ²
$s^2(R)$	3.57 ²	0.035 ²	0.039 ²	2.61 ²

ISO 5725 Nøgleparametre

ISO 5725 parameter	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
Antal lab., p	15	7	2	10
Antal repl., n	4	4	4	4
μ	16.25	0.170	0.100	15.11
m	15.65	0.174	0.077	12.90
s(r)	0.42	0.007	0.004	0.17
s(R)	3.57	0.035	0.039	2.61
r	1.17	0.019	0.012	0.48
R	10.00	0.098	0.110	7.31
cv(r)	2.6 %	4.0 %	4.3 %	1.1 %
cv(R)	22.0 %	20.6 %	39.3 %	17.3 %

Ethylbenzen + Xyleneer ppm
Vurdering af analysekvalitet

Estimation af varianskomponenter

Varians-komponent	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
$s^2(r)$	0.18 ²	0.018 ²	0.0110 ²	0.35 ²
$s^2(L)$	2.76 ²	0.148 ²	-	4.00 ²
$s^2(R)$	2.76 ²	0.150 ²	0.0110 ²	4.01 ²

ISO 5725 Nøgleparametre

ISO 5725 parameter	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
Antal lab., p	12	8	1	13
Antal repl., n	4	4	4	4
μ	20.30	0.645	0.0700	16.95
m	18.44	0.582	0.0700	16.39
s(r)	0.18	0.018	0.0110	0.35
s(R)	2.76	0.150	0.0110	4.01
r	0.50	0.051	0.0308	0.98
R	7.74	0.419	0.0308	11.23
cv(r)	0.9 %	2.8 %	15.7 %	2.1 %
cv(R)	13.6 %	23.2 %	15.7 %	23.7 %

C>5 - C10 ppm
 Vurdering af analysekvalitet

Estimation af varianskomponenter

Varians-komponent	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
$s^2(r)$	1.31 ²	1.07 ²	0.26 ²	2.82 ²
$s^2(L)$	18.77 ²	3.13 ²	3.53 ²	21.73 ²
$s^2(R)$	18.82 ²	3.30 ²	3.54 ²	21.92 ²

ISO 5725 Nøgleparametre

ISO 5725 parameter	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
Antal lab., p	14	13	4	16
Antal repl., n	4	4	4	4
μ	69.00	10.40	3.30	74.40
m	68.88	10.61	3.39	71.61
s(r)	1.31	1.07	0.26	2.82
s(R)	18.82	3.30	3.54	21.92
r	3.66	3.01	0.73	7.90
R	52.69	9.25	9.91	61.36
cv(r)	1.9 %	10.3 %	7.9 %	3.8 %
cv(R)	27.3 %	31.8 %	107.3 %	29.5 %

C>10 - C25 ppm

Vurdering af analysekvalitet

Estimation af varianskomponenter

Varians-komponent	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
$s^2(r)$	0.913 ²	5.06 ²	18.2 ²	24.5 ²
$s^2(L)$	5.171 ²	29.24 ²	95.0 ²	90.5 ²
$s^2(R)$	5.251 ²	29.67 ²	96.7 ²	93.8 ²

ISO 5725 Nøgleparametre

ISO 5725 parameter	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
Antal lab., p	9	16	15	17
Antal repl., n	4	4	4	4
μ	11.320	149.00	460.00	439.5
m	12.057	141.74	439.0	423.4
s(r)	0.913	5.06	18.2	24.5
s(R)	5.251	29.67	96.7	93.8
r	2.555	14.17	51.0	68.6
R	14.703	83.08	270.8	262.5
cv(r)	8.1 %	3.4 %	4.0 %	5.6 %
cv(R)	46.4 %	19.9 %	21.0 %	21.3 %

C>25 - C35 ppm

Vurdering af analysekvalitet

Estimation af varianskomponenter

Varians-komponent	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
$s^2(r)$	2.061 ²	0.71 ²	145.5 ²	102.0 ²
$s^2(L)$	2.993 ²	4.70 ²	385.0 ²	348.7 ²
$s^2(R)$	3.634 ²	4.76 ²	411.5 ²	363.3 ²

