

5.1 STAALVOORBEREIDING

De actieve kool wordt gedurende 30 minuten op een schudtafel gedesorbeerd met koolstofdissulfide (CS₂). Indien de berekening wordt uitgevoerd met behulp van relatieve responsfactoren dient er een geschikte interne standaard toegevoegd te worden aan de desorptievloeistof.

5.2 ANALYSE

De analyse van de vluchtige organische stoffen gebeurt met behulp van een gaschromatograaf. Na injectie van het geëxtraheerde staal, worden de onbekenden door middel van (helium) draaggas doorheen de capillaire kolom naar de detector gebracht. Typische GC instellingen staan in tabel 2.

tabel 2: Typische instellingen van een GC-MS voor bepaling van VOS

<u>GC-instellingen</u>	
Dragergas en debiet	: Helium, 1,5 ml/min (constant flow mode)
Injectietemperatuur	: 230 °C
Interfacetemperatuur	: 225 °C
<u>Temperatuursprogrammatie</u>	
40 °C	: 5 min
40°C → 160°C	: 14 °C/min
160°C → 240°C	: 50 °C/min
240°C	: 0,83 min
<u>Injectie</u>	
Mode	: Split
Injectievolume	: 1 µl
Split ratio	: 1/20
<u>Kolomspecificaties</u>	
	: RTX 502.2 (100% dimethylpolysiloxaan); 30 m x 0.25 mm x 1,4 µm
<u>MS-Instellingen</u>	
Brontemperatuur	230 °C
Scan instellingen	35 - 250 a.m.u.

Identificatie gebeurt op basis van (relatieve) retentietijden (chromatografische scheiding) en aan de hand van de relatieve intensiteiten van de gemeten ionen. Indien de bepaling uitgevoerd wordt met een niet component specifieke detector gebeurt de identificatie enkel op basis van (relatieve) retentietijd. De (relatieve) retentietijden van de componenten en de relatieve intensiteiten van de ionen worden experimenteel bepaald en zijn toestelafhankelijk. Hiertoe worden kalibratiestandaarden in analysereeksen met onbekende extractie-oplossingen geplaatst. Monsters en standaardoplossingen worden in identieke omstandigheden geanalyseerd.

Voor een kwantitatieve bepaling moet in de kalibratie op minstens 5 verschillende concentratieniveaus een kalibratieoplossing gebruikt worden binnen het werkgebied. De bepalingsgrens moet van die aard zijn dat 0,1 x EGW (0,01 x EGW na bemonstering met verdunning) bepaald kan worden.

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. 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.

5.3 BEREKENINGEN

De berekeningen om van chromatografische piekoppervlakte luchtconcentraties te bekomen kunnen uitgevoerd worden met relatieve responsfactoren of met regressie. Beide berekeningswijzen kunnen toegepast worden voor interne en externe standaardisatie. In een eerste stap wordt de massa gedesorbeerd stof bepaald, nadien met behulp van de bemonsteringsgegevens de luchtconcentratie.

5.3.1 KALIBRATIE MET RELATIEVE RESPONSFACTOREN

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

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

met	RRF _x	:	relatieve responsfactor stof x
	A _x	:	piekoppervlakte 1 ^e of 2 ^e ion (m/z) van de stof x
	C _x	:	concentratie stof x in de standaardoplossing (µg/g)
	C _{IS}	:	concentratie inwendige standaard in de standaardoplossing (µg/g)
	A _{IS}	:	piekoppervlakte 1 ^e of 2 ^e ion (m/z) van de inwendige standaard

Hoeveelheid stof op actieve kool:

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

met	m _x	:	massa stof x op actieve kool (µg)
	A _x	:	piekoppervlakte 1 ^e of 2 ^e ion (m/z) van stof x
	m _{IS}	:	massa inwendige standaard in de standaardoplossing (µg)
	A _{IS}	:	piekoppervlakte 1 ^e of 2 ^e ion (m/z) van de inwendige standaard
	D.E. _x	:	desorptie - efficiëntie (%) stof x
	RRF _x	:	relatieve responsfactor stof x

Het bekomen resultaat wordt gecorrigeerd voor het desorptierendement.

5.3.2 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 of 2 ^e ion (m/z) van stof x
	m _x	:	massa van stof x in het geïnjecteerde extract
	f _x	:	richtingscoëfficiënt van de kalibratierechte

b_x : intercept van de kalibratierechte

Als volgens de interne standaard methode wordt gewerkt, worden zowel piekoppervlakte als berekende massa gecorrigeerd voor de waarden van de interne standaard.

De massa van specifieke stoffen 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.

5.3.3 GEMETEN CONCENTRATIES 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 monstervolume (mbar)
 T : temperatuur gemeten bij monstervolume (°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 KWALITEITSPARAMETERS

Een samenvatting van de kwaliteitsvereisten wordt gegeven in compendiummethode LUC/0/005.

7 PRESTATIEKENMERKEN EN MEETONZEKERHEID

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 WAC/VI/A/001.

De meetonzekerheid dient bepaald te worden conform methode WAC/VI/A/002.

8 REFERENTIES

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, <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 gasstroom, <http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-lucht>

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC), WAC/6/A/001), Prestatiekenmerken, <https://emis.vito.be/nl/lne-erkenningen-water>

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC), WAC/6/A/002), Meetonzekerheid, <https://emis.vito.be/nl/lne-erkenningen-water>

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) - Methodes LUC/IV/001 t.e.m. 010:

- Methode LUC/IV/001: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde aromatische koolwaterstoffen met GC-MS
- Methode LUC/IV/002: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde alifatische halogeenkoolwaterstoffen met GC-MS
- Methode LUC/IV/003: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde glycolethers met GC-MS
- Methode LUC/IV/004: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde esters en acrylaten met GC-MS
- Methode LUC/IV/005: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde olefinische koolwaterstoffen met GC-MS
- Methode LUC/IV/006: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde paraffinische koolwaterstoffen met GC-MS
- Methode LUC/IV/007: De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde ketonen met GC-MS
- Methode LUC/IV/008: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde ethers met GC-MS
- Methode LUC/IV/009: De kwantitatieve bepaling van de op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde alcoholen met GC-MS
- Methode LUC/IV/010: De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde dimethylformamide met GC-MS

<http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-lucht>

Geyskens, F., et al . 2018. Gecombineerde methode voor de kwantitatieve bepaling van op actief kool geadsorbeerde Vluchtige Organische Stoffen met GC-MS – Validatierapport. 2018/MRG/R/1748.

<https://emis.vito.be/nl/lnelucht/onderzoeksrapporten>

VLAREL

Besluit van de Vlaamse Regering tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu

<http://navigator.emis.vito.be/milnav-consult/consultatieLink?wettekstId=38542&appLang=nl&wettekstLang=nl>

VLAREM II

Besluit van de Vlaamse regering van 1 juni 1995 houdende algemene en sectorale bepalingen inzake milieuhygiëne

<http://navigator.emis.vito.be/milnav-consult/consultatieLink?wettekstId=263&appLang=nl&wettekstLang=nl>