Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021

http://www.emis.vito.be

Kwalitatieve GC screening

INHOUD

1 TOEPASSINGSGEBIED ____ 3

2 PRINCIPE ____ 3

3 OPMERKINGEN ____ 3

4 APPARATUUR EN MATERIAAL ____ 4

4.1 Apparatuur 4

4.2 Materiaal 4

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN ____ 4

5.1 Reagentia 4

5.2 Oplossingen 5

6 PROCEDURE ____ 5

6.1 Extractie van de organische verbindingen 5

6.1.1 Headspace analyse ____ 6

6.1.2 Vloeistof-vloeistofextractie (neutraal) ____ 6

6.1.3 Vloeistof-vloeistofextractie (zuur/base) ____ 6

6.1.4 Vaste fase extractie (neutraal) ____ 7

6.1.5 Vaste fase extractie (zuur/base) ____ 7

6.2 GC-MS analyse 7

6.2.1 GC-MS instellingen ____ 7

6.2.2 Tuning van de MS ____ 9

6.2.3 Data aquisitie ____ 9

6.3 Data analyse en interpretatie 9

7 KWALITEITSCONTROLE ____ 10

7.1 Procedureblanco 10

7.2 Controle van de extractie 10

7.3 Testen van de kolomkwaliteit 10

7.4 Controle van de kwaliteit van het geregistreerde spectrum 11

7.5 Controle van de identificatieprocedure 11

7.6 Controle op het goede verloop van de analyse 11

8 RAPPORTERING ____ 11

9 REFERENTIES ____ 11

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021
http://www.emis.vito.be
emis

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021

http://www.emis.vito.be

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure is nieuw en beschrijft een werkwijze voor de identificatie van de aanwezige gaschromatografeerbare organische verbindingen in oppervlaktewater, grondwater, drinkwater en afvalwater.

Alleen die verbindingen die voldoende thermische stabiliteit bezitten en in een gaschromatograaf te vervluchtigen zijn bij een temperatuur lager of gelijk aan 300°C, zijn identificeerbaar. In de regel zijn het apolaire of semipolaire verbindingen met een beperkt moleculair gewicht (< 500 g/mol).

De gebruikte techniek laat de bepaling van de identiteit van de organische verbindingen toe vanaf een concentratieniveau van 0.001 tot 0.1 mg/l, afhankelijk van de component en het type staal.

2 PRINCIPE

De watermonsters worden gëxtraheerd door middel van vloeistof-vloeistofextractie of vaste fase extractie.
Bestaat het vermoeden van de aanwezigheid van vluchtige verbindingen, dan wordt voorafgaandelijk de dampfase (headspace) van het monster geanalyseerd.

Het bekomen extract en eventueel de opgetrokken dampfase wordt ingespoten in een gaschromatograaf, uitgerust met een massaspectrometrische detector. De opname gebeurt in full scan electron impact modus. De identificatie gebeurt m.b.v. de op het datastation aanwezige bibliotheken van organische verbindingen. Er wordt geen kwantificering uitgevoerd, enkel de identiteit van de 20 grootste componenten wordt gerapporteerd.

3 OPMERKINGEN

- Voor de bewaringscondities en –termijnen van de monsters wordt verwezen naar de algemene procedure voor monstervoorbehandeling (WAC/I/A/010). De extracten worden binnen de 40 dagen geanalyseerd (EPA 1625: 1991). Indien het vermoeden bestaat van verontreiniging met vluchtige organische verbindingen dan dient de headspace-analyse binnen de 7 dagen te gebeuren.
- De toegeleverde monsters bevatten potentieel schadelijke en toxische verbindingen. De behandeling van de monsters gebeurt steeds met de nodige voorzichtigheid. Het dragen van handschoenen en het gebruik van een ventilatiekast bij de behandeling van de monsters is aangewezen.
- De in de procedure vermelde extractiesolventen zijn schadelijk. Langdurige blootstelling aan het solvent dient vermeden te worden.

