Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

Bepaling van matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen in water

INHOUD

1 TOEPASSINGSGEBIED 4

2 PRINCIPE 5

2.1 Extractie 5

2.2 Zuivering 5

2.3 Analyse 5

3 OPMERKINGEN 6

4 APPARATUUR EN MATERIAAL 6

4.1 Apparatuur 6

4.2 Materiaal 6

5 REAGENTIA en OPLOSSINGEN 7

5.1 Reagentia 7

5.2 Oplossingen 8

6 PROCEDURE 9

6.1 Extractieprocedure 9

6.2 Zuivering van het extract 10

6.2.1 Zuivering op alumina 11

6.2.2 Zuivering op EnviCarb 11

6.2.3 Zuivering op een zuur/base silicakolom 11

6.2.4 Verwijdering van zwavel met koper 11

6.2.5 Verwijdering van minerale koolwaterstoffen dmv DMSO-partitie 11

6.3 Indampen van het extract 12

6.4 GC/MS-analyse 12

6.4.1 Analysetechniek 12

6.4.2 Kalibratie 12

6.4.3 Identificatie 14

6.4.4 Kwantificering 16

6.5 GC/ECD-analyse 17

6.5.1 Analysetechniek 17

6.5.2 Kalibratie 17

6.5.3 Identificatie 18

6.5.4 Kwantificering 18

7 KWALITEITSPARAMETERS 19

7.1 Responslineariteit 19

7.2 Gaschromatografische scheiding 19

8 Rapportering 20

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

emis

9 REFERENTIES _____ **20**

BIJLAGE A _____ **21**

A.1 : Typische GC/MS-werkvoorwaarden voor de bepaling van matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen *21*

A.2 : Typische GC/MS ionenchromatogrammen van een kalibratiestandaard van matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen *22*

A.3 : Typische GC/ECD-werkvoorwaarden *24*

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

emis

http://www.emis.vito.be Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt procedure WAC/IV/A/015 van juno 2022 en beschrijft een methode voor de extractie, zuivering en analyse van een aantal matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen, zoals polychloorbifenylverbindingen (PCB's), organochloorpesticiden (OCP's) en chloorbenzenen in water. De methode is toepasbaar op grondwater, oppervlaktewater, drinkwater en afvalwater. Onderstaande tabel toont de van toepassing zijnde verbindingen. Verbindingen gemerkt met een * zijn van toepassing voor grondwater geanalyseerd in het kader van Vlarebo.

Tabel 1: lijst van matig vluchtige verbindingen

Polychloorbifenylen:	
2,4,4'-trichloorbifenyl (PCB 28)	2,2',3,4,4',5'-hexachloorbifenyl (PCB 138)
2,2',5,5'-tetrachloorbifenyl (PCB 52)	2,2',4,4',5,5'-hexachloorbifenyl (PCB 153)
2,2',4,5,5'-pentachloorbifenyl (PCB 101)	2,2',3,4,4',5,5'-heptachloorbifenyl (PCB 180)
2,3',4,4',5-pentachloorbifenyl (PCB 118)	
Organochloorpesticiden:	
2,3,5,6-tetrachloornitrobenzeen	dieldrin*
pentachloornitrobenzeen	endrin
alfa-hexachloorcyclohexaan (alfa-HCH)*	alfa-endosulfan*
beta-hexachloorcyclohexaan (beta-HCH)*	beta-endosulfan*
gamma-hexachloorcyclohexaan (gamma-HCH) (lindaan)*	endosulfansulfaat*
delta-hexachloorcyclohexaan (delta-HCH)	trans-chloordaan*
heptachloor	o,p'-DDD*
aldrin*	p,p'-DDD*
telodrin	o,p'-DDE*
isodrin	p,p'-DDE*
alfa-heptachloorepoxide (trans-; endo-; isomer A; CAS 280474-83-9)	o,p'-DDT*
beta-heptachloorepoxide (cis-; exo-; isomer B; CAS 1024-57-3)	p,p'-DDT*
p,p'-methoxychlor	cis-chloordaan*
	p,p'-dicofol
Chloorbenzenen:	
1,2,3-trichloorbenzeen	1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
1,2,4-trichloorbenzeen	1,2,3,5-tetrachloorbenzeen
1,3,5-trichloorbenzeen	pentachloorbenzeen
1,2,3,4-tetrachloorbenzeen	hexachloorbenzeen
Andere:	
hexachloorethaan	1-chloornaftaleen
hexachloorbutadieen	2-chloornaftaleen

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

Opmerkingen:

- Voor p,p'-dicofol kan een minder betrouwbaar gehalte bekomen worden. Het gemeten gehalten kan in dat geval enkel gerapporteerd worden als indicatief.
- De meer vluchtige chloorbenzenen (monochloorbenzeen en de dichloorbenzeenisomeren) worden bepaald met de procedure WAC/IV/A/016, die een purge&trap of headspace preconcentreringsstap inhoudt. Ook trichloorbenzenen kunnen met deze laatste methode bepaald worden.
- De meting gebeurt met GC/MS of GC/ECD waarbij deze laatste techniek enkel voor de analyse van relatief zuivere extracten (drinkwater, grondwater, oppervlaktewater) mag aangewend worden; GC-ECD wordt afgeraden voor de analyse van afvalwater.
- De in de bovenstaande lijst opgenomen PCB's omvatten de zogenaamde "merker" PCB congeneren.
- De bovenstaande verbindingen behoren bijna allemaal tot de lijst van stoffen opgenomen in het publicatieblad van de EG van 04.07.82 (zwarte lijst stoffen).

2 PRINCIPE

2.1 EXTRACTIE

De watermonsters worden na dopering met interne standaard (GC/MS) of surrogaat (GC/ECD) vloeistof/vloeistof geëxtraheerd met hexaan (of een ander alkaan) of met dichloormethaan. De extractie kan ook gebeuren dmv vaste fase extractie (SPE).

2.2 ZUIVERING

In de meeste gevallen kan de zuiveringsstap achterwege gelaten worden. Is er toch een zuivering nodig dan kan dit door de extracten te zuiveren door kolomchromatografie. Indien enkel de PCB's en/of chloorbenzenen geanalyseerd dienen te worden dan kan de zuivering gebeuren op een gecombineerde zuur-base silicakolom. Dienen chloorpesticiden bepaald te worden dan kan de zuivering gebeuren op een kolom gevuld met gedesactiveerde alumina. Afhankelijk van de aard van de interferenties kunnen alternatieve zuiveringen zoals gel permeatie chromatografie (GPC) toegepast worden. Wordt een storende invloed van zwavel waargenomen, dan wordt een bijkomende zuiveringsstap voor de verwijdering van zwavel uitgevoerd.

2.3 ANALYSE

Aan de ingedampte extracten wordt een recovery standaard toegevoegd. De extracten worden geanalyseerd met een gaschromatograaf uitgerust met een massaspectrometrische detector (GC-MS) of met een electroneninvangdetector (GC/ECD).

- In geval van GC/MS gebeurt de detectie in SIM of full scan modus. De identificatie gebeurt aan de hand van de retentietijden in de ionenchromatogrammen en door vergelijking van de relatieve intensiteiten van de m/z signalen van chloorisotoopclusters. De kwantificering gebeurt door integratie van de piekoppervlakken behorend bij de chromatogrammen van de meest intense ionen. De kwantificering volgens de interne standaard-methode laat toe automatisch en accuraat de verliezen in rekening te brengen die in de extractie-, zuiverings-, indamp- en injectiestap van de analyse kunnen optreden. Door toevoegen van een zgn. recovery-standaard juist voor de instrumentele meting kan men de terugvindingsrendementen van de afzonderlijke interne standaarden bepalen.

