

# De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde alifatische halogeenkoolwaterstoffen met GC-MS

---

**INHOUD**

<b>1</b>	<b>Toepassingsgebied</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Principe</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>Bemonsteringsprocedure</b>	<b>4</b>
3.1	<i>Conditie Monsternamen</i>	4
3.2	<i>Stabiliteit</i>	5
3.3	<i>Doorbraak</i>	6
3.4	<i>Monstervoorbereiding</i>	7
3.4.1	<i>Extractie</i>	7
3.4.2	<i>Desorptierendement</i>	7
<b>4</b>	<b>Analyseprocedure</b>	<b>8</b>
4.1	<i>Apparatuur</i>	8
4.2	<i>Reagentia</i>	8
4.3	<i>Validatiecondities voor de bepaling van alifatische halogeenkoolwaterstoffen</i>	8
4.4	<i>Aantoonbaarheidsgrens</i>	9
4.5	<i>Meetonzekerheid</i>	9
4.6	<i>Identificatie</i>	9
4.7	<i>Kwantitatieve bepaling</i>	10
<b>5</b>	<b>Berekeningen</b>	<b>11</b>
5.1	<i>Kalibratie met relatieve responsfactoren</i>	11
5.2	<i>Kalibratie met kalibratierechten</i>	12
5.3	<i>Gemeten concentratie in emissie</i>	12
<b>6</b>	<b>Referenties</b>	<b>12</b>

## 1 TOEPASSINGSGEBIED

In deze methode staat de bepaling van alifatische halogeenkoolwaterstoffen in emissies (matrix lucht) beschreven.

De alifatische halogeenkoolwaterstoffen waarvoor deze methode van toepassing is, zijn in tabel 1 weergegeven. De componenten zijn een selectie van de gereguleerde alifatische halogeenkoolwaterstoffen vermeld in bijlage 4.4.2 van Vlarem II. Met deze methode kunnen concentraties gemeten worden van 0.1 tot 3 x de algemene emissiegrenswaarde in lucht. 2-Chloorpropan en 1,1-dichloorethyleen worden gemeten volgens dezelfde methode.

De concentraties vermeld in deze methode gelden voor een bemonsteringsvolume van 10 NI, een aanzuigebiet van 500 Nml/min en een desorptievolume van 8 ml.

*Tabel 1: Alifatische halogeenkoolwaterstoffen en de overeenkomstige algemene emissiegrenswaarden*

Alifatische halogeenkoolwaterstof	Algemene EmissieGrensWaarde (EGW) (mg/Nm <sup>3</sup> ) (*)
tetrachloorethyleen	100
1,1,2-trichloorethaan	20
1,1,1-trichloorethaan	100
tetrachloormethaan	20
1,2-dibroomethaan	5
trichloorethyleen	100
chloroform (trichloormethaan)	20
1,2-dichloorethaan	20
dichloormethaan	150

(\*) Normaalcondities gerefereerd naar 273,15 K, 1013,25 mbar, droog gas

Volgende industriële bedrijven dragen in belangrijke mate bij tot de totale uitstoot van alifatische halogeenkoolwaterstoffen (Bilsen et al., 1996):

- Verf-, inkt- en vernisfabrikanten (vnl. 1,1,2-trichloorethaan, 1,1,1-trichloorethaan en dichloormethaan);
- Lakkerijen (vnl. dichloormethaan, tetrachloormethaan, 1,1,2-trichloorethaan, tetrachlooretheen en 1,1,1-trichloorethaan);
- Bedrijven gespecialiseerd in oppervlaktereiniging (vnl. dichloormethaan, 1,1,1-trichloorethaan, 1,1,2-trichloorethaan en tetrachlooretheen);
- Droogkuisbedrijven (vnl. tetrachloorethaan, 1,1,2-trichloorethaan, tetrachlooretheen, 1,1,1-trichloorethaan);
- Kleefmiddelenindustrie (vnl. 1,1,2-trichloorethaan, tetrachlooretheen, 1,1,1-trichloorethaan en dichloormethaan);
- Farmaceutische industrie (vnl. 1,2-dichloorethaan, 1,1,2-trichloorethaan, tetrachlooretheen, 1,1,1-trichloorethaan en dichloormethaan);
- Chemische industrie (vnl. 1,2-dichloorethaan, tetrachloormethaan en dichloormethaan);
- Metaalindustrie (vnl. trichlooretheen, tetrachloormethaan, 1,1,2-trichloorethaan, 1,1,1-trichloorethaan en dichloormethaan);
- Drank- en voedingsindustrie (vnl. dichloormethaan);