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021

http://www.emis.vito.be

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 APPARATUUR

- Gaschromatograaf (GC of GCXGC) met split/splitless, on column of PTV injector, uitgerust met een massaspectrometrische detector en bij voorkeur een injectie-automaat
- Headspace toestel
- Bovenweger met een afleesnauwkeurigheid van 0.01 g
- Analytische balans met een afleesnauwkeurigheid van 0.1 mg
- Ultrasoonbad
- Droogoven
- Apparatuur voor vaste fase extractie, bv. vacuumafzuigeenheid voor SPE-patronen, of een disk-extractor opstelling voor diskextractie

4.2 MATERIAAL

- Analytische kolom voor vluchtige verbindingen: capillaire kolom met apolaire of semipolaire, chemisch gebonden fase, geschikt voor de analyse van vluchtige verbindingen
- Analytische kolom voor matig vluchtige verbindingen: capillaire kolom met apolaire stationaire fase en lage bleeding karakteristieken, bv. DB-5MS of gelijkwaardig, 60m x 0.25 mm x 0.25 µm. De kolom dient een voldoende scheidend vermogen te hebben; het scheidend vermogen kan nog opgevoerd worden door toepassing van comprehensive tweedimensionale chromatografie toegepast. Ook kan deconvolutie toegepast worden om componenten te identificeren die niet volledig gescheiden zijn
- Glazen monsternameflesjes van bv. 10 ml met crimp cap en rubberen septum met PTFE coating (headspace vial)
- Gebruikelijk laboratoriumglaswerk
- Adsorbens voor vaste fase extractie, bv. 6 ml (500 mg) SPE patronen met polystyreen-divinylbenzeen, of andere geschikte extraction disks of in-line extractiepatronen

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

5.1 REAGENTIA

- Aceton: residu-analyse kwaliteit
- Dichloormethaan (DCM),CH_2Cl_2: residu-analyse kwaliteit
- Methanol, isopropanol: residu-analyse kwaliteit
- Desorptievloeistof vaste-fase extractie: dichloormethaan, aceton of THF
- Natriumsulfaat, Na_2SO_4: granulair en watervrij; een geopende verpakking wordt uitgegoten in een schaal en bewaard bij 130°C in een droogoven
- Waterstofchloride, HCl: geconcentreerd, pro analyse kwaliteit (p.a.)
- Natriumhydroxide, NaOH p.a.
- Ultrapuur water: 18 Mohm.cm kwaliteit

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021

- Interne standaard ter controle van het goede verloop van de analyse: 4,4'-dibroombifenyl p.a. of een andere apolaire, matig vluchtige en stabiele verbinding, eventueel isotoopgemerkt.
- 4-bromofluorobenzeen (BFB), voor de controle van de massaspectrometer: in handel verkrijgbaar als moederoplossing
- Grob testmengsel; dit mengsel bevat volgende verbindingen in concentraties van bv. 400 mg/l in dichloormethaan:

methyldecanoaat	n-undecaan	2,6-dimethylaniline
methylundecanoaat	1-octanol	2,6-dimethylfenol
methyldodecanoaat	nonanal	dicyclohexylamine
n-decaan	2,3-butanediol	2-ethylhexaanzuur

- Methanol, isopropanol: residu-analyse kwaliteit

5.2 OPLOSSINGEN

- Interne standaard: maak een oplossing van de interne standaard in een watermengbaar solvent (bv. methanol of isopropanol) met een concentratie van bv. 500 mg/l
- Controle van de massaspectrometer 4-bromofluorobenzeen (BFB): maak uitgaande van de aangekochte moederoplossing een werkoplossing van bv. 50 mg/l BFB in DCM
- NaOH 6N oplossing: los 4 g NaOH op in een weinig water en leng nadien aan met water tot 100 ml

6 PROCEDURE

6.1 EXTRACTIE VAN DE ORGANISCHE VERBINDINGEN

Bestaat het vermoeden van verontreiniging met vluchtige verbindingen (geur, aanwijzing klant, ...) dan wordt voorafgaandelijk aan de extractie een headspace analyse uitgevoerd om de vluchtige verbindingen te identificeren.