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

Alternatief kan GC-MS/MS (SRM) gebruikt worden voor de meting in plaats van GC-MS. Voor de ionentransities wordt verwezen naar WAC/IV/A/006.

- In geval van GC/ECD gebeurt de analyse op 2 kolommen van verschillende polariteit. Componenten die op basis van retentietijd geïdentificeerd zijn op de eerste kolom, dienen bevestigd te worden door analyse op de 2de kolom. Alternatief kan ter bevestiging een GC/MS analyse uitgevoerd worden. De interne standaard (mirex) wordt toegevoegd vlak voor de injectie en corrigeert niet voor eventuele verliezen tijdens de staalopwerking. Daarom dient i.f.v. de van toepassing zijnde matrix gecorrigeerd te worden voor de terugvinding op basis van validatiegegevens. Controle van het goede verloop van de analyse gebeurt aan de hand van de terugvinding van een surrogaatverbinding.

3 OPMERKINGEN

- Voor de monsterconservering en –bewaring wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- Grondwaterstalen bemonsterd in het kader van bodemonderzoek (bv. Vlarebo, of bv. peilputten voor controle stortplaatsen) worden bij aankomst in het labo opgeschud en men laat de stalen gedurende minstens 4 uur rusten zodat de deeltjes kunnen uitzakken. Aansluitend worden de stalen voorzichtig gedecanteerd. Niet meer dan de helft van de bovenstaande waterlaag wordt gedecanteerd om zo weinig mogelijk deeltjes in bewerking te nemen. Waterstalen die geanalyseerd worden in het kader van menselijke consumptie worden niet gedecanteerd.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 APPARATUUR

4.1.1. Analytische balans met afleesnauwkeurigheid van 0,1 mg

4.1.2. Bovenweger met afleesnauwkeurigheid van 0,01 g

4.1.3. Eenheid voor indampen onder stikstofstroom met regelbaar debiet

4.1.4. GC-MS bestaande uit een capillaire gaschromatograaf met split/splitless of on-column injector, een autosampler, een lage resolutie massaspectrometer en een PC met sturings- en dataverwerkingsprogramma.

De GC is eventueel uitgerust met een groot-volume injector.

4.2 MATERIAAL

4.2.1. Scheitrechter (500-1000 ml), voor vloeistof-vloeistofextractie

4.2.2. Injectiespuiten van 50-250 µl, voor het doperen met resp. interne standaard en recovery standaard

4.2.3. Glazen chromatografische kolommen, i.d. 10-15 mm, met gefritteerde basis en teflonkraan; de kolommen zijn voorzien van een slijpstuk bovenaan waarop een broomtrechter geplaatst kan worden

4.2.4. Erlenmeyers (100 en 250 ml)

4.2.5. Maatcilinder (100 ml)

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

4.2.6. In geval van MS-meting : een GC-MS bestaande uit een capillaire gaschromatograaf, een autosampler, een lage resolutie massaspectrometer van het quadrupool-type en een PC met sturings- en dataverwerkingsprogrammatuur. GC-kolom: een fused silica GC-kolom met geschikte stationaire fase, bv. HT-5, HT-8, DB-XLB, CPSIL-13. De GC is eventueel uitgerust met een groot-volume injector.

4.2.7 In geval van ECD-meting: een GC/ECD bestaande uit een capillaire gaschromatograaf, een autosampler, een electroneninvangdetector en een PC met sturings- en dataverwerkingsprogrammatuur. Kolommen: fused silica GC-kolommen met resp. een apolaire en een (medium) polaire fase. Voorbeelden van geschikte kolomcombinaties zijn RTX5/DB-XLB, HT-8/DB-XLB, CP-Sil8/CP-Sil13 en CP-Sil8/CP-Sil19.

4.2.8. Injectiespuit van 10 µl

4.2.9. Glazen amberkleurige monsterflesjes (penicillineflesjes) van 5 ml

4.2.10. Pasteurpipetten

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

5.1 REAGENTIA

5.1.1. Dichloormethaan (DCM), n-hexaan, petroleumether, isohexaan, cyclohexaan, aceton, nonaan, ethylacetaat, methanol, isopropanol: voor residuanalyse.

5.1.2 Brij 35 (Polyoxyethylene(23)lauryl ether), bv. 30% oplossing

5.1.3. Dimethylsulfoxide: voor synthese of gelijkwaardig

5.1.4. Alumina, gedeactiveerd: activeer basische of neutrale aluminiumoxide W200 met activiteit Super I gedurende 16 u bij 150°C; laat vervolgens afkoelen in een exsiccator en voeg per 89g aluminiumoxide 11 g water toe; schud tot alle klonters verdwenen zijn en laat voor gebruik gedurende tenminste 16 u conditioneren in een afgesloten recipiënt.

5.1.5. Silica: een laag van ongeveer 25 mm silicagel 100 mesh wordt in een schaal verwarmd gedurende minstens 16 u op 130 °C. Voor gebruik laat men de schaal in een exsiccator tot kamertemperatuur afkoelen.

5.1.6. Silica/H_2SO_4 44%: giet 28 g geactiveerde silica en 22 g geconcentreerd zwavelzuur in een erlenmeyer en schud het geheel tot alle agglomeraten verdwenen zijn. Bewaar in een afgesloten recipiënt.

5.1.7. Silica/NaOH 1 N 33 %: aan 33,5 g geactiveerde silica wordt 16,5 g 1 N NaOH oplossing toegevoegd. Het geheel wordt geschud tot alle agglomeraten verdwenen zijn. Bewaar in een afgesloten recipiënt.

Opmerking bij 5.1.4, 5.1.5, 5.1.6, 5.1.7: alternatief kan gebruik gemaakt worden van geactiveerd alumina en silica dat in de handel verkrijgbaar is

5.1.8. Tetrabutylammoniumwaterstofsulfietreagens (TBA-reagens): verzadig een mengsel van gelijke volumes van water en een 0,1M oplossing van tetrabutylammoniumwaterstofsulfaat in isopropanol met natriumsulfiet (Na_2SO_3) (ca 25 g voor 100 ml mengsel).

5.1.9. Natriumsulfaat watervrij, Na_2SO_4

5.1.10. Koperplaatjes

5.1.11. EnviCarb SPE-patronen (1 g adsorbens, 12 ml volume)

5.1.12. PCB congeneren, OCP's en chloorbenzenen: als afzonderlijke standaard (puur product of in oplossing) in de handel te verkrijgen; ook als mengoplossingen te verkrijgen

5.1.13. ^{13}C-gemerkte PCB congeneren, OCP's en chloorbenzenen (interne standaarden en recoverystandaard GC/MS): als oplossingen in bv. nonaan in de handel verkrijgbaar. De te gebruiken interne standaarden zijn vermeld in tabel 2.

