

Tabel 8: Relatieve intensiteiten van de ionen per component^(*)

Alifatische halogeenkoolwaterstof / Interne standaard (volgorde van elueren uit analytische kolom ⁽⁺⁾)	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 **CEN/TS 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^e, 2^e of 3^e 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^e, 2^e of 3^e 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^e, 2^e of 3^e ion (m/z) van de component x
 - m_{IS} : massa inwendige standaard in de standaardoplossing (µg)
 - A_{IS} : piekoppervlakte 1^e, 2^e of 3^e 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 5 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^e, 2^e of 3^e 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/Nm³)
 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.

CEN/TS 13649: 2014, Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds - Sorptive sampling method followed by solvent extraction or thermal desorption

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 [...].

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.