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

http://www.emis.vito.be

Organische 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 5

6.1.1 Dampfasebemonstering 6

6.1.2 Vloeistof-vloeistofextractie 6

6.1.3 Vaste fase extractie 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

6.2.4 Data analyse 9

6.2.5 Interpretatie van de chromatogrammen, kwantificering en rapportering 9

7 KWALITEITSCONTROLE 10

7.1 Solvent/procedureblanco 10

7.2 Testen van de kolomkwaliteit 11

7.3 Controle van de kwaliteit van het geregistreerde spectrum 11

7.4 Controle van de identificatieprocedure 11

7.5 Analysegang 12

8 REFERENTIES 12

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

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft een werkwijze voor de identificatie en semi-kwantitatieve bepaling van de aanwezige 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 kleiner dan 300°C zijn identificeerbaar. In de regel zijn het apolaire of semipolaire verbindingen met een beperkt moleculair gewicht (< 500g/mol).

De gebruikte techniek laat de bepaling van de identiteit van de organische verbindingen toe vanaf een concentratieniveau van 0.01 tot 0.1 mg/l.

2 PRINCIPE

De watermonsters worden aan een gepaste extractietechniek onderworpen; de organische verbindingen worden verzameld in een organisch solvent door vloeistof-vloeistofextractie.
~~Organische vloeistoffen worden verdund met dichloormethaan.~~ 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.

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

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 APPARATUUR

4.1.1. Gaschromatograaf met split/splitless, on column of PTV injector, uitgerust met een quadrupool massaspectrometrische detector en bij voorkeur een injectie-automaat

4.1.2. Headspace automaat

4.1.3. Bovenweger met een afleesnauwkeurigheid van 0.01 g

4.1.4. Analytische balans met een afleesnauwkeurigheid van 0.1 mg

4.1.5. Ultrasoonbad

4.1.6. Droogoven

4.2 MATERIAAL

4.2.1. Analytische kolom voor vluchtige verbindingen: capillaire kolom met apolaire of semipolaire, chemisch gebonden fase met een lengte van 30 tot 60 m, een interne diameter van 0.15 tot 0.32 mm en een filmdikte van 0.25 tot 3 µm

4.2.2. Analytische kolom voor matig vluchtige verbindingen: capillaire kolom met apolaire stationaire fase en lage bleeding karakteristieken, met minimale lengte van 50m en maximale diameter van 0.25mm, bv. DB-5MS of gelijkwaardig, 60m x 0.25 mm x 0.25 µm; er wordt gebruik gemaakt van een lange kolom om voldoende scheidend vermogen te hebben

4.2.3. Gasdichte injectiespuit van 10 µl

4.2.4. Glazen monsternameflesjes van 50 ml met crimp cap en rubberen septum met PTFE coating

4.2.5. Glazen monsternameflesjes van 10 ml met crimp cap en rubberen septum met PTFE coating (headspace vial)

4.2.6. Maatkolf van 100 ml

4.2.7. Glazen wegwerppipetten

4.2.8. Scheitrechter van 1000 ml

4.2.9. Optioneel: SPE patronen met polystyreen-divinylbenzeenadsorbens, bv. 6 ml patronen met 500 mg adsorbens

4.2.10. Zwartband-papierfilter

4.2.11. Vacuumafzuigeenheid voor SPE extractie

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

5.1 REAGENTIA

5.1.1. Aceton: residu-analyse kwaliteit

5.1.2. Dichloormethaan (DCM),CH_2Cl_2: residu-analyse kwaliteit

5.1.3. Natriumsulfaat, Na_2SO_4: granulair en watervrij; een geopende verpakking wordt uitgegoten in een schaal en bewaard bij 130°C in een droogoven

5.1.4. Waterstofchloride, HCl: geconcentreerd, pro analyse kwaliteit (p.a.)

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

5.1.5. Natriumhydroxide, NaOH p.a.

5.1.6. Ultrapuur water: 18 Mohm.cm kwaliteit

5.1.7. 4,4'-Dibroombifenyl (interne standaard): p.a.