5.1.14. PCB-143, PCB-155, PCB-112 (surrogaten GC/ECD): als afzonderlijke standaard (puur product of in oplossing) in de handel te verkrijgen

5.1.15. Mirex (interne standaard GC/ECD): als afzonderlijke standaard (puur product of in oplossing) in de handel te verkrijgen

5.2 OPLOSSINGEN

Opmerkingen:

- Alternatief aan de onderstaande werkwijze waar standaardoplossingen worden bereid uitgaande van zuiver standaard materiaal kunnen reeds bereide standaardoplossingen in de handel aangekocht worden. Als oplosmiddel wordt nonaan voorgeschreven, maar ook andere minder vluchtige solventen zijn geschikt (bv. isooctaan, tolueen). Oplossingen voor dopering aan waterstalen dienen in een wateroplosbaar solvent (bv. methanol, aceton, isopropanol) aangemaakt te worden.
- Als recoverystandaard (GC/MS) wordt ^{13}C-PCB-178 vermeld, maar andere verbindingen die in het retentietijdgebied van de OCP's/PCB's vallen en die niet aanwezig zijn in de stalen kunnen ook worden gebruikt.
- Dicofol en D8-dicofol zijn niet stabiel in aceton en acetonitrile.

Hoofdstandaardoplossingen

5.2.1 Natieve componenten: van elke te analyseren component wordt uitgaande van zuiver vast product een stockoplossing bereid van bv. 100 µg/g in n-nonaan

5.2.2 Interne standaarden GC/MS: van elke interne standaard wordt uitgaande van zuiver vast product een stockoplossing bereid van bv. 100 µg/g in n-nonaan

5.2.3 Recoverystandaard GC/MS: uitgaande van zuiver vast product wordt een oplossing van ^{13}C-PCB-178 bereid in n-nonaan met een concentratie van bv. 100 µg/g

5.2.4 Interne standaard GC/ECD: uitgaande van zuiver vast product wordt een oplossing bereid van Mirex in n-nonaan met een concentratie van bv. 100 µg/g

5.2.5 Surrogaten GC/ECD: uitgaande van zuiver vast product wordt een oplossing bereid van elke surrogaat in n-nonaan met een concentratie van bv. 100 µg/g. Als surrogaat kunnen PCB-112, PCB-143 of PCB-155 gebruikt worden

Werkoplossingen GC/MS

5.2.6 Interne standaard-werkoplossing: door menging van de individuele hoofdstandaard-oplossingen van de ^{13}C-gemerkte PCB congeneren, OCP's en chloorbenzenen wordt een interne standaard-werkoplossing bereid met een concentratie van bv. 10 µg/g van elke interne standaard in n-nonaan

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026
http://www.emis.vito.be
emis

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

5.2.7 Recoverystandaard-werkoplossing: uitgaande van de hoofdstandaardoplossing wordt een recoverystandaard-werkoplossing bereid van ^{13}C-PCB-178 in n-nonaan met een concentratie van bv. 10 µg/g

5.2.8 Standaard-werkoplossingen: uitgaande van de hoofdstandaardoplossingen van natieve en isotoopgemerkte componenten worden standaardwerkoplossingen bereid in n-nonaan die de te analyseren componenten bevatten in oplopende concentraties van bv. 0.02 tot 2 µg/g en de interne standaarden en de recoverystandaard in een constante concentratie van bv. 1 µg/g

Werkoplossingen GC/ECD

5.2.9 Interne standaard-werkoplossing: uitgaande van de hoofdstandaardoplossing wordt een interne standaard-werkoplossing bereid van mirex in n-nonaan met een concentratie van bv. 10 µg/g

5.2.10 Surrogaat-werkoplossing: uitgaande van de hoofdstandaardoplossing wordt een surrogaat standaard-werkoplossing bereid in n-nonaan met een concentratie van bv. 10 µg/g per surrogaat

5.2.11 Standaard-werkoplossingen: uitgaande van de hoofdstandaardoplossingen van natieve componenten, surrogaten en interne standaard worden standaardwerkoplossingen bereid in n-nonaan die de te analyseren componenten en de surrogaten bevatten in oplopende concentraties van bv. 0.005 tot 0.5 µg/g en de interne standaard in een constante concentratie van bv. 0.1 µg/g

6 PROCEDURE

6.1 EXTRACTIEPROCEDURE

- weeg de monsterfles tot op 0,1 g nauwkeurig
- breng de volledige inhoud van de monsterfles over in een geschikte scheitrechter. In geval van grondwater (decantatie, cfr supra) wordt maximum de helft van de bovenstaande fase overgebracht in de scheitrechter.

Opmerking:

Deelmonstername (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 zogenaamde solubilizer als additief toegevoegd wordt, zoals een niet-schuimend detergent (bv. 0.05 m/m% Brij 35) of een watermengbaar solvent (bv. isopropanol, aceton, ethanol) om de componenten van de glaswand en van de eventueel aanwezige gesuspendeerde deeltjes te verwijderen. Indien Brij 35 gebruikt wordt, wordt aanbevolen om een ‘backflush’ injectie toe te passen bij de GC-meting, om vervuiling van de chromatografische kolom te voorkomen. 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, de keuze van extractievloeistof, het volume ingenomen staal, het aantal extracties, eventuele additie van solubilizer aan de kalibratiestandaarden, etc. In geval van vaste fase extractie dient in het bijzonder het doorbraakvolume gecontroleerd te worden, aangezien dit variëert in functie van het gekozen additief en het type, merk en hoeveelheid adsorbens.

- in geval van GC/MS: dopeer het monster met interne standaard-werkoplossing zodanig dat de concentratie van elke gemerkte chloorkoolwaterstof in het eindextract bv. 1 µg/g zal bedragen
- in geval van GC/ECD: dopeer het monster met surrogaat-werkoplossing zodanig dat de concentratie in het eindextract bv. 1 µg/g zal bedragen

http://www.emis.vito.be

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

Opmerking:

additie-oplossingen in een apolair solvent worden nooit rechtstreeks aan water toegevoegd; in dat geval gebeurt de additie aan een kleine hoeveelheid wateroplosbaar solvent dat vervolgens aan het waterstaal toegevoegd wordt

- spoel de monsterfles na met extractievloeistof (dichloormethaan, n-hexaan, petroleumether, isohexaan of cyclohexaan, de hoeveelheid extractievloeistof dient minstens 1/20 van de monsterhoeveelheid te bedragen) en breng de spoelvloeistof over naar de scheitrechter (niet van toepassing bij deelmonstername)
- schud het geheel krachtig gedurende ca 3 min
- laat de organische fase af over een filter gevuld met Na2SO4
- indien nodig herneem de spoel- en extractiestap minstens éénmaal; dit is niet nodig indien uit de validatie blijkt dat het extractierendement voldoende hoog ligt na 1 extractie.
- damp de verzamelde extracten in (onder een stikstofstroom of onder vacuum) tot een eindvolume van ca 2-3 ml (niet in geval van LV-GC)
- het extract wordt verder opgewerkt volgens 6.2 (indien kolomzuivering toegepast dient te worden) of 6.3 (indien geen zuivering toegepast dient te worden);
- weeg de lege monsterfles en bepaal het gewicht en hieruit het volume van de oorspronkelijke inhoud

6.2 ZUIVERING VAN HET EXTRACT

Indien nodig gebeurt de zuivering van het extract aan de hand van de hieronder beschreven zuiveringstechnieken. Sommige OCPs worden echter niet altijd kwantitatief teruggevonden.

