Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

# De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde esters en acrylaten met GC-MS

# INHOUD

**1 Toepassingsgebied** 3

**2 Principe** 4

**3 Bemonsteringsprocedure** 4

*3.1 Condities Monstername* 4

*3.2 Stabiliteit* 5

*3.3 Doorbraak* 6

*3.4 Monstervoorbereiding* 7

3.4.1 Extractie 7

3.4.2 Desorptierendement 7

**4 Analyseprocedure** 8

*4.1 Apparatuur* 8

*4.2 Reagentia* 8

*4.3 Validatiecondities voor de bepaling van esters en acrylaten* 8

*4.4 Aantoonbaarheidsgrens* 9

*4.5 Meetonzekerheid* 9

*4.6 Identificatie* 9

*4.7 Kwantitatieve bepaling* 10

**5 Berekeningen** 11

*5.1 Kalibratie met relatieve responsfactoren* 11

*5.2 Kalibratie met kalibratierechten* 11

*5.3 Gemeten concentratie in emissie* 12

**6 Referenties** 13

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

emis

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

# 1 TOEPASSINGSGEBIED

In deze methode staat de bepaling van esters en acrylaten in emissies (matrix lucht) beschreven.

De esters en acrylaten waarvoor deze methode van toepassing is, zijn in Tabel 1 weergegeven. De componenten zijn een selectie van de gereglementeerde esters en acrylaten 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. Sec-Butylacetaat kan gemeten worden volgens dezelfde methode. Vinylacetaat kan ook met deze methode gemeten worden, maar de bewaartermijn is zeer beperkt. Methylmethacrylaat werd mee gevalideerd in deze methode maar maakt geen deel uit van parameterpakket L6.

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

*Tabel 1: Esters en acrylaten en de overeenkomstige algemene emissiegrenswaarden*

| Component | Algemene EmissieGrensWaarde (EGW) ($mg/Nm^3$) (*) |
|---|---|
| methylacetaat | 100 |
| Ethylacetaat | 150 |
| n-butylacetaat | 150 |
| iso-butylacetaat | 150 |
| t-butylacetaat | 150 |
| methylacrylaat | 20 |
| ethylacrylaat | 20 |
| methylmethacrylaat | 100 |

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

Belangrijke industriële emissiebronnen van esters en acrylaten zijn (Bilsen et al., 1996):

- drukkerijen (vnl. ethylacetaat en n-butylacetaat);
- lakkerijen (vnl. ethylacetaat en n-butylacetaat);
- verf- en inktfabrikanten (vnl. ethylacetaat en n-butylacetaat);
- bedrijven die hout impregneren (vnl. ethylacetaat en n-butylacetaat)
- de farmaceutische industrie (vnl. ethylacetaat en n-butylacetaat)
- de kleefmiddelenindustrie (vnl. ethylacetaat, methylacetaat en n-butylacetaat)
- fabrikanten van minerale producten (vnl. methylmethacrylaat)

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

# 2 PRINCIPE

De esters en acrylaten 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 kwaliteitsvereisten wordt 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.

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

### 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 polluenten 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 validatietesten bij VITO werden actieve koolmonsters beladen met esters en acrylaten en na respectievelijk 1 week en 4 weken stockage in een koelkast (± 4°C) geanalyseerd. De concentratie bij belading bedroeg ± 1 x EGW; het beladingsvolume was gelijk aan ± 10 Nl. 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 (4°C) (*)*

| Component | Recovery (%) | |
|---|---|---|
| | na 1 week stockage | na 4 weken stockage |
| methylacetaat | 100 ± 3 | 99 ± 3 |
| ethylacetaat | 98 ± 2 | 96 ± 3 |
| n-butylacetaat | 100 ± 2 | 100 ± 3 |
| iso-butylacetaat | 100 ± 2 | 100 ± 3 |
| t-butylacetaat | 100 ± 2 | 98 ± 3 |
| methylacrylaat | 101 ± 2 | 94 ± 3 |
| ethylacrylaat | 98 ± 3 | 97 ± 3 |
| methylmethacrylaat | 100 ± 2 | 95 ± 3 |

*Tabel 3 Stabiliteit na 1 week en 4 weken stockage in een koelkast (4°C) (**)*

| Component | Recovery (%) | |
|---|---|---|
| | na 1 week stockage | na 4 weken stockage |
| methylacetaat | 100 ± 3 | 97 ± 2 |
| ethylacetaat | 97 ± 2 | 98 ± 2 |
| n-butylacetaat | 98 ± 3 | 101 ± 2 |
| iso-butylacetaat | 100 ± 3 | 101 ± 2 |
| t-butylacetaat | 103 ± 3 | 103 ± 2 |
| methylacrylaat | 98 ± 3 | 95 ± 2 |
| ethylacrylaat | 101 ± 3 | 104 ± 2 |
| methylmethacrylaat | 99 ± 3 | 97 ± 2 |

(*) belading vanuit een droge gasatmosfeer (vochtgehalte = ± 0.8 % absoluut)
(**) belading vanuit een vochtige gasatmosfeer (vochtgehalte = ±2.1% absoluut)

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

Opmerkingen:

1. 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.
2. 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 niet uitgevoerd; er is geopteerd om een "indicatief doorbraakvolume" te bepalen.