- Producenten van minerale producten (vnl. 1,1,2-trichloorethaan, tetrachlooretheen, 1,1,1-trichloorethaan en dichloormethaan)

## 2 PRINCIPE

De alifatische halogeenkoolwaterstoffen worden op actieve kool gepreconcentreerd. De extractie - oplossing – verkregen na solventdesorptie – wordt m.b.v. GC-MS (gaschromatografie - massaspectrometrie) geanalyseerd. Zowel de identificatie (verificatie van de beoogde componenten) als de kwantitatieve bepaling van de koolwaterstoffen gebeuren in SIM (Selected Ion Monitoring)-mode. Voor de kwantificatie kan indien de bemonsterde luchtmatrix en zijn interferenten gekend is, ook een niet component specifieke detector gebruikt worden met identificatie op basis van retentietijd. De kennis over de luchtmatrix is gebaseerd op een eerdere massaspectrometrische analyse, dan wel op een dubbele analyse met een niet component specifieke detector middels twee chromatografische kolommen met verschillende polariteit. In geval van twijfel dient echter steeds een confirmatie - analyse met GC-MS uitgevoerd te worden.

Voor kwantificering kan gebruik gemaakt worden van een interne standaard.

Een samenvatting van de validatie- en kwaliteitsvereisten worden gegeven in compendium methode LUC/0/005. Indien mogelijk dienen de vermelde prestatiekenmerken gevalideerd te worden voor de combinatie van bemonstering en aansluitende analyse. Indien niet mogelijk dient de validatie minimaal op de analysemethode uitgevoerd te worden en dit conform de procedure CMA/6/A.

## 3 BEMONSTERINGSPROCEDURE

### 3.1 CONDITIES MONSTERNAME

Voor de algemene bemonsteringvoorschriften van individuele gasvormige componenten wordt verwezen naar methode LUC/IV/000. In deze methode wordt actieve kool (SKC type 226-09, 400/200 mg) als adsorptiemedium gebruikt. Andere adsorbentia kunnen gebruikt worden.

Conform methode LUC/IV/000 kan het debiet aangepast worden in functie van het te verwachten meetbereik. Het doorbraak criterium dient wel steeds gerespecteerd te worden, evenals het minimale staalnamevolume (en dus debiet) dat nodig is om 0,1 EGW analytisch te kunnen rapporteren.

OPMERKING: In deze validatietesten werden adsorptiepatronen van het merk SKC (type 226-09) gebruikt voor de validatietesten. Andere merken en types mogen ook gebruikt worden op voorwaarde van volgende vereisten:

- indien aan de in LUC/0/005 opgenomen vereisten voldaan is;
- Het patroon zelf is van inert materiaal;
- Minimaal 100 mg front sectie;
- Minimaal 50 mg back-up sectie.

### 3.2 STABILITEIT

De spreiding van de experimenteel bepaalde recoveries (stabiliteit) en desorptie-efficiënties (zie 3.4.2) bedraagt maximaal 5%.

Zowel de recoveries als de desorptie-efficiënties zijn bepaald door actieve koolpatronen te beladen vanuit een gesimuleerd (dynamisch bereid) afgas waarin de betrokken pollutanten op een gekend concentratieniveau aanwezig waren (Goelen et al. 1991). Criteria voor recoveries (stabiliteit) en desorptie – efficiëntie zijn opgenomen in methode LUC/0/005.