De extractie van watermonsters gebeurt met vloeistof-vloeistofextractie of met een vaste fase extractie. Hieronder wordt een off-line vaste fase extractie beschreven met SPE-kolommetjes. Alternatief kan ook disk-extractie en in-line extractie toegepast worden.

De extractie kan zowel bij neutraal (bij pH 7) als zuur/base (bij pH 2 en pH 11) uitgevoerd worden. In het laatste geval kan een hoger extractierendement bekomen worden voor zure en basische verbindingen (bv. organische zuren en amines).

Opmerking:

Deelmonstername (waarbij slechts een deel van de flesinhoud gebruikt wordt) is toegestaan, zowel bij vloeistof/vloeistof-extractie als bij vaste fase extractie, op voorwaarde dat aan het waterstaal een watermengbaar solvent (methanol >5% of bv. isopropanol >15%) als additief toegevoegd wordt om de componenten van de glaswand en van de eventueel aanwezige gesuspendeerde deeltjes te verwijderen. Belangrijk bij deelstaalname is dat de toegepaste werkwijze vooraf gevalideerd wordt; de terugvinding van de componenten kan immers beïnvloed worden door o.a. de contacttijd tussen staal en additief, het volume ingenomen staal, het aantal extracties, etc. Aanbevolen wordt om te extraheren met minstens 2 keer 5 ml. In geval van vaste fase extractie dient in het bijzonder het

http://www.emis.vito.be

doorbraakvolume gecontroleerd te worden, aangezien dit variëert in functie van het gekozen additief en het type, merk en hoeveelheid adsorbens

6.1.1 HEADSPACE ANALYSE

Een hoeveelheid van het watermonster (bv. 5 ml) wordt in een glazen monsternameflesje (headspace vial). Het flesje wordt afgesloten met een septum met PTFE coating en een crimp cap. Het geheel wordt in de headspace-monsterwisselaar geplaatst en gedurende bv. 10 min. opgewarmd bij bv. 70°C. Daarna wordt de dampfase van het monster in de gaschromatograaf geïnjecteerd. Voor een gedetailleerde beschrijving van de methode wordt verwezen naar WAC/IV/A/016).

6.1.2 VLOEISTOF-VLOEISTOFEXTRACTIE (NEUTRAAL)

De extractie wordt uitgevoerd met dichloormethaan. Breng de volledige inhoud van de monsterfles (bv. 500 ml) in een scheitrechter en voeg een geschikte hoeveelheid interne standaard oplossing toe (bv. 10 µl). Voeg hieraan bv. 30 ml dichllormethaan toe waarmee voorafgaandelijk de monsterfles gespoeld werd.

Schud het geheel krachtig gedurende 5 minuten (of 30 min op de schudbank). Laat de fasen ontmengen en zonder vervolgens de dichloormethaanfase af. Indien als gevolg van emulsievorming onvoldoende scheiding optreedt, kan de scheiding bevorderd worden door toevoegen van zout, door centrifugeren of door invriezen.

Droog de dichloormethaanfractie door deze te laten percoleren doorheen ca. 3 g Na_2SO_4 (watervrij). Damp het extract vervolgens onder een zachte stikstofstroom in tot een eindvolume van 1 ml. Tijdens deze indampstap gaan de meest vluchtige verbindingen verloren, wat voorafgaandelijke headspace analyse noodzakelijk maakt in geval dat verontreiniging met vluchtige verbindingen verwacht wordt. Indien groot-volume injectie toegepast wordt dan wordt niet ingedampt (of ingedampt naar een groter volume).