Hiertoe zijn verschillende volumes (15, 30, en 50 l) van een atmosfeer met volgende samenstelling bemonsterd:

- esters en acrylaten : zie Tabel 1
- concentratie : ± 3 x EGW
- vochtgehalte : ± 2.1 % absoluut

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

*Tabel 4: Doorbraakvolume esters en acrylaten*

| Esters en acrylaten | Veilig monsternamevolume (l) (hoeveelheid in back-upsectie < 10% van de totaal beladen hoeveelheid) |
|---|---|
| methylacetaat | 25 |
| ethylacetaat | 40 |
| n-butylacetaat | >50 |
| iso-butylacetaat | >50 |
| t-butylacetaat | >50 |
| methylacrylaat | 45 |
| ethylacrylaat | >50 |
| methylmethacrylaat | >50 |

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 staalname volume bij 10% doorbraak werd bepaald. Sinds 2014 is CEN/TS 13649 van kracht. Hierin is bepaald dat er maximum 5% doorbraak mag zijn. Daarom zijn de veilige staalname 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%

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

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 MONSTERVOORBEREIDING

#### 3.4.1 EXTRACTIE

De actieve kool wordt gedurende 30 minuten op een schudtafel gedesorbeerd met 10 g dichloormethaan/methanol ($D_2M$/MeOH) (95/5). 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 |
| methylacetaat | 101 ± 2 | 104 ± 1 | 96 ± 1 |
| ethylacetaat | 98 ± 1 | 98 ± 2 | 98 ± 1 |
| n-butylacetaat | 97 ± 2 | 94 ± 2 | 96 ± 1 |
| iso-butylacetaat | 97 ± 1 | 95 ± 2 | 97 ± 1 |
| t-butylacetaat | 98 ± 1 | 96 ± 3 | 98 ± 1 |
| methylacrylaat | 80 ± 1 | 87 ± 3 | 86 ± 1 |
| ethylacrylaat | 91 ± 1 | 92 ± 3 | 92 ± 1 |
| methylmethacrylaat | 94 ± 1 | 91 ± 3 | 92 ± 1 |

*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 |
| methylacetaat | 98 ± 1 | 98 ± 2 | 98 ± 2 |
| ethylacetaat | 94 ± 1 | 98 ± 2 | 96 ± 3 |
| n-butylacetaat | 92 ± 1 | 95 ± 2 | 94 ± 1 |
| iso-butylacetaat | 93 ± 1 | 95 ± 2 | 95 ± 3 |
| t-butylacetaat | 94 ± 1 | 93 ± 2 | 95 ± 3 |
| methylacrylaat | 76 ± 1 | 89 ± 3 | 84 ± 2 |
| ethylacrylaat | 86 ± 1 | 89 ± 3 | 90 ± 3 |
| methylmethacrylaat | 90 ± 1 | 93 ± 3 | 90 ± 3 |

(*) het vochtgehalte van de bemonsterde atmosfeer bedroeg ± 0.8% absoluut (droog).
(**) het vochtgehalte van de bemonsterde atmosfeer bedroeg ±2.1% absoluut (vochtig)

http://www.emis.vito.be

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023
http://www.emis.vito.be

# 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

- Ethylacetaat, n-butylacetaat, iso-butylacetaat, t-butylacetaat, methylacrylaat, ethylacrylaat, methylmethacrylaat en methylacetaat met zuiverheid ≥ 99%;
- Dichloormethaan: kwaliteit voor organische sporenanalyse of equivalent;
- Methanol: kwaliteit voor chromatografie of equivalent.

## 4.3 VALIDATIECONDITIES VOOR DE BEPALING VAN ESTERS EN ACRYLATEN

| | | |
|---|---|---|
| Kolomspecificaties | : | RTX 502.2 (100% dimethylpolysiloxaan); 105 m x 0.32 mm x 1 µm |
| GC-instellingen | | |
| Dragergas en debiet | : | Helium, 2 ml/min (constant flow mode) |
| Injectietemperatuur | : | 250 °C |
| Interfacetemperatuur | : | 250 °C |
| Injectie | | |
| Mode | : | Split |
| Injectievolume | : | 1 µl |
| Split ratio | : | 1/25 |
| Temperatuursprogrammatie | | |
| 35°C | : | isotherm gedurende 1 min |
| 35°C →160°C | : | 5° C/min |
| 160°C →200°C | : | 25° C/min |
| 200°C | : | isotherm gedurende 5 min |