ISO 5725 Nøgleparametre

ISO 5725 parameter	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
Antal lab., p	2	3	18	17
Antal repl., n	4	4	4	4
μ	7.450	10.10	1950.0	1404.4
m	7.351	4.35	1924.3	1447.6
$s(r)$	2.061	0.71	145.5	102.0
$s(R)$	3.634	4.76	411.5	363.3
r	5.772	1.99	407.3	285.7
R	10.176	13.32	1152.3	1017.2
cv(r)	27.7 %	7.1 %	7.5 %	7.3 %
cv(R)	48.8 %	47.1 %	21.1 %	25.9 %

Total ppm
Vurdering af analysekvalitet

Estimation af varianskomponenter

Varians-komponent	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
$s^2(r)$	3.15 ²	4.28 ²	174.3 ²	55.0 ²
$s^2(L)$	17.78 ²	47.02 ²	273.8 ²	277.0 ²
$s^2(R)$	18.06 ²	47.21 ²	324.6 ²	282.4 ²

ISO 5725 Nøgleparametre

ISO 5725 parameter	Niveau A1	Niveau B1	Niveau CA1	Niveau FA
Antal lab., p	17	15	17	13
Antal repl., n	4	4	4	4
μ	80.40	162.50	2350.0	1920
m	74.31	165.13	2335.9	1866.6
s(r)	3.15	4.28	174.3	55.0
s(R)	18.06	47.21	324.6	282.4
r	8.83	11.99	488.2	154.1
R	50.57	132.19	908.8	790.7
cv(r)	3.9 %	2.6 %	7.4 %	2.9 %
cv(R)	22.5 %	29.1 %	13.8 %	14.7 %

BILAG 9. INFORMATION TIL DELTAGERNE

Anden runde af interlaboratorieundersøgelsen

Analyse af olie i jord ved GC-FID

Information til deltagerne

1 Udsendt materiale

3 stk. kalibreringsstandarder som laboratorierne skal bruge til fremstilling af standarder i relevante koncentrationer ved fortynding med pentan: BENZIN (A), GASOLIE (B) og FUELOLIE (C).

Aromatstandardblanding (D) med indhold af: benzen, trichlorethylen, toluen, ethylbenzen, o-xylen, m-xylen, p-xylen, tetrachlorethylen, mesitylen, 1,2,3,4- tetramethylbenzen, naphthalen, n-C₁₂-alkan, 2-methylnaphthalen, phenantheren, anthracen, pyren, fluorathen, benz(a)pyren.

N-alkan-standardblanding (E) med indhold af n-alkanerne med følgende kædelængder: 10, 12, 14, 16, 18, 20, 24, 28, 32, 36, 40 og 44.

Disse standarder skal laboratoriet analysere og fremsende chromatogrammer fra disse standarder, med henblik på at vurdere det gaschromatografiske forløb. Endvidere skal responset for de forskellige n-alkaner angives relativt i resultatskema 2.

Opløsninger med ukendt indhold, der ønskes analyseret: Prøve A₁ med indhold af benzin, prøve B₁ med indhold af dieselolie, prøve C₁ med indhold af fuelolie og prøve F som er en blandet forurening.

Bemærk venligst, at et par af prøverne kan fælde ud efter henstand, specielt ved lave temperaturer. Alle vials bør derfor tages i arbejde ved stuetemperatur og efter omrystning.

2 Opbevaring

Indtil anvendelse skal prøverne opbevares i fryser. For at kontrollere at der ikke er sket et fordampningstab skal prøverne vejes inden brug. Såfremt der er sket et tab i vægt på mere end 0,050 g (~ 4 %), skal der fra VKI rekvireres en ny prøve.

3 Fremstilling af standarder og prøver:

Ud fra standardprodukterne skal laboratorierne fremstille en standard med benzin, en standard med dieselolie og en standard med fuelolie ved fortynding med pentan og brug af interne standarder.

Til aromatstandarden skal tilsættes intern standard.

Til n-alkanstandarden skal tilsættes intern standard.

Til prøverne A₁, B₁ C₁ og F skal laboratorierne til hver prøve tilsætte intern standard, eksempelvis 100 µl af en relevant koncentration til 1000 µl prøve. Denne fortynding skal der kompenseres for i den endelige beregning.

4 Bestemmelse

Ud fra aromat- samt n-alkan-blanding skal laboratoriet fastlægge temperaturforhold m.m., der dokumenterer, at hele intervallet fra benzen til n-C₃₅ kan bestemmes. Hertil kræves, at benzen adskilles fra injektionstoppen, og at n-C₃₆ kan bestemmes. Kopi af chromatogrammer skal indgå i rapporteringen. Endvidere skal responset for de forskellige n-alkaner angives relativt, idet den n-alkan, der har størst respons, sættes til 100.