6.1.3 VLOEISTOF-VLOEISTOFEXTRACTIE (ZUUR/BASE)

Breng de volledige inhoud van de monsterfles (bv. 500 ml) in een scheitrechter en voeg een geschikte hoeveelheid interne standaard oplossing toe (bv. 10 µl). Voeg NaOH 6N toe tot pH 11. Voeg bv. 30 ml dichloormethaan toe waarmee voorafgaandelijk de monsterfles gespoeld werd. Schud het geheel krachtig gedurende 5 minuten (of 30 min op de schudbank). Laat de fasen ontmengen en zonder vervolgens de dichloormethaanfase af. Indien als gevolg van emulsievorming onvoldoende scheiding optreedt, kan de scheiding bevorderd worden door toevoegen van zout, door centrifugeren of door invriezen.

Zuur de waterfase aan tot pH 2 door toevoegen van HCl. Voeg opnieuw bv. 30 ml dichloormethaan toe en schud het geheel krachtig gedurende 5 minuten (of 30 min op de schudbank). Laat de fasen ontmengen en zonder vervolgens de dichloormethaanfase af.

Droog de gecombineerde dichloormethaanfractie door deze te laten percoleren doorheen ca. 3 g Na_2SO_4 (watervrij). Damp het extract vervolgens onder een zachte stikstofstroom in tot een eindvolume van 1 ml. Tijdens deze indampstap gaan de meest vluchtige verbindingen verloren, wat voorafgaandelijke headspace analyse noodzakelijk maakt in geval dat verontreiniging met vluchtige verbindingen verwacht wordt. Indien groot-volume injectie toegepast wordt dan wordt niet ingedampt (of ingedampt naar een groter volume).

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021
http://www.emis.vito.be
emis

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021

http://www.emis.vito.be

6.1.4 VASTE FASE EXTRACTIE (NEUTRAAL)

Gebruik voor de extractie 500 mg adsorbens. Was het adsorbens: voeg 10 ml aceton toe en laat gedurende minstens 3 minuten inwerken, elueer dmv vacuum. Droog het adsorbens door gedurende 1 minuut vacuum te zuigen. Herhaal de bovenstaande procedure nog 1 keer.
Breng vervolgens 10 ml methanol op het adsorbens en laat 3 minuten inwerken. Zuig vacuum tot het solventniveau 1 mm boven het adsorbens staat. Voeg 25 ml ultrapuur water toe en trek vacuum. Onderbreek het vacuum wanneer het waterniveau 1 mm boven het adsorbens staat (laat het adsorbens niet droogkomen).
Voeg een geschikte hoeveelheid van de interne standaard oplossing toe aan het monster en breng de volledige inhoud van de monsterfles (bv. 500 ml) op het adsorbens; trek vacuum en vang het filtraat op.
Droog het adsorbens door gedurende 10 minuten lucht doorheen het adsorbens te zuigen. Breng 10 ml desorptievloeistof (waarmee de monsterfles nagespoeld werd) op het adsorbens en laat gedurende 3 minuten inwerken. Zuig vacuum en vang het eluaat op. Herhaal de desorptiestap met nog tweemaal 5ml desorptievloeistof.
Droog het gecombineerde extract door dit te laten percoleren doorheen ca. 3 g Na_2SO_4 (watervrij) en damp het vervolgens in tot een eindvolume van 1 ml. Indien groot-volume injectie toegepast wordt dan wordt niet ingedampt (of ingedampt naar een groter volume).