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

### 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 gebeurd onder dezelfde condities als de bepaling van het gehalte van de te bepalen component. Deze bepaling gebeurt met behulp van volgende formule:

$L.O.D. = 3 * RG_x / PH_x * g_x$

met L.O.D. : aantoonbaarheidsgrens (detectielimiet)
$RG_x$ : de "peak-to-peak" ruisgrootte aan de voet van de chromatogrampiek van het minst intense ion van component x
$PH_x$ : de piekhoogte van het minst intense ion van component x
$g_x$ : de hoeveelheid geïnjecteerde component x

*Tabel 7: Detectielimiet esters en acrylaten*

| Component | Detectielimiet (pg) |
|---|---|
| methylacetaat | 6 |
| ethylacetaat | 2 |
| n-butylacetaat | 10 |
| iso-butylacetaat | 8 |
| t-butylacetaat | 1 |
| methylacrylaat | 2 |
| ethylacrylaat | 2 |
| methylmethacrylaat | 1 |

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.

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

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

| Esters/Acrylaten / 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) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| methylacetaat (1) | 43 | 74 | 59 | 0.15 | 0.06 | 0.38 |
| ethylacetaat (2) | 43 | 61 | 70 | 0.12 | 0.11 | 0.86 |
| n-butylacetaat (8) | 56 | 73 | 61 | 0.33 | 0.3 | 0.9 |
| iso-butylacetaat (7) | 43 | 56 | 73 | 0.26 | 0.15 | 0.58 |
| t-butylacetaat (4) | 57 | 59 | 101 | 0.73 | 0.48 | 0.65 |
| methylacrylaat (3) | 55 | 85 | 58 | 0.18 | 0.09 | 0.52 |
| ethylacrylaat (5) | 55 | 99 | 73 | 0.08 | 0.07 | 0.93 |
| methylmethacrylaat (6) | 69 | 100 | 99 | 0.51 | 0.09 | 0.18 |

(*) bron: MS NBS bibliotheek

(+) Rtx502.2 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.

### 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 esters en acrylaten 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 |
| methylacetaat | 2.97 | 2.96 | 2.99 | 2.95 | 2.96 | 2.97 ± 0.02 |
| ethylacetaat | 3.15 | 3.19 | 3.20 | 3.16 | 3.16 | 3.17 ± 0.02 |
| n-butylacetaat | 1.61 | 1.66 | 1.67 | 1.65 | 1.65 | 1.65 ± 0.03 |
| iso-butylacetaat | 3.97 | 4.08 | 4.13 | 4.09 | 4.08 | 4.07 ± 0.06 |
| t-butylacetaat | 1.41 | 1.45 | 1.47 | 1.46 | 1.46 | 1.45 ± 0.03 |
| methylacrylaat | 2.65 | 2.69 | 2.72 | 2.69 | 2.69 | 2.69 ± 0.03 |
| ethylacrylaat | 3.06 | 3.16 | 3.21 | 3.19 | 3.19 | 3.16 ± 0.06 |
| methylmethacrylaat | 1.58 | 1.62 | 1.64 | 1.61 | 1.61 | 1.61 ± 0.03 |

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.

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

- 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 alzo 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 ester/acrylaat x
$A_x$ : piekoppervlakte 1e, 2e of 3e ion (m/z) van de ester/acrylaat x
$C_x$ : concentratie ester/acrylaat x in de standaardoplossing (µg/g)
$C_{IS}$ : concentratie inwendige standaard in de standaardoplossing (µg/g)
$A_{IS}$ : piekoppervlakte 1e, 2e of 3e ion (m/z) van de inwendige standaard

Hoeveelheid ester/acrylaat 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 component x op actieve kool (µg)
$A_x$ : piekoppervlakte 1e, 2e of 3e ion (m/z) van de component x
$m_{IS}$ : massa inwendige standaard in de standaardoplossing (µg)
$A_{IS}$ : piekoppervlakte 1e, 2e of 3e ion (m/z) van de inwendige standaard
$D.E._x$ : desorptie - efficiëntie (%) ester/acrylaat x
$RRF_x$ : relatieve responsfactor ester/acrylaat 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 1e, 2e of 3e ion (m/z) van de component x
$m_x$ : massa van de ester/acrylaat x in het geïnjecteerde extract
$f_x$ : richtingscoëfficiënt van de kalibratierechte
$b_x$ : intercept van de kalibratierechte

http://www.emis.vito.be

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 : monsternamevolume (l) (bij p en T)
p : druk gemeten bij monstername (mbar)
T : temperatuur gemeten bij monstername (°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.

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023
http://www.emis.vito.be
emis

Ministerieel besluit van 16 juni 2023 --- Belgisch Staatsblad van 06 juli 2023

http://www.emis.vito.be

## 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, 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 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.