Tijdens de validatie testen bij VITO werden actieve koolmonsters beladen met alifatische halogeenkoolwaterstoffen en na respectievelijk 1 week en 4 weken stockage in een koelkast ( $\pm 4^{\circ}\text{C}$ ) geanalyseerd. De concentratie bij belading bedroeg  $\pm 1 \times \text{EGW}$ ; het beladingsvolume was gelijk aan  $\pm 10 \text{ NI}$ . De resultaten van dit stabiliteitsonderzoek zijn samengevat in Tabel 2 en Tabel 3

Tabel 2: Stabiliteit na 1 week en 4 weken stockage in een koelkast ( $\pm 4^{\circ}\text{C}$ ) (\*)

Component	Recovery (%) (droog)	
	na 1 week stockage	na 4 weken stockage
Tetrachloorethyleen	100 $\pm$ 2	101 $\pm$ 2
1,1,2-trichloorethaan	101 $\pm$ 2	102 $\pm$ 2
1,1,1-trichloorethaan	102 $\pm$ 2	99 $\pm$ 2
Tetrachloormethaan	100 $\pm$ 3	101 $\pm$ 2
1,2-dibroomethaan	98 $\pm$ 2	101 $\pm$ 2
Trichloorethyleen	101 $\pm$ 2	104 $\pm$ 2
chloroform	99 $\pm$ 2	95 $\pm$ 2
1,2-dichloorethaan	101 $\pm$ 2	102 $\pm$ 2
dichloormethaan	101 $\pm$ 2	98 $\pm$ 2

Tabel 3: Stabiliteit na 1 week en 4 weken stockage in een koelkast ( $\pm 4^{\circ}\text{C}$ ) (\*\*)

Component	Recovery (%) (nat)	
	na 1 week stockage	na 4 weken stockage
tetrachloorethyleen	102 $\pm$ 2	94 $\pm$ 2
1,1,2-trichloorethaan	101 $\pm$ 2	95 $\pm$ 2
1,1,1-trichloorethaan	101 $\pm$ 2	95 $\pm$ 2
tetrachloormethaan	101 $\pm$ 1	94 $\pm$ 2
1,2-dibroomethaan	95 $\pm$ 2	89 $\pm$ 2
trichloorethyleen	105 $\pm$ 1	104 $\pm$ 2
chloroform	104 $\pm$ 2	94 $\pm$ 3
1,2-dichloorethaan	103 $\pm$ 2	100 $\pm$ 2
dichloormethaan	103 $\pm$ 2	97 $\pm$ 2

(\*) belading vanuit een droge gasatmosfeer (vochtgehalte =  $\pm 0.8\%$  absoluut)

(\*\*) belading vanuit een vochtige gasatmosfeer (vochtgehalte =  $\pm 2.1\%$  absoluut)

## Opmerkingen:

De stabiliteit kan worden beïnvloed door de bemonsteringscondities en aanwezige interferenten. Het is aan te raden monsters zo kort mogelijk te stockeren en zo vlug mogelijk te desorberen.

De monsters dienen in een koelkast gestockeerd te worden.

**3.3 DOORBRAAK**

Het criterium voor doorbraak is opgenomen in methode LUC/0/005.

De samenstelling (aantal componenten, concentratieniveaus, vochtgehalte, ...) van reëel te bemonsteren emissies kan sterk variëren in ruimte en tijd. De bepaling van doorbraakvolumes van individuele componenten werd daarom bij de validatie door VITO niet uitgevoerd; er is geopteerd om een "indicatief doorbraakvolume" te bepalen. Hiertoe zijn verschillende volumes (20, 25, 30, 40, 45 en 50 l) van een atmosfeer met volgende samenstelling bemonsterd:

- Alifatische halogeenkoolwaterstoffen : zie Tabel 1
- concentratie :  $\pm 3 \times \text{EGW}$
- vochtgehalte :  $\pm 2.1 \%$  absoluut

Het aanzuigdebiet bij belading bedroeg  $\pm 1$  l/min. De resultaten zijn in Tabel 4 weergegeven.

Tabel 4: Doorbraakvolume alifatische halogeenkoolwaterstoffen

Alifatische halogeenkoolwaterstof	Veilig monsternamevolume (l) (hoeveelheid in back-upsectie < 10% van de totaal beladen hoeveelheid)
tetrachloorethyleen	>50
1,1,2-trichloorethaan	>50
1,1,1-trichloorethaan	20
tetrachloormethaan	20
1,2-dibroomethaan	>50
trichloorethyleen	>50
chloroform	20
1,2-dichloorethaan	25
dichloormethaan	20

## Opmerking:

1. Doorbraakvolumes van sommige componenten zijn afhankelijk van de beladingscondities. De condities ter bepaling van het doorbraakvolume in Tabel 4 zijn deze beschreven in 3.3
2. Deze compendium methode is ontwikkeld en gevalideerd in 1998 op basis van EPA methode 18. Vandaar dat in deze validatie een veilig stalname volume bij 10% doorbraak werd bepaald. Sinds 2002 is NBN EN -13649 van kracht. Hierin is bepaald dat er maximum 5% doorbraak mag zijn. Daarom zijn de veilige stalname volumes lager dan deze vermeld in Tabel 4.