Ud fra de fremstillede benzin-, diesel- og fuelolie-standarder fastlægges en standardkurve for alle produkter.

Herefter kan prøverne A₁, B₁ C₁ og F analyseres. Der ønskes rapporteret følgende: benzen, toluen, ethylbenzen + 3 xylener, fraktion C₅-C₁₀, fraktion C₁₀-C₂₅ og fraktion C₂₅- C₃₅.

Der skal rapporteres mellem 2 og 4 bestemmelse af hver prøve. Bestemmelserne skal udføres inden for samme analyseserie. Resultaterne vil blive behandlet i henhold til statistikken beskrevet i ISO 5725 - uniform level, hvorfor lødigheden af den samlede interlaboratorieundersøgelse afhænger af antallet af resultater fra hvert laboratorium. Såfremt der kun afleveres ét resultat kan beregningen ikke gennemføres korrekt.

5 Resultater

Resultaterne anføres i "Resultatskema 1" i mg/l, mens resultaterne fra analysen af n-alkan-blandingen anføres i "Resultatskema 2". Endvidere bedes laboratorierne fremsende eksempler på chromatogrammer på alle de analyserede prøver og standarder sammen med det udfyldte spørgeskema.

Resultaterne skal fremsendes senest 12. august 1997 til

VKI
Agern Alle 11
2970 Hørsholm

att.: Hans Peter Dybdahl.

Resultatskema 1 kan fremsendes som fax til VKI på 45 16 92 92.

De øvrige skemaer og chromatogrammer ønskes fremsendt som brev.

BILAG 10. SPØRGESKEMAUNDERSØGELSE VEDR. CHROMATOGRAFISKE FORHOLD

Oversigt over deltagerne oplysninger vedrørende gaschromatografiske forhold.

Under bærergas har VKI beregnet flowhastigheden i cm/sec for at kunne sammenligne de forskellige angivelser, dette er anført i kursiv.