- sommige chloorpesticiden (endrin, aldrin, isodrin, dieldrin, alfa-endosulfan, beta-endosulfan, endosulfansulfaat, p,p'-methoxychloor en heptachloorepoxides) zijn niet zuurbestendig en kunnen dus niet aan de zuiveringsprocedure met de gecombineerde zuur-base kolom onderworpen worden
- bij zuivering met gedesactiveerde alumina worden beta-endosulfan, endosulfansulfaat en delta-HCH niet of niet kwantitatief teruggevonden
- met de Envicarb kolommetjes kunnen interferenties van biologische oorsprong verwijderd worden; hexachloorbenzeen en pentachloornitrobenzeen gaan echter verloren bij toepassing van deze zuivering
- bij stalen die in sterke mate verontreinigd zijn met minerale koolwaterstoffen kan een verstoring van de chromatografie optreden. In dat geval kan het extract verder gezuiverd worden door DMSO(dimethylsulfoxide)/hexaan partitie
- alternatieve zuiveringen gebaseerd op LC-fractionering (op een GPC of RP-C18 kolom) kunnen eveneens toegepast worden
- onafhankelijk van de gekozen zuiveringsprocedure dient aan de hand van een controlestandaard op regelmatige basis (bv. bij ingebruikname van een nieuw lot adsorbens) de terugvinding van de verbindingen gecontroleerd te worden.

Opmerking:

In geval van deelmonstername kunnen de hieronder beschreven zuiveringen uitgevoerd worden met kleinere hoeveelheden reagentia.

http://www.emis.vito.be Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

6.2.1 ZUIVERING OP ALUMINA

Bereid een adsorptiekolom door op de gefritteerde basis van een chromatografiekolom (4.2.3) achtereenvolgens 2 g gedeactiveerde alumina en 1 cm Na_2SO_4 te brengen. Breng het ingedampte extract (in hexaan) op de kolom en laat de vloeistof in de kolom dringen tot de vloeistofspiegel het oppervlak van de kolomvulling heeft bereikt. Spoel de extractiekolf enkele malen met enkele ml n-hexaan na en breng de hexaanfracties bovenaan de adsorptiekolom. Elueer met ca 12 ml n-hexaan en vang de volledige hexaanfractie op. Damp het extract in zoals beschreven onder 6.3.

6.2.2 ZUIVERING OP ENVICARB

EnviCarb-kolommetjes (1 g adsorbens, 12 ml volume) zijn verkrijgbaar in de handel. Spoel een EnviCarb SPE cartridge met 5 ml n-hexaan/ethylacetaat (80/20); stel het vacuüm van het vacuümstation zo in dat de elutiesnelheid ongeveer 1 tot 2 druppels per seconde bedraagt. Breng het extract (in hexaan) met een pipet over op de adsorptiekolom en laat de vloeistof in de kolom dringen tot de vloeistofspiegel de bovenkant van de kolomvulling heeft bereikt. Elueer de OCP's met 5 ml n-hexaan/ethylacetaat (80/20). Behandel het extract verder zoals beschreven onder 6.3.

6.2.3 ZUIVERING OP EEN ZUUR/BASE SILICAKOLOM

Bereid een adsorptiekolom door op de gefritteerde basis van een chromatografiekolom (4.2.3) achtereenvolgens 1 g base gemodificeerde silica (5.1.7), 5 g zuur gemodificeerde silica (5.1.6) en 2 g Na2SO4 te brengen. Breng het extract met een pipet over op de adsorptiekolom. Laat de vloeistof in de kolom dringen tot de vloeistofspiegel de bovenkant van de kolomvulling heeft bereikt. Spoel de extractiekolf enkele malen na met enkele ml hexaan en breng de hexaanfracties bovenaan de adsorptiekolom. Elueer met 60 ml hexaan en vang de volledige hexaanfractie op. Damp het extract in zoals beschreven onder 6.3.

6.2.4 VERWIJDERING VAN ZWAVEL MET KOPER

Het koperpoeder of de koperfolie wordt voor gebruik geactiveerd door een behandeling met verdund salpeterzuur, gevolgd door overvloedig wassen met water en nadien aceton. De aceton wordt verwijderd door droogblazen met stikstof. Aan het extract wordt een hoeveelheid koperpoeder toegevoegd en het geheel wordt gedurende 1 minuut geschud. Onmiddellijk hierna wordt met behulp van een wegwerppipet het extract van het koperpoeder gescheiden. Koper kan immers bij langdurig contact de degradatie van gechloreerde koolwaterstoffen bevorderen. Damp het extract in zoals beschreven onder 6.3.

Verwijdering van zwavel met TBA reagens

Voeg aan het extract achtereenvolgens 1 ml isopropanol, 1 ml TBA reagens (5.1.10) en een spatelpunt natriumsulfiet toe; sluit af en schud gedurende 1 min; voeg 5 ml water toe en schud gedurende 2 min; scheid de organische fase af en was de waterfase tweemaal na met 1 ml hexaan; voeg de hexaanfasen samen en droog met Na_2SO_4. Damp het extract in zoals beschreven onder 6.3.

6.2.5 VERWIJDERING VAN MINERALE KOOLWATERSTOFFEN DMV DMSO-PARTITIE

Leng het ingedampte extract van de kolomzuivering aan tot 10 ml met hexaan en breng over in een scheitrechtervan 100 ml. Extraheer met drie keer 25 ml DMSO. Verzamel de DMSO extracten in een scheitrechter van 500 ml en voeg vervolgens 100 ml blanco water toe. Extraheer de waterfase met twee keer 50 ml hexaan en damp de verzamelde hexaanextracten in zoals beschreven onder 6.3.

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

6.3 INDAMPEN VAN HET EXTRACT

Indien nodig wordt het extract door voorzichtig afblazen met stikstof geconcentreerd tot 1 ml, waarna bv. 1 ml nonaan (of een ander minder vluchtig solvent) als keeper wordt toegevoegd. Het geheel wordt opnieuw ingedampt tot bv. 1 ml. Aan het eindextract wordt een gekende hoeveelheid recoverystandaard-werkoplossing (GC/MS) of interne standaard-werkoplossing (GC/ECD) toegevoegd.

Opmerking:
in geval van groot-volume injectie wordt het extract niet ingedampt en wordt een in functie van het injectievolume aangepaste hoeveelheid van de recovery standaard toegevoegd (doorgaans wordt ongeveer 1 ng geïnjecteerd).

6.4 GC/MS-ANALYSE

6.4.1 ANALYSETECHNIEK

Van de preparaten en van de standaard-werkoplossing voor GC-MS kalibratie wordt standaard 1 µl splitless of on-column in de gaschromatograaf geïnjecteerd. On-column injectie verdient de voorkeur, aangezien endrin en p,p'-DDT ontbinden in een vervuilde liner van een split/splitless injector. Alternatief kan groot-volume injectie met bv. een PTV injector of een on-column injector met solvent vapour exit toegepast worden.

De chromatografische scheiding van de componenten wordt normaal uitgevoerd op een apolaire capillaire kolom met chemisch gebonden fase.

De detectie van de componenten gebeurt met een lage resolutie massaspectrometer. De massaspectrometer wordt ingesteld naar maximale respons voor de ionen 131, 219, 264 en 414 m.b.v. het referentiegas PFTBA. Alternatief wordt een automatische tuning uitgevoerd (afhankelijk van de gebruikte software). De opname van het chromatogram gebeurt, afhankelijk van de gewenste gevoeligheid, in SIM of in SCAN modus. De typische GC-MS werkvoorwaarden voor de analyse zijn weergegeven in bijlage 1.

Uit het totale geregistreerde signaal worden specifieke ionenchromatogrammen van de te analyseren chloorkoolwaterstoffen, de isotoopgemerkte interne standaarden en de recovery standaard (^{13}C PCB 178) geëxtraheerd. Voor elke verbinding worden 2 ionen gekozen behorende bij de isotoop cluster van het moleculaire ion of een meer intens fragmention. Typische ionenchromatogrammen (voor de kalibratie-oplossing) zijn weergegeven in bijlage 2.