In de praktijk dienen doorbraak (back-up-) en voorste (front)sectie afzonderlijk geanalyseerd te worden. Indien de teruggevonden hoeveelheid component in de doorbraaksectie meer dan 5% bedraagt van de totaal geanalyseerde hoeveelheid (=som van doorbraak- en voorste sectie) (LUC/0/005) dan dient het resultaat voor de desbetreffende component verworpen te worden.

### 3.4 MONSTERVEROORBEREIDING

#### 3.4.1 EXTRACTIE

De actieve kool wordt gedurende 30 minuten op een schudtafel gedesorbeerd met 10 g CS<sub>2</sub>. Indien de berekening wordt uitgevoerd met behulp van relatieve responsfactoren dient er een geschikte interne standaard toegevoegd te worden aan de desorptievloeistof.

#### 3.4.2 DESORPTIERENDEMENT

In Tabel 5 en Tabel 6 worden de desorptie - efficiënties weergegeven in functie van de concentratie zoals bepaald tijdens de VITO validatie.

Tabel 5: Desorptierendement op verschillende concentratieniveaus, bij belading vanuit een droge gasatmosfeer (\*)

Component	Desorptie-efficiëntie (%)		
	± 0.1 x EGW	± 1 x EGW	± 2 x EGW
tetrachloorethyleen	95 ± 2	94 ± 3	96 ± 2
1,1,2-trichloorethaan	98 ± 3	94 ± 3	96 ± 1
1,1,1-trichloorethaan	97 ± 2	95 ± 3	97 ± 1
tetrachloormethaan	94 ± 3	93 ± 3	97 ± 1
1,2-dibroommethaan	93 ± 3	91 ± 2	97 ± 1
trichloorethyleen	96 ± 2	98 ± 3	98 ± 1
chloroform	93 ± 2	100 ± 2	97 ± 1
1,2-dichloorethaan	93 ± 2	95 ± 2	100 ± 1
dichloormethaan	92 ± 3	96 ± 3	96 ± 2

Tabel 6: Desorptierendement op verschillende concentratieniveaus, bij belading vanuit een vochtige gasatmosfeer (\*\*)

Component	Desorptie-efficiëntie (%)		
	± 0.1 x EGW	± 1 x EGW	± 2 x EGW
tetrachloorethyleen	97 ± 3	95 ± 2	96 ± 3
1,1,2-trichloorethaan	101 ± 1	94 ± 2	96 ± 2
1,1,1-trichloorethaan	97 ± 2	95 ± 2	96 ± 2
tetrachloormethaan	96 ± 2	95 ± 2	96 ± 2
1,2-dibroommethaan	97 ± 3	100 ± 2	96 ± 3
trichloorethyleen	98 ± 2	99 ± 2	97 ± 3
chloroform	95 ± 3	98 ± 2	95 ± 3
1,2-dichloorethaan	95 ± 2	94 ± 2	97 ± 2
dichloormethaan	94 ± 2	95 ± 3	97 ± 2

- (\*) (\*) het vochtgehalte van de bemonsterde atmosfeer was gelijk aan  $\pm 0.8\%$  absoluut (droog);
- (\*\*) het vochtgehalte van de bemonsterde atmosfeer bedroeg  $\pm 2.1\%$  absoluut (vochtig)

## 4 ANALYSEPROCEDURE

### 4.1 APPARATUUR

De bepalingen in deze procedure zijn uitgevoerd met volgende apparatuur:

- HP 5890 II Gaschromatograaf;
- HP MSD 5972 met EI (Electron Ionization) (70 eV);
- HP 7673 automatische (split/splitless) injector;
  
- HP 6890 Gaschromatograaf;
- HP MSD 5973 met EI (Electron Ionization) (70 eV);
- HP 5973 automatische (split/splitless) injector.

De detectielimieten zijn bepaald met de HP MSD 5973.