6.1.5 VASTE FASE EXTRACTIE (ZUUR/BASE)

Voeg een geschikte hoeveelheid van de interne standaard oplossing toe aan het monster en breng de volledige inhoud van de monsterfles (bv. 500 ml) op pH groter of gelijk aan 11 door additie van NaOH 6N.
Gebruik voor de extractie 500 mg adsorbens. Was het adsorbens: voeg 10 ml aceton toe en laat gedurende minstens 3 minuten inwerken, elueer dmv vacuum. Droog het adsorbens door gedurende 1 minuut vacuum te zuigen. Herhaal de bovenstaande procedure nog 1 keer.
Breng vervolgens 10 ml methanol op het adsorbens en laat 3 minuten inwerken. Zuig vacuum tot het solventniveau 1 mm boven het adsorbens staat. Voeg 25 ml ultrapuur water toe en trek vacuum. Onderbreek het vacuum wanneer het waterniveau 1 mm boven het adsorbens staat (laat het adsorbens niet droogkomen).
Breng het basisch gemaakte monster op het adsorbens en trek vacuum; vang het filtraat op. Droog het adsorbens door gedurende 10 minuten lucht doorheen het adsorbens te zuigen. Breng 10 ml desorptievloeistif (waarmee de monsterfles naspoeld werd) op het adsorbens en laat gedurende 3 minuten inwerken. Zuig vacuum en vang het eluaat op. Herhaal de desorptiestap met nog tweemaal 5 ml desorptievloeistof, combineer de eluaten en zet opzij.
Voeg aan het filtraat van het watermonster HCl toe tot de pH 2 bedraagt. Herhaal hiermee, zoals hierboven beschreven staat, de volledige vaste fase extractie met hergebruik van het adsorbens, vanaf de conditioneringsstap met methanol. Voeg het zure extract bij deze van de basische extractie.
Droog het gecombineerde extract door dit te laten percoleren doorheen ca. 3 g Na_2SO_4 (watervrij) en damp het vervolgens in tot een eindvolume van 1 ml. Indien groot-volume injectie toegepast wordt dan wordt niet ingedampt (of ingedampt naar een groter volume).

6.2 GC-MS ANALYSE

6.2.1 GC-MS INSTELLINGEN

Hieronder zijn typische instellingen voor de gaschromatograaf en de massaspectrometer weergegeven.

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021

http://www.emis.vito.be

GC-instellingen

Kolom	DB-5MS of equivalent, bv. 60m x 0.25mm x 0.25 µm
Draaggas en modus	Helium, constant flow 0.7-1 ml/min
Interfacetemperatuur	280°C
Split vent	50 ml/min

MS-instellingen

Brontemperatuur	230°C
Electronenenergie	70 eV
Scan range	29-500 m/z
Solvent delay	6 min (vloeistofinjectie), 0 min (headspace)
Quadrupooltemperatuur	150°C

Injectie

Vloeistofinjectie

Modus	Splitless (1 min)
Injectietemperatuur	300°C
Injectievolume	1 µl vloeistof

Headspace (loopinjectie)

oventemperatuur	70°C
looptemperatuur	80°C
transfer line temp	90°C
vial pressurization	100 kPa
vial equilibr. time	10 min
pressurization time	0.13 min
loop fill time	0.15 min
loop equilibr.time	0.02 min
injection time	1.0 min
loop volume	1 ml

Temperatuursprogrammatie

solvent: aceton (of THF)

50°C	isotherm gedurende 1 min
50°C→300°C	10°C / min
300°C	isotherm gedurende 19 min
totale duur	45 min

solvent : DCM

40°C	isotherm gedurende 1 min
40°C → 300°C	10°C / min
300°C	isotherm gedurende 18 min
totale duur	45 min

headspace:

35°C → 250°C	10°C/min
totale duur	21.5 min

Opmerkingen:

- Voor de bepaling van de matig vluchtige verbindingen wordt bij voorkeur gebruik gemaakt van een apolaire kolom van minstens 50 m lengte. De temperatuursprogrammatie dient van die aard te zijn dat n-C40 nog gedetecteerd wordt. In geval van comprehensive tweedimensionale chromatografie (GCxGC) kunnen ook kortere kolommen gebruikt worden

- voor de bepaling van de vluchtige componenten wordt een kolom gebruikt die geschikt is voor de analyse van vluchtige verbindingen (zie WAC/IV/A/016)
- de massaspectra worden gescand vanaf m/z 29; enerzijds wordt op deze manier vermeden dat stikstofmoleculen mee gemeten worden, anderzijds wordt m/z 31 mee gemeten welke een belangrijke massa is voor de identificatie van alcoholen.