6.4.2 KALIBRATIE

De kwantitatieve bepaling van de verschillende chloorkoolwaterstoffen gebeurt volgens de zgn. interne standaard methode. Hierbij wordt elke natieve verbinding gekwantificeerd t.o.v. een bepaalde isotoopgemerkte verbinding die bij het begin van de extractie aan het monster werd toegevoegd. Voor de keuze van de interne standaarden zie Tabel 2.

De kalibratie kan op een aantal verschillende manieren gebeuren gebeuren (voor de kwaliteitseisen waaraan de kalibratie moet voldoen wordt verwezen naar WAC/VI/A/003):

- aan de hand van de relatieve responsfactor (RRF), bepaald met minstens één kalibratie-oplossing. Deze werkwijze kan gevolgd worden indien de RRFen binnen bepaalde grenzen constant zijn over het meetgebied. De RRFen voor elke te bepalen component worden vervolgens bepaald uit de verhouding van de oppervlakten en concentraties van de natieve componenten en de overeenkomstige interne standaarden :

http://www.emis.vito.be Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

$$RRF_i = \frac{A_i \times C_{IS}}{A_{IS} \times C_i}$$

met

RRF_i	=	relatieve responsfactor van natieve component i
A_i	=	piekoppervlakte van natieve component i bij injectie van de kalibratieoplossing
C_i	=	concentratie (in ng/µl) van de natieve component i in de kalibratie oplossing
C_{IS}	=	concentratie (in ng/µl) van de overeenkomstige interne standaard in de kalibratieoplossing
A_{IS}	=	piekoppervlakte van de overeenkomstige interne standaard bij injectie van de kalibratieoplossing

De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 kalibratieoplossingen waartussen het staal geïnjecteerd werd.

- aan de hand van 'bracketing'. De kalibratiereeks wordt geïnjecteerd minstens bij het begin en bij het einde van de meetreeks. De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 injecties van de 2 punten waartussen het staal begrepen is.

- aan de hand van kalibratierechten. In dit geval worden aan het begin van de analysereeks minimaal 4 kalibratieoplossingen geanalyseerd met concentraties groter dan 0 en verspreid over het lineair gebied. Op de X-as en de Y-as worden de verhoudingen uitgezet van resp. de concentraties en de piekoppervlakten van de natieve component en de overeenkomstige interne standaard. Vervolgens wordt dmv lineaire regressie de vergelijking van de kalibratierechte berekend.

- aan de hand van kwadratische curven. Indien bij de lineariteitstest gebleken is dat er geen lineair maar een kwadratisch verband is tussen concentratie en respons, dan kunnen kwadratische curven gebruikt worden voor de kalibratie. Daartoe worden aan het begin van de analysereeks minimaal 5 kalibratieoplossingen geanalyseerd met concentraties verspreid over het meetgebied. De laagste concentratie mag niet hoger zijn dan 2 keer de ondergrens van het meetbereik. Op de X-as en de Y-as worden de verhoudingen uitgezet van resp. de concentraties en de piekoppervlakten van de natieve component en de overeenkomstige interne standaard. Vervolgens wordt dmv kwadratische curve fitting de vergelijking van de curve berekend.

Opmerking:
Voor de berekening van de terugvinding van de interne standaarden wordt doorgaans de RRF-methode toegepast, waarbij de RRF van een interne standaard bepaald wordt t.o.v. de overeenkomstige 'recovery'-standaard met onderstaande formule:

$$\mathrm{RRF_{is}} = \frac{\mathrm{A_{is}} \times \mathrm{C_{RS}}}{\mathrm{A_{RS}} \times \mathrm{C_{is}}}$$

met

RRF_{is}	=	relatieve responsfactor van de interne standaard
A_{is}	=	piekoppervlakte van de interne standaard bij injectie van de kalibratieoplossing
C_{is}	=	concentratie (in ng/µl) van de interne standaard in de kalibratieoplossing
C_{RS}	=	concentratie (in ng/µl) van de recoverystandaard in de kalibratieoplossing
A_{RS}	=	piekoppervlakte van de recoverystandaard bij injectie van de kalibratieoplossing

6.4.3 IDENTIFICATIE

De natieve componenten en de interne standaarden worden geïdentificeerd aan de hand van de criteria voor retentietijden en ionenverhoudingen zoals vastgelegd in procedure WAC/VI/A/003.

In Tabel 2 zijn de karakteristieke m/z van de natieve en gemerkte chloorkoolwaterstoffen weergegeven, en staat voor elke natieve verbinding de overeenkomstige interne standaard vermeld. Van de geïdentificeerde pieken wordt de oppervlakte of alternatief de piekhoogte bepaald.

Opmerkingen:

- 1,2,3,5-tetrachloorbenzeen en 1,2,4,5-tetrachloorbenzeen coëlueren op een apolaire kolom en kunnen ook massaspectrometrisch niet onderscheiden worden. Zij worden dan ook niet individueel maar als som van beide isomeren gerapporteerd.
- de m/z-waarden die normaal voor kwantificering gebruikt worden zijn in tabel 2 vetgedrukt weergegeven. Indien dit ion geïnterfereerd is, kan het tweede ion voor kwantificering gebruikt worden.
- op de kwantificeringsionen van sommige ^{13}C-interne standaarden is er een bijdrage van de isotoopcluster van de natieve verbinding. De bijhorende correctiefactoren zijn weergegeven in de laatste kolom van de tabel.
- Voor ^{13}C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen worden massa's gekozen die niet overeenstemmen met de meest intense massa's van de isotoopcluster. Om de bijdrage van ionen behorende bij de chloorisotoopcluster van de overeenkomstige natieve chloorbenzeen bij de ionen van de ^{13}C-gemerkte verbinding te voorkomen, worden voor de gemerkte verbinding de massa's behorende bij het M+4 en M+6 ion genomen
- bij de bepaling van PCB's worden de beste resultaten bekomen indien met isotoop dilutie gewerkt wordt (elke natieve PCB congeneer wordt gekwantificeerd t.o.v. de overeenkomstige isotoop gemerkte verbinding). De kwantificatie kan echter ook gebeuren t.o.v. een geringer aantal ^{13}C-PCB congeneren.
- Bij de bepaling van de OCP's mogen isotoopgemerkte PCB gebruikt worden als interne standaard in plaats van isotoopgemerkte OCP's. Voor de toewijzing van de interne standaarden wordt in dat geval verwezen naar CMA/3/I.
- Indien de meting in SCAN gebeurt kan het bovenstaand criterium voor de m/z-verhoudingen vervangen worden door een criterium voor de matchfactor. De matchfactor geeft de overeenkomst weer tussen het opgenomen spectrum en het bibliotheekspectrum. Voor een positieve identificatie dient de matchfactor minimum 700 te bedragen.