### 4.2 REAGENTIA

- Tetrachloorethyleen, 1,1,1-trichloorethaan, tetrachloormethaan, 1,2-dibroomethaan, trichloorethyleen, chloroform, 1,2-dichloorethaan en dichloormethaan met zuiverheid  $\geq 99\%$ ;
- 1,1,2-trichloorethaan met zuiverheid  $\geq 98\%$ ;
- Koolstofdissulfide (CS<sub>2</sub>) : pro analyse of equivalent;

### 4.3 VALIDATIECONDITIES VOOR DE BEPALING VAN ALIFATISCHE HALOGEENKOOLOWATERSTOFFEN

Kolomspecificaties \_\_\_\_\_ : 502.2 (fenylmethyl polysiloxaan); 105 m x 0.32 mm x 1  $\mu$ m

#### GC-instellingen

Dragergas en debiet : Helium, 3.3 ml/min (constant flow mode)  
Injectietemperatuur : 250 °C  
Interfacetemperatuur : 250 °C

#### Injectie

Mode : Split  
Split ratio : 1/25  
Injectievolume : 1  $\mu$ l

#### Temperatuursprogrammatie

30°C → 220°C : 10° C/min  
220°C : isotherm gedurende 5 min



#### 4.4 AANTOONBAARHEIDSGRENS

Om de waarde van de procedure m.b.t. de identificatie van de te bepalen componenten te behouden, wordt voor elke component de aantoonbaarheidsgrens bepaald volgens CMA/6/A. Deze bepaling gebeurt onder dezelfde condities als de bepaling van het gehalte van de te bepalen component. Deze bepaling gebeurt met behulp van volgende formule :

$$\text{L.O.D.} = 3 * \text{RG}_x / \text{PH}_x * g_x$$

met L.O.D. : aantoonbaarheidsgrens (detectielimiet)

RG<sub>x</sub> : de "peak-to-peak" ruisgrootte aan de voet van de chromatogrampijk van het minst intense ion van component x

PH<sub>x</sub> : de piekhoogte van het minst intense ion van component x

g<sub>x</sub> : de hoeveelheid geïnjecteerde component x

Tabel 7: Detectielimiet alifatische halogeenkoolwaterstoffen

Component	Detectielimiet (pg)
tetrachloorethyleen	3
1,1,2-trichloorethaan	9
1,1,1-trichloorethaan	4
tetrachloormethaan	3
1,2-dibroomethaan	3
trichloorethyleen	6
chloroform	15
1,2-dichloorethaan	5
dichloormethaan	5

Opmerkingen:

- in deze methode wordt split geïnjecteerd (zie 4.3); bij het meten van zeer lage concentraties (aantoonbaarheidsgrens) dient echter *splitless* geïnjecteerd te worden;
- de detectielimiet is sterk toestelafhankelijk en dient bijgevolg voor elk toestel afzonderlijk bepaald te worden.
- De detectielimiet moet van die aard zijn dat zonder problemen de gevraagde rapporteergrens kan gehaald worden.

#### 4.5 MEETONZEKERHEID

De meetonzekerheid dient bepaald te worden conform methode CMA/6/B.

#### 4.6 IDENTIFICATIE

In de SIM-mode (GC/MS) worden 3 specifieke ionen (m/z) per component gemeten. Identificatie gebeurt op basis van (relatieve) retentietijden (chromatografische scheiding) en aan de hand van de relatieve intensiteiten van de gemeten ionen. De relatieve intensiteiten van de ionen zijn in Tabel 8 weergegeven. Indien de bepaling uitgevoerd wordt met een niet component specifieke detector gebeurt de identificatie enkel op basis van (relatieve) retentietijd.

Tabel 8: Relatieve intensiteiten van de ionen per component<sup>(\*)</sup>

Alifatische halogeenkoolwaterstof / Interne standaard (volgorde van elueren uit analytische kolom <sup>(+)</sup> )	Ion 1 (m/z)	Ion 2 (m/z)	Ion 3 (m/z)	Rel. intens. 1 (ion 2/ion 1)	Rel. intens. 2 (ion 3/ion 1)	Rel. intens. 3 (ion 3/ion 2)
tetrachloorethyleen (8)	166	164	131	0.82	0.71	0.87
1,1,2-trichloorethaan (7)	97	61	99	0.79	0.64	0.81
1,1,1-trichloorethaan (3)	97	99	61	0.68	0.45	0.67
tetrachloormethaan (4)	117	119	121	0.98	0.31	0.32
1,2-dibroomethaan (9) (***)	107	109		0.94		
trichloorethyleen (6)	130	95	132	0.96	0.94	0.98
chloroform (2)	83	85	47	0.64	0.35	0.55
1,2-dichloorethaan (5)	62	64	98	0.32	0.14	0.43
dichloormethaan (1)	49	84	86	0.64	0.39	0.62