lab nr.	IS	Brug af IS	Injector/ split	injektions-temperatur °C	liner	volumen injiceret µL	kolonnenavn (film) m*mm*µm	bæregas cm/sec ved start og slut	start og slut tempertur °C samlet tid	detektor temp. °C make-up gas flow	respons egne mod udleverede benzin diesel fuel	respons: benzin: diesel: fuel	lineære måleområde: enkelt komp. benzin diesel fuel
1	n-C30 decalin 10 ppm	i solventet kontrol af injektion	HP purge 0,2 min splitless	280	+ glasuld	1	HP5 30*0,25*0,25	brint 8 psi 35-24 cm/sec	35 - 300 30 min	310	1,15 1,03 1,11	0,503 1 0,519	0,2-100 20-2000 25-1500 100-1000
2	chlorbenzen 22,6 ppm	sprøjtestandard 1:10	HP7673 splitless	300	2 mm deaktiveret	2	HP5 25*0,32*0,52	helium 10 psi 43-27 cm/sec	30 - 300 62,75 min	300 32,5 ml/min			0-250 0-600 0-700 0-1200
3	Cl-benzen chrysen-d12 5 ppm	i solventet begge bruges til kontrol, Cl-benzen til kalibrering	HP 7673 splitless	280	HP 18740-80220 7,8 cm*2mm glasuld	1	HP5 25*0,32*0,52 forkolonne: 2*0,32*0,52 cyano/phenyl/methyl deactivated	brint 5 psi 50 ml/min ? 36-25 cm/sec	35-280 67,8	310 nitrogen 30 ml/min	0,666 0,923 1,215	0,658 1 0,424	0,1-750 2-1000 5-2000 100-4500
4	1) 1-Cl--4F-benzen 0,4 ppm 2) o-terphenyl 50 ppm	i solventet 1) til beregning af BTEX 2) til beregning af olie	splitless	250	HP 18740-80220 EA	1	HP ultra 2 25*0,2*0,33	helium 1 ml/min 32-20 cm/sec	40 - 330 61 min	350 nitrogen 25 ml/min	0,945 0,84 1,98	1,20 1 1,14	0,005-0,5 10-1500 10-1000 100-3000
5	1) Br-benzen 44,3 ppm 2) n-triacontan 20 ppm	i solventet	splitless	300	supelco 2-3635 13 cm* 5 mm	0,5 µg	SPB-1 (polydimethylsiloxane) 30*0,53*1,0	nitrogen 0,5 kg/cm2 76-52 cm/sec	40 - 300 56,45 min	350 nitrogen 40 ml/min			
6													
7	1)Br-benzen 2) o-terphenyl 2 ppm	i solventet kontrol af intektion	splitless 1 min	260	lige glas HP 19251-60540	3	HP5 25*0,2*0,5	helium 15 psi 1 ml/min 25-15 cm/sec	35 - 310 44,5 min	320 helium 30 ml/min	0,803 0,760 0,997	0,612 1 0,229	10-10.000 10-10.000 500-5000
8	1-Cl-4-F-benzen orto-terphenyl 10 ppm	i solventet vurderes: - i hvilket interval ligger forureningen - er der interferens med en af IS	splitless purge on efter 0,75 min	300	HP 5181-8818 EA	1	HP5 25*0,2*0,33	helium 1 ml/min 32-20 cm/sec	40 - 310 68,75 min	310 nitrogen 40 ml/min	1,06 1,05 1,03	1,08 1 0,326	0-1000 0-5000 0-5000 0-10000
9	2-F-toluen cis-decalin squalen ca 10 ppm	i solventet	on-column	35	ingen forkolonne	0,3-0,5	SGE BPX5 25*0,22*0,25	helium 110 KPa 32-20 cm/sec	35 - 320 60 min	350 nitrogen 200 KPa		1,36 1 1,52	1-1000 15-1500 20-2000
10	brombenzen o-terphenyl 5 ppm	i solventet til kontrol af ekstraktion og GC-analyse forholdet mellem IS vurderes	splitless	300	liner med glasuld	1	HP5 25*0,2*0,33	brint 15,1 psi ved 35 °C konstant flow 50-65 cm/sec	35 - 300 ca 40 min	300 nitrogen 30 ml/min	1,23 1,16 1	0,464 1 0,446	0-500 0-20000 0-20000 0-20000
11	ingen		on-column autoinjector termostateret	40 umiddelbar opvarming	deaktiveret forkolonne 1 m * 530 µm	1	DB1 25*0,32*0,52	helium 10 psi trykstyring 42 cm/sec	40 - 320 50 min	350 nitrogen 30 ml/min	1,19 1,01 1	0,587 1 0,406	-1000 -25000 -25000