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026
http://www.emis.vito.be
emis

http://www.emis.vito.be Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

Tabel 2: Specifieke ionen voor de chloorkoolwaterstoffen en isotoopverhouding

Verbinding	m/z (1)	m/z (2)	m/z (3)	overeenkomstige IS
hexachloorethaan	199	**201**	166	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
hexachloorbutadieen	223	**225**	227	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
1,2,3-trichloorbenzeen	**180**	182	184	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
1,2,4-trichloorbenzeen	**180**	182	184	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
1,3,5-trichloorbenzeen	**180**	182	184	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
1,2,3,5-tetrachloorbenzeen	214	**216**	218	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
1,2,4,5-tetrachloorbenzeen	214	**216**	218	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
1,2,3,4-tetrachloorbenzeen	214	**216**	218	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
pentachloorbenzeen	**250**	252	248	13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
hexachloorbenzeen	**284**	286	282	13C-hexachloorbenzeen
1-chloornaftaleen	**162**	164		13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
2-chloornaftaleen	**162**	164		13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen
2,3,5,6-tetrachloornitrobenzeen	**203**	201		13C-pentachloornitrobenzeen
pentachloornitrobenzeen	**237**	239		13C-pentachloornitrobenzeen
alfa-HCH	**181**	183	219	13C-p,p'-DDE
gamma-HCH (lindaan)	**181**	183	219	13C-p,p'-DDE
beta-HCH	**181**	183	219	13C-p,p'-DDE
delta-HCH	**181**	183	219	13C-p,p'-DDE
heptachloor	**272**	274		13C-p,p'-DDT
aldrin	**263**	265		13C-p,p'-DDE
telodrin	**311**	313		13C-p,p'-DDT
isodrin	**193**	195		13C-p,p'-DDE
alfa-heptachloorepoxide	**353**	355		13C-p,p'-DDE
beta-heptachloorepoxide	**353**	355		13C-p,p'-DDT
dieldrin	**263**	265		13C-p,p'-DDT
endrin	**263**	265		13C-p,p'-DDT
alfa-endosulfan	**195**	193		13C-p,p'-DDE
beta-endosulfan	**195**	193		13C-p,p'-DDT
endosulfansulfaat	**272**	274		13C-p,p'-DDT
transchloordaan	**373**	375		13C-p,p'-DDE
o,p'-DDD	235	**237**	165	13C-p,p'-DDE
p,p'-DDD	235	**237**	165	13C-p,p'-DDT
o,p'-DDE	246	**248**	318	13C-p,p'-DDE
p,p'-DDE	246	**248**	318	13C-p,p'-DDE
o,p'-DDT	235	**237**	165	13C-p,p'-DDT
p,p'-DDT	235	**237**	165	13C-p,p'-DDT
p,p'-methoxychlor	**274**	276		13C-methoxychlor
p,p'-dicofol	**139**	111		D8-dicofol

Verbinding	m/z (1)	m/z (2)	m/z (3)	overeenkomstige IS
PCB 28	**256**	258	260	13C-PCB 28
PCB 52	290	**292**	294	13C-PCB 52
PCB 101	**326**	328	324	13C-PCB 101
PCB 118	**326**	328	325	13C-PCB 118
PCB 153	**360**	362	358	13C-PCB 153
PCB 138	**360**	362	358	13C-PCB 138
PCB 180	**394**	396	398	13C-PCB 180
interne standaarden				*Correctie (bijdrage natieve)*
13C-1,2,4,5-tetrachloorbenzeen	**224**	226		
13C-hexachloorbenzeen	290	**292**		- 1.1% van ion 284
13C-pentachloornitrobenzeen	240	**242**		- 1.2% van ion 237
13C-p,p'-DDE	258	**260**		
13C-p,p'-DDT	247	**249**		- 3.2% van ion 237
13C-methoxychlor	**286**	288		
D8-dicofol	**143**	115		
13C-PCB 28	**268**	270		
13C-PCB 52	302	**304**		
13C-PCB 101	**338**	340		
13C-PCB 118	**338**	340		
13C-PCB 153	**372**	374		
13C-PCB 138	**372**	374		
13C-PCB 180	**406**	408		
recovery standaard				
13C-PCB 178	**406**	408		

6.4.4 KWANTIFICERING

Voor de monsterextracten worden de ionenchromatogrammen geregistreerd op identieke wijze als hierboven beschreven voor de standaardoplossingen. Van de geïdentificeerde componenten worden de piekoppervlakten behorende bij het meest intense ion berekend. Uitgaande van de integratiewaarden voor het monster en de relatieve responsfactoren of kalibratierechte/curve bepaald voor de kalibratiestandaard worden de gehalten van de verschillende verbindingen in het monster berekend.

De terugvindingen van de inwendige standaarden worden berekend aan de hand van hun relatieve responsfactor.

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026
http://www.emis.vito.be
emis

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026
http://www.emis.vito.be

6.5 GC/ECD-ANALYSE

6.5.1 ANALYSETECHNIEK

Van de preparaten en van de standaard-werkoplossing voor GC-ECD kalibratie wordt standaard 1 µl splitless of on-column in de gaschromatograaf geïnjecteerd. On column injectie verdient de voorkeur, aangezien endrin en p,p'-DDT ontbinden in een vervuilde liner van een split/splitless injector.

De chromatografische scheiding van de componenten wordt normaal uitgevoerd op een apolaire capillaire kolom met chemisch gebonden fase. Componenten die positief geïdentificeerd zijn dienen bevestigd te worden op een 2de kolom met een andere fase. Het laagste resultaat van de 2 bepalingen wordt weerhouden. Alternatief kan ter bevestiging een GC/MS analyse uitgevoerd worden (zie 6.4).

De typische GC-ECD werkvoorwaarden voor de analyse zijn weergegeven in bijlage 3.

Worden voor de monsterpreparaten signalen waargenomen groter dan die overeenkomend met de hoogste concentratie van het lineaire bereik (zie hieronder) dan dient de oplossing verdund te worden.

6.5.2 KALIBRATIE

De kwantitatieve bepaling van de verschillende chloorkoolwaterstoffen gebeurt volgens de zgn. interne standaard-methode. De interne standaard (mirex) wordt echter niet aan het begin van de analyse aan het staal toegevoegd, maar wel aan het staalextract vlak voor de injectie. De interne standaard corrigeert dus niet voor eventuele verliezen tijdens de staalopwerking, maar wel voor eventuele variaties bij de meting. De resultaten dienen gecorrigeerd te worden voor terugvinding aan de hand van gegevens bekomen bij de validatie.

De kalibratie kan op een aantal verschillende manieren gebeuren, analoog aan de GC/MS werkwijze (voor de kwaliteitseisen waaraan de kalibratie moet voldoen wordt verwezen naar WAC/VI/A/003):

- aan de hand van de relatieve responsfactor (RRF), bepaald met minstens één kalibratie-oplossing. Deze werkwijze kan gevolgd worden indien de RRFen binnen bepaalde grenzen constant zijn over het meetgebied. De RRFen voor elke te bepalen component worden vervolgens bepaald uit de verhouding van de oppervlakten en concentraties van de natieve componenten en de interne standaard :

$$RRF_i = \frac{A_i \times C_{IS}}{A_{IS} \times C_i}$$

met

RRF_i	=	relatieve responsfactor van natieve component i
A_i	=	piekoppervlakte van natieve component i bij injectie van de kalibratieoplossing
C_i	=	concentratie (in ng/µl) van de natieve component i in de kalibratieoplossing

C_{IS} = concentratie (in ng/µl) van de interne standaard in de kalibratieoplossing

A_{IS} = piekoppervlakte van de interne standaard bij injectie van de kalibratieoplossing

De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 kalibratie-oplossingen waartussen het staal geïnjecteerd werd.

- aan de hand van 'bracketing'. De kalibratiereeks wordt geïnjecteerd minstens bij het begin en bij het einde van de meetreeks. De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 injecties van de 2 punten waartussen het staal begrepen is.

- aan de hand van kalibratierechten. In dit geval worden aan het begin van de analysereeks minimaal 4 kalibratieoplossingen geanalyseerd met concentraties groter dan 0 en verspreid over het lineair gebied. Op de X-as en de Y-as worden de verhoudingen uitgezet van resp. de concentraties en de piekoppervlakten van de natieve component en de overeenkomstige interne standaard. Vervolgens wordt dmv lineaire regressie de vergelijking van de kalibratierechte berekend.