(\*) bron : MS NBS bibliotheek

(+) DB-Wax capillaire GC-kolom, in de praktijk worden de (relatieve) retentietijden van de componenten en de relatieve intensiteiten van de ionen experimenteel bepaald. Hiertoe worden calibratiestandaarden in analysereeksen met onbekende extractie-oplossingen geplaatst. Monsters en standaardoplossingen worden in identieke omstandigheden geanalyseerd.

(\*\*\*) voor 1,2-dibroomethaan worden slechts 2 ionen gemeten

#### 4.7 KWANTITATIEVE BEPALING

Indien gebruik wordt gemaakt van de interne standaardmethode, wordt de kwantitatieve bepaling uitgevoerd op basis van de geïntegreerde piekoppervlakken van het meest intense ion van de component dat interferentievrij is en een interferentievrij ion van de inwendige standaard.

In Tabel 9 zijn de relatieve responsfactoren van de respectievelijke alifatische halogeenkoolwaterstoffen weergegeven in functie van de concentratie (lineariteit).

Tabel 9: Relatieve responsfactoren i.f.v. de concentratie

Component	Relatieve responsfactoren					
	±0.1 x EGW	±0.5 x EGW	±1 x EGW	±2 x EGW	±3 x EGW	gemiddelde
tetrachloorethyleen	0.339	0.351	0.349	0.349	0.347	0.347 ± 0.005
1,1,2-trichloorethaan	0.265	0.248	0.243	0.246	0.247	0.250 ± 0.009
1,1,1-trichloorethaan	1.47	1.53	1.53	1.53	1.52	1.52 ± 0.03
tetrachloormethaan	0.419	0.353	0.341	0.359	0.380	0.370 ± 0.031
1,2-dibroomethaan	0.059	0.062	0.061	0.060	0.060	0.060 ± 0.001
trichloorethyleen	0.303	0.306	0.303	0.300	0.296	0.302 ± 0.004
chloroform	0.357	0.383	0.371	0.377	0.380	0.374 ± 0.011
1,2-dichloorethaan	0.270	0.285	0.279	0.282	0.283	0.280 ± 0.006
dichloormethaan	0.202	0.202	0.194	0.194	0.193	0.197 ± 0.005

Opmerkingen:

- de relatieve responsfactoren in Tabel 9 zijn berekend met de respons van het meest intense ion van de component (zie Tabel 8) en van de inwendige standaard;
- relatieve responsfactoren zijn toestelafhankelijk.
- Alternatief kan er ook een kwantificatie uitgevoerd worden met behulp van lineaire regressie zoals beschreven in NBN-EN-13649.
- Indien de bepaling wordt uitgevoerd met een niet component specifieke detector, gebeurt de bepaling aan de hand van de retentietijd en op basis van de oppervlakte van de desbetreffende chromatografische piek.

Het bekomen resultaat wordt gecorrigeerd voor het desorptierendement.

## 5 BEREKENINGEN

### 5.1 KALIBRATIE MET RELATIEVE RESPONSFACTOREN

Als volgens de interne standaardmethode gewerkt wordt kan de kalibratie uitgevoerd worden aan de hand van relatieve responsfactoren (RRF).

$$RRF_x = \frac{A_x}{C_x} \cdot \frac{C_{IS}}{A_{IS}}$$

- met
- $RRF_x$  : relatieve responsfactor alifatische halogeenkoolwaterstof x
  - $A_x$  : piekoppervlakte 1<sup>e</sup>, 2<sup>e</sup> of 3<sup>e</sup> ion (m/z) van de alifatische halogeenkoolwaterstof x
  - $C_x$  : concentratie alifatische koolwaterstof x in de standaardoplossing (µg/g)
  - $C_{IS}$  : concentratie inwendige standaard in de standaardoplossing (µg/g)
  - $A_{IS}$  : piekoppervlakte 1<sup>e</sup>, 2<sup>e</sup> of 3<sup>e</sup> ion (m/z) van de inwendige standaard

$$m_x = \frac{1}{RRF_x} \cdot \frac{A_x}{A_{IS}} \cdot \frac{m_{IS}}{D.E._x} \cdot 100$$