6.2.2 TUNING VAN DE MS

Voorafgaandelijk aan de analyses wordt de massaspectrometer ingesteld naar de onderstaande relatieve respons voor enkele typische massa's van PFTBA (perfluorotributylamine) :

m/z	relatieve intensiteit
69	100 %
219	±45 %
502	±2.5 %

De tuning kan manueel of automatisch verlopen.

6.2.3 DATA AQUISITIE

Voor de werkwijze wordt verwezen naar de handleiding van het gebruikte apparaat.

6.3 DATA ANALYSE EN INTERPRETATIE

Het chromatogram wordt geïntegreerd. De pieken die aanwezig zijn in de procedureblanco worden geschrapt, tenzij ze in het staal voorkomen in aanzienlijk hogere concentraties dan in de procedureblanco. Van de overblijvende pieken worden de grootste 20 geïdentificeerd dmv een library search. Indien het wenselijk is om een zuiverder spectrum te bekomen, kan het massaspectrum genomen aan de voet van de piek afgetrokken worden van het massaspectrum genomen op de top van de piek.

Bij de library search wordt, gebruik makend van het in de software aanwezige algoritme, het bekomen massaspectrum van een onbekende vergeleken met de massaspectra aanwezig in de bibliotheken van het datastation (forward search) of omgekeerd wordt nagegaan in welke mate spectra aanwezig in de bibliotheken deel uitmaken van het geregistreerde spectrum van de onbekende (reversed sesearch). Indien beide zoekmogelijkheden aanwezig zijn in de software van het toestel dan wordt aan reversed search de voorkeur gegeven. In volgorde van de mate van overeenkomst tussen geregistreerd spectrum en in de bibliotheek aangetroffen spectrum wordt door het datastation een opsomming gegeven van mogelijke kandidaat verbindingen samen met een waarde die de mate van overeenkomst weergeeft (match factor).

Interpreteer de resultaten van de library search:

- vergelijk voor de grootste 20 pieken het geregistreerde spectrum met de beste keuzes uit de bibliotheek. Het kan gebeuren dat de eerste keuze niet de beste is, bv. omdat een specifieke m/z aanwezig voor het monster niet teruggevonden wordt in het spectrum van de eerste keuze maar wel in de daaropvolgende spectra
- zijn voor éénzelfde verbinding verschillende plaatsisomeren mogelijk dan wordt in het verslag het isomeer niet vermeld behalve indien de match factoren gevoelig verschillen (> 10 %) of indien op basis van de retentietijd hierover uitsluitsel gegeven kan worden
- hetzelfde geldt voor verbindingen die tot een welbepaalde klasse behoren en weinig specifieke massaspectra geven zoals bv. alkanen, (gealkyleerde) polyaromaten, alkylftalaten, alkylbenzenen, enz. In het verslag wordt bij identificatie van dergelijke verbindingen alleen

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021
http://www.emis.vito.be
emis

de klassenaam vermeld tenzij op basis van het spectrum of op basis van de retentietijd uitsluitsel over de ware identiteit kan gegeven worden. Vermeld eventueel het koolstofgetal
- probeer zoveel mogelijk triviale namen te gebruiken (eventueel vergezeld van de IUPAC benaming) en vermeld het CAS-nummer. Tracht ook de verbinding te duiden (bv. “desethylatrazine, atrazine metaboliet”)
- componenten waarvoor geen goede match bekomen wordt, worden gerapporteerd als “niet-geïdentificeerd”.

7 KWALITEITSCONTROLE

7.1 PROCEDUREBLANCO

Analyseer een blanco monster (bv. Spa water) op dezelfde manier als de stalen.