lab nr.	IS	Brug af IS	Injector/ split	injektions- temperatur °C	liner	volumen injeceret µL	kolonne navn (film) m*mm*µm	bæregas <i>cm/sec ved start og slut</i>	start og slut tempertur °C samlet tid	detektor temp. °C make-up gas flow	respons egne mod udle- verede benzin diesel fuel	respons: benzin: diesel: fuel	lineære måleområde: enkelt komp. benzin diesel fuel
			2 injektioner på forskellige kolonner og detektorere	til 200 °C									-25000
12	ingen		splitless	320	HP 19251-60540 4 mm 990 µl silaniseret glasuld	1	HP5 30*0,32*0,25	helium 65 kPa 20 ml/min? 34-21 cm/sec	40 - 320 ca 52 min	350 helium	- 1,12 -	0,403 1 1,28	0,1-100 1-30000 5-30000 5-30000
13	1) brombenzen 2) o-terphenyl 10 ppm	i solventet 1) til de flygtige 2) til diesel og fuel	split/splitless	300	quarts liner 2 mm	2	HP ultra 2 25*0,2*0,33	helium 24 psi 39-24 cm/sec	35 - 320 60 min	325	1,09 1,02 -	0,94 1 -	-80 -800 -800 -
14	ingen		splitless	280	HP 4 mm 900 µl glasuld	1	HP5 25*0,2*0,33	brint, N50 1,5 ml/min konstant flow 52-68 cm/sec	40 - 310 40 min	310 nitrogen N48 40 ml/min	0,888 0,977 2,11	0,587 1 0,427	0,2-25 5-500 10-1000 20-1000
15	Cl-benzen 10 ppm	i solventet	splitless purge 0,2 min	330	Restek 20722 deaktiveret 2 mm	5	Restec XTI - 5 w 30*0,25*0,25 forkolonne: 5*0,25- deaktiveret	brint 18 psi 60 cm/sec 65-42 cm/sec	40 - 340 49 min	350 nitrogen 20 ml/min	- 0,89 0,89	- 1 81	0,2-8 20-400 20-1000 50-1000
16	1) chlorbenzen 2) n-C30 ca 10 ppm	i solventet 1 til flygtige 2 til diesel + tungere	splitless 20:1	280	med glasuld	2	Restec RTX-5 30*0,25*0,25	brint 3 ml/min konstant flow 67-87 cm/sec	40 - 310 37 min	320 nitrogen 30 ml/min	- 1,05 0,967	0,677 1 0,475	
17	1) Br-benzen 2 ppm 2) n-triacontan 20 ppm	i solventet 1 anvendes til BTEX 2) til THC	splitless	250	2 mm med glasuld	2	HP5 30*0,25*0,25	brint 1,9 ml/min 11 psi 48-31 cm/sec	35 - 325 46,5 min	300 nitrogen	1,13 0,988 1,16	0,683 1 0,289	0-200 0-4000 0-4000 0-4000
18	1) Br-benzen 45 ppm 2) o-terphenyl 20 ppm	i solventet 1 til flygtige 2 til øvrige	splitless	325	SGE 4 mm 990µl	3	CP Sil 5 CB 25 *0,32*0,25	helium 1 ml/min 39-23 cm/sec	35 - 350 65 min	350 nitrogen 35 ml/min		1,09 1 0,344	
19	1) n-C7H16 2) n-C28H58 20 ppm	I solventet 1 til olie > C10 2 til BTEX samt olie < C10	splitless	260	Restec open/top uniliner w/wool	1	Restec XTI-5 30*0,25*0,25	helium 2,5 ml/min konstant flow 46,7 cm/sec	20 - 320 25 min	350 helium			
20	ingen		on-column	35		1 9 psi	HP Ultra 2 25*0,32*0,52	helium 2ml/min 10 psi 43-27 cm/sec	35 -320 40 min	300 nitrogen 30 ml/min	2,12 0,829 1,52	0,245 1 0,352	0-20 0-10000 0-10000 0-10000

BILAG 11. OVESIGT OVER RELATIVE RESPONSAKTORERE FOR n-ALKANERNE FRA n-C₁₀ - n-C₄₀

Laboratorierne har angivet den største forbindelse til 100 % og resten relativt hertil.

Resultaterne fra n-C₄₀ og n-C₄₄ er alene til information og indgår ikke i bedømmelsen idet den foreskrevne metode ikke bestemmer mere end til n-C₃₅ (n-C₃₆)

lab nr.	n-C ₁₀	n-C ₁₂	n-C ₁₄	n-C ₁₆	n-C ₁₈	n-C ₂₀	n-C ₂₄	n-C ₂₈	n-C ₃₂	n-C ₃₆	n-C ₄₀	n-C ₄₄
1	34	61	73	64	62	67	90	100	77	33		
2	88	65	100	69	73	59	32	27	9			
3	54	66	76	84	86	90	93	96	100			
4	58	67	75	77	76	76	99	100	55	40	36	21
5	6	9	9	10	14	24	100	24	6		6	
6	72	85	100	36	62	76		95				
7	68	83	89	94	100	100	87	57	33			
8	87	100	98	91	85	83	77	83	61	47	32	
9	61	72	76	79	84	99	100	90	98	63	96	
10	68	87	92	96	95	98	97	100	100	91		
11	77	92	96	96	94	95	92	97	100	98	95	
12	76	89	93	93	92	96	94	96	100	93		
13	44	67	80	74	79	87	100	67	57			
14	86	97	100	81	99	99	95	86	65	43	29	
15	76	92	97	100	95	90	37	27	34	29	27	25
16	55	66	75	81	83	85	91	100	99	95		
17	66	86	87	92	94	100	96	39	3	1	0	0
18	67	70	82	92	100	96	92	77	50	33	19	10
19	77	92	97	98	97	98	78		88	69	27	
19b*	100	99	100	98	97	98	96	96				
19c*	100	100	99	99	99	99	98	97	93	80	39	
20	65	75	100	89	89	92	88	91	83	81		

* : Resultater fra analyse af laboratoriets egne n-alkan-blandinger med en koncentration på ca. 20 ppm.