Hoeveelheid alifatische halogeenkoolwaterstof op actieve kool:

- met
- $m_x$  : massa component x op actieve kool (µg)
  - $A_x$  : piekoppervlakte 1<sup>e</sup>, 2<sup>e</sup> of 3<sup>e</sup> ion (m/z) van de component x
  - $m_{IS}$  : massa inwendige standaard in de standaardoplossing (µg)
  - $A_{IS}$  : piekoppervlakte 1<sup>e</sup>, 2<sup>e</sup> of 3<sup>e</sup> ion (m/z) van de inwendige standaard
  - $D.E._x$  : desorptie - efficiëntie (%) alifatische halogeenkoolwaterstof x
  - $RRF_x$  : relatieve responsfactor alifatische halogeenkoolwaterstof x

## 5.2 KALIBRATIE MET KALIBRATIERECHTEN

In dit geval worden aan het begin van de analysereeks minimaal 3 kalibratie - oplossingen geanalyseerd met concentraties verspreid over het lineair gebied. De kalibratie moet uitgevoerd worden met lineaire regressie:

$$A_x = f_x \cdot m_x + b_x$$

met  $A_x$  : piekoppervlakte 1<sup>e</sup>, 2<sup>e</sup> of 3<sup>e</sup> ion (m/z) van de component x  
 $m_x$  : massa van de alifatische koolwaterstof x in het geïnjecteerde extract  
 $f_x$  : richtingscoëfficiënt van de kalibratierechte  
 $b_x$  : intercept van de kalibratierechte

De massa van specifieke componenten in het staal kan dan bepaald worden aan de hand van de kalibratierechte. De zo bekomen massa dient nog wel gecorrigeerd te worden voor de desorptie - efficiëntie.

## 5.3 GEMETEN CONCENTRATIE IN EMISSIE

$$C_x = \frac{m_x}{V} \cdot \frac{1013,25}{p} \cdot \frac{T}{273,15} \cdot k$$

met  $C_x$  : concentratie component x in emissie (matrix lucht) (mg/Nm<sup>3</sup>)  
 $m_x$  : massa component x op actieve kool (µg)  
 $V$  : monstervolume (l) (bij p en T)  
 $p$  : druk gemeten bij monsternamen (mbar)  
 $T$  : temperatuur gemeten bij monsternamen (K)  
 $k$  : correctiefactor voor het vochtgehalte

Opmerking: normaalcondities zijn gerefereerd naar 1013,25 mbar; 273,15 K, droog gas. Indien de bemonsterde gastroom droog was bij de bepaling van het volume (V); is de correctiefactor (k) gelijk aan 1.

## 6 REFERENTIES

Bilsen, I, De Fré, R. en Wevers, M., VITO (1996), Ontwikkeling van meetmethodieken voor de kwantificatie van vluchtige organische stoffen, p. 96-101.

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC), LUC/0/005, Essentiële kwaliteitseisen voor emissiemetingen, LUC/0/005, <http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-lucht>

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC), LUC/IV/000, Bemonstering van individuele vluchtige organische stoffen in een gastroom, <http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-lucht>

Compendium voor monsterneming en analyse in het kader van het Materialendecreet en Bodemdecreet (CMA), CMA/6/A, Prestatiekenmerken, <http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>

Compendium voor monsterneming en analyse in het kader van het Materialendecreet en Bodemdecreet (CMA), CMA/6/B, Meetonzekerheid, <http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>

EPA, Emission measurement technical information center, Method 18: Measurement of Gaseous Organic Compound Emissions by Gas Chromatography, p. 18.

Goelen, E., Lambrechts, M., Geyskens, F. en Rymen, T., VITO (April 1991), Een nieuwe techniek en vernieuwde infrastructuur voor het genereren en bemonsteren van werkplaatsatmosferen.

NBN - EN 13649 – 2002, Emissies van stationaire bronnen - Bepaling van de massaconcentratie van individuele gasvormige organische componenten - Methode met geactiveerde koolstof en oplosmiddeldesorptie