De chromatogrammen van de blanco’s mogen enkel pieken bevatten die behoren bij typische reagens- en solventonzuiverheden (bv. ftalaten, vetzuren, lineaire alcoholen,…). Componenten die aanwezig zijn in de procedureblanco worden niet beschouwd bij de data analyse van de stalen, tenzij ze in de stalen voorkomen in minstens 10 keer hogere concentratie dan in de blanco.

7.2 CONTROLE VAN DE EXTRACTIE

De toegepaste extractiewijze dient vooraf gevalideerd te worden aan de hand van een blanco watermonster dat gedopeerd wordt met enkele kritische componenten. Maak daartoe in een polair solvent een doperingsoplossing aan van pentachlorophenol, dibenzylamine, disulfoton en stigmasterol. Dopeer een blancowatermonster met deze oplossing zodat een concentratie bekomen wordt van ca. 5 µg/l water per component. Alle gedopeerde componenten dienen na analyse teruggevonden te worden en dienen correct geïdentificeerd te zijn.

7.3 TESTEN VAN DE KOLOMKWALITEIT

Op regelmatige basis en na elke ernstige instrumentele ingreep wordt de kwaliteit van de kolom getest. Dit gebeurt aan de hand van het Grobmengsel.

Voor elk van de in het mengsel aanwezige verbindingen dient een signaal bekomen te worden. Mogelijk wordt voor sommige verbindingen een onvoldoend groot signaal of piekdistortie waargenomen, wijzend op adsorptie-activiteit in de kolom voor die klasse van verbindingen. Worden één of meerdere verbindingen uit het mengsel niet meer waargenomen in het chromatogram dan is de kolom aan vervanging toe.

Tegelijk kan het scheidingsgetal geregistreerd worden, dat een maat is voor het scheidend vermogen (resolutie) van de kolom. Men kan hiervoor bv. het gemiddelde nemen van het scheidingsgetal bepaald uitgaande van de paren methyldecanoaat/methylundecanoaat en methylundecanoaat/methyldodecanoaat. Het scheidingsgetal wordt gegeven door:

$$SG = \frac{tR(2) - tR(1)}{w1/2(2) + w1/2(1)} - 1$$

waarbij:

SG	scheidingsgetal
tR	retentietijd
w1/2	piekbreedte op halve hoogte

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021
http://www.emis.vito.be
emis

Ministerieel besluit van 22 januari 2021 --- Belgisch Staatsblad van 03 februari 2021

7.4 CONTROLE VAN DE KWALITEIT VAN HET GEREGISTREERDE SPECTRUM

Injecteer bij elke analysereeks 1 µl van de BFB oplossing, neem het chromatogram op en registreer het massaspectrum voor BFB. Het spectrum dient aan volgende criteria te voldoen:

m/z	intensiteit
50	15-40 % van m/z 95
75	30-60 % van m/z 95
95	100 %
96	5-9 % van m/z 95
173	< 2 % van m/z 174
174	> 50 % van m/z 95
175	5-9 % van m/z 174
176	95-101 % van m/z174
177	5-9 % van m/z 176

Indien aan deze criteria niet voldaan kan worden (één enkele afwijking is toegestaan) dan dient de massaspectrometer opnieuw getuned of gereinigd te worden.

7.5 CONTROLE VAN DE IDENTIFICATIEPROCEDURE

Identificeer de pieken in het voor het Grobmengsel verkregen chromatogram dmv library search. De 12 verbindingen van het Grobmengsel dienen juist geïdentificeerd te zijn.

7.6 CONTROLE OP HET GOEDE VERLOOP VAN DE ANALYSE

De terugvinding van de interne standaard (verhouding tussen piekoppervlakte van de IS in het staal en in de blanco) kan gebruikt worden om het goede verloop van de analyse te controleren.

8 RAPPORTERING

Rapporteer de grootste 20 pieken in elk staalchromatogram (zie ook 6.3).

9 REFERENTIES

- EPA 1625: 1991; Semivolatile Organic Compounds – Isotope Dilution

http://www.emis.vito.be