- aan de hand van kwadratische curven. Indien bij de lineariteitstest gebleken is dat er geen lineair maar een kwadratisch verband is tussen concentratie en respons, dan kunnen kwadratische curven gebruikt worden voor de kalibratie. Daartoe worden aan het begin van de analysereeks minimaal 5 kalibratie-oplossingen geanalyseerd met concentraties verspreid over het meetgebied. De laagste concentratie mag niet hoger zijn dan 2 keer de ondergrens van het meetbereik. Op de X-as en de Y-as worden de verhoudingen uitgezet van resp. de concentraties en de piekoppervlakten van de natieve component en de overeenkomstige interne standaard. Vervolgens wordt dmv kwadratische curve fitting de vergelijking van de curve berekend.

6.5.3 IDENTIFICATIE

De componenten worden geïdentificeerd aan de hand van de criteria voor retentietijd zoals vastgelegd in procedure WAC/VI/A/003. Componenten die op basis van retentietijd geïdentificeerd zijn op de eerste kolom, dienen bevestigd te worden door analyse op een 2de kolom met verschillende polariteit. Alternatief kan ter bevestiging een GC/MS analyse uitgevoerd worden.

6.5.4 KWANTIFICERING

Voor de monsterextracten worden de chromatogrammen geregistreerd op identieke wijze als hierboven beschreven voor de standaardoplossingen. Van de geïdentificeerde componenten worden de piekoppervlakten geïntegreerd. Uitgaande van de integratiewaarden voor het monster en de relatieve responsfactoren of kalibratierechte/curve bepaald voor de kalibratiestandaard worden de gehalten van de verschillende verbindingen in het monster berekend.

De terugvindingen van de inwendige standaarden worden berekend aan de hand van hun relatieve responsfactor.

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026
http://www.emis.vito.be
emis

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

7 KWALITEITSPARAMETERS

Voor de kwaliteitseisen ivm kalibratie (GC), procedureblanco, terugvinding van de interne standaard, controle op gevoeligheid, controlestaal en controlestandaard wordt verwezen naar WAC/VI/A/003.

7.1 RESPONSLINEARITEIT

De werkwijze voor de bepaling van lineariteit is beschreven in WAC/VI/A/001.
Stelt men bij de monsteranalyse een overschrijding van de bovenste lineaire grens vast, d.i. de hoogst geregistreerde oppervlakte in het lineaire gebied, dan moet de analyse hernomen worden startend van een verdunde hoeveelheid monsterextract, voor zover het signaal van de interne standaard nog voldoende intens is, of startend van een geringere hoeveelheid monster.

7.2 GASCHROMATOGRAFISCHE SCHEIDING

De kolomkwaliteit wordt geverifieerd aan de hand van een kritisch paar waaraan een minimum scheidingspercentage kan toegekend worden; de keuze van kritisch paar is afhankelijk van de gebruikte kolomfase.
Alternatief kan de kolomkwaliteit geverifieerd worden aan de hand van het aantal theoretische platen, berekend op basis van de piekkarakteristieken voor een gekozen verbinding in het chromatogram van de kalibratiestandaard. Het aantal platen N_{th} wordt gegeven door :

$$N_{th} = 5.54 * \left(\frac{t_{R_i}}{w_{1/2}} \right)^2$$

Hierbij is t_{Ri} de waargenomen retentietijd voor de verbinding i en $w_{1/2}$ de piekbreedte op halve hoogte, uitgedrukt in dezelfde tijdseenheid.

Om een continue controle te hebben over de kolomkwaliteit is het zinvol de scheidingskarakteristieken uit te zetten in een controlekaart.

7.3 GASCHROMATOGRAFISCHE SCHEIDING

Er blijken geen GC-kolommen beschikbaar te zijn waarmee alle kritische PCB-paren gescheiden zijn. Daarom dient ofwel het koppel PCB-28/PCB-31 gescheiden te zijn, ofwel het koppel PCB-138/PCB163. De scheiding kan op verschillende manieren gecontroleerd worden:

(1) Aan de hand van de resolutie. De resolutie dient minsten 0.5 te bedragen. De resolutie wordt gedefinieerd als de verhouding van de afstand tussen de maxima van twee pieken enerzijds en hun gemiddelde piekbreedte aan de basis anderzijds.
(2) Aan de hand van de piekhoogte en de valleihoogte : de verhouding tussen de valleihoogte enerzijds en de hoogte van de piek met de laagste respons dient kleiner te zijn dan 0,7.
(3) Alternatief kan gebruik gemaakt worden van de verhouding tussen enerzijds (piekhoogte laagste piek – valleihoogte) en anderzijds de piekhoogte van de laagste piek, deze verhouding dient groter te zijn dan 0,5.

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

8 RAPPORTERING

Vermeld in het analyseverslag het gehalte van elke component in µg/l.

9 REFERENTIES

EPA 3620B: 1996; Florisil Column Cleanup; SW-846 Ch 4.2.2.

ISO 6468: 1996; Water Quality – Determination of Certain Organochlorine Insecticides, polychlorinated Biphenyls and Chlorobenzenes – Gas Chromatographic Method after Liquid-Liquid Extraction

M&T-BCR Meeting on chlorobenzenes and chlorophenols in industrial soil on 22/23.05.95

NEN 5734: 1999; Bodem – Gaschromatografische bepaling van de gehalten aan organochloorbestrijdingsmiddelen, chloorbenzenen en polychloorbifenylen

Vito: 1998; Interlaboratoriumvergelijking voor bodem- en grondwateranalyse, VITO rapport 1998/DIA/R/40-1

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026

http://www.emis.vito.be

BIJLAGE A

A.1 : Typische GC/MS-werkvoorwaarden voor de bepaling van matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen

Kolomspecificaties : HT-8, 50 m x 0.22 mm x 0.1 µm

Draaggas : Helium, 1 ml/min kolomdebiet

Injectie :
Modus : splitless
Injectortemperatuur: 250 °C
Injectievolume : 1 µl, nonaan eindextract

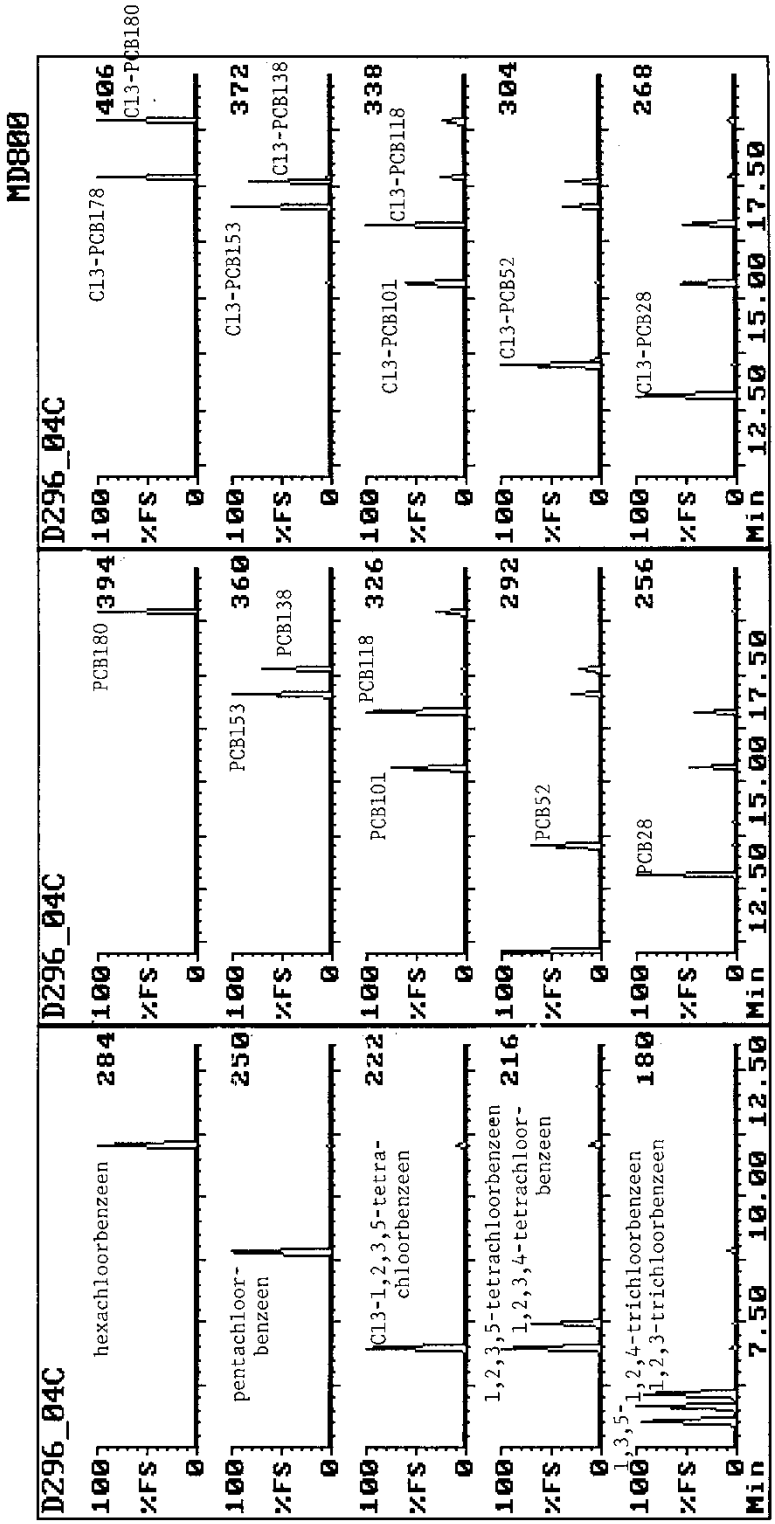
GC-oven programma:

60 °C : 1 min
60 °C -> 185°C : 25 °C/min (0 min)
185°C -> 315°C : 5 °C/min (0 min)

MS-instellingen :

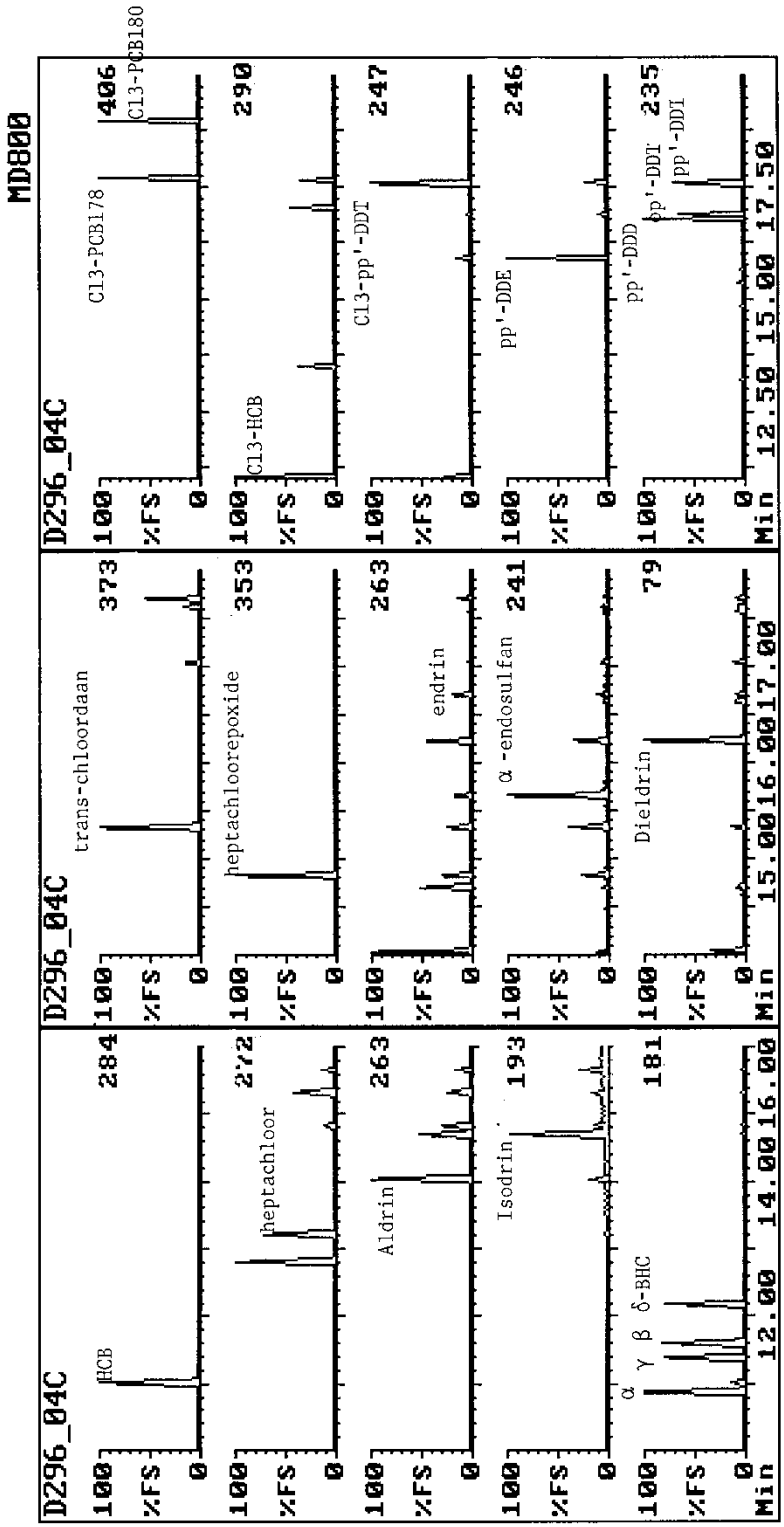
Interfacetemperatuur : 280 °C
Brontemperatuur : 230 °C
Ionen : zie tekst

A.2 : Typische GC/MS ionenchromatogrammen van een kalibratiestandaard van matig vluchtige chloorkoolwaterstoffen



http://www.emis.vito.be Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026
emis

A.2 : Vervolg



http://www.emis.vito.be Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026
emis

Ministerieel besluit van 15 januari 2026 --- Belgisch Staatsblad van 28 januari 2026
http://www.emis.vito.be

A.3 : Typische GC/ECD-werkvoorwaarden

Kolomspecificaties : kolom 1 : HT-8 (25 m x 0.22 mm x 0.25 um)
kolom 2 : DB-XLB (30 m x 0.25 mm x 0.25 um)

(andere geschikte combinaties zijn bv. CP-Sil8 / CP-Sil16 of CP-Sil8 / CPSil-19)

Draaggas en druk : Helium, 180 kPa

Injectie :
Modus : cold on column
Injectievolume : 1 µl, nonaan eindextrakt

GC-oven programmatie :

100°C :	2 min
100°C -> 285°C :	5°C/min
285°C :	5 min

ECD-instellingen :

ECD-temperatuur : 320°C