5.1.8. 4-Bromofluorobenzeen (BFB), voor de controle van de massaspectrometer: in handel verkrijgbaar als moederoplossing

5.1.9. Tolueen-d8 (interne standaard voor headspace-GC/MS): p.a.

5.1.10. Grob testmengsel; dit mengsel bevat volgende verbindingen in concentraties van ca 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

~~*Belangrijke opmerking:*~~
~~Aceton bevat als gevolg van aldolcondensatie 4-hydroxy-4-methyl-2-pentanon (diacetonalkohol); deze verbinding zal in het GC/MS chromatogram waargenomen worden~~

5.1.11. Methanol, CH_3OH: residu-analyse kwaliteit

5.2 OPLOSSINGEN

5.2.1. Interne standaard 4,4'-dibroombifenyl:
Maak oplossingen van 4,4'-dibroombifenyl (5.1.7.) in dichloormethaan (5.1.2.) met concentraties van 50 mg/l en van 0.75 mg/l, en in aceton (5.1.1.) in een concentratie van 50 mg/l
Opmerking:
In de plaats van 4,4'-dibroombifenyl kan een andere apolaire, matig vluchtige en stabiele verbinding als inwendige standaard gekozen worden

5.2.2. Controle van de massaspectrometer 4-bromofluorobenzeen (BFB):
Maak uitgaande van de aangekochte moederoplossing (5.1.8.) een werkoplossing van 50 mg/l BFB in DCM (5.1.2.)

5.2.3. Interne standaard voor headspace-GC/MS analyse:
Maak een oplossing van tolueen-d8 (5.1.9.) in methanol (5.1.11.) in een concentratie van 50 mg/l

5.2.4. NaOH 6N oplossing
4 g NOH (5.1.5.) oplossen in een weinig water (5.1.6.) en nadien aanlengen met water in een maatkolf (4.2.6.) tot 100 ml

6 PROCEDURE

6.1 EXTRACTIE

~~Vooraleer tot de analyse over te gaan wordt steeds het waterig of organisch zijn van het monster nagegaan. Dit gebeurt door voor kleine deelmonsters de mengbaarheid met water en dichloormethaan na te gaan:~~

~~- monsters die mengen met water maar niet met dichloormethaan zijn waterig;~~

http://www.emis.vito.be

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

~~- monsters die mengen met water en dichloormethaan bestaan uit polaire wateroplosbare oplosmiddelen zoals methanol, ethanol, glycol, glycolethers, aceton, methylethylketon, tetrahydrofuraan, acetonitrile, azijnzuur, etc..~~

~~- monsters die niet mengen met water, maar wel met dichloormethaan bestaan uit apolaire verbindingen zoals koolwaterstoffen en gechloreerde koolwaterstoffen.~~

~~Afhankelijk van de aard van het monster en de specifieke wensen van de analyse-aanvrager worden de monsters onderworpen aan dampfasebemonstering, extractie en/of verdunning. De te volgen werkwijze is hieronder weergeven (HS = headspace, (L)LE = (vloeistof)vloeistofextractie).~~

De extractie van watermonsters gebeurt met vloeistof-vloeistofextractie, alternatief kan een vaste fase extractie op een styreendivinylbenzeen adsorbens uitgevoerd worden, met name wanneer verontreiniging met polaire organische verbindingen verwacht wordt (fenolen, vetzuren, ...). Om alle aanwezige organische verbindingen zo goed mogelijk te extraheren, wordt de extractie uitgevoerd bij zowel zure als basische pH. Bestaat het vermoeden van verontreiniging met vluchtige verbindingen (geur, aanwijzing klant, ...) dan wordt voorafgaandelijk een headspace analyse uitgevoerd.

6.1.1 DAMPFASEBEMONSTERING

5 ml van het watermonster wordt in een glazen monsternameflesje van 10 ml (4.2.5.) (headspace vial) gebracht. Hieraan wordt 25 µl van de interne standaard oplossing van tolueen-d8 (5.2.3.) toegevoegd (1.25 µg). Het flesje wordt afgesloten met een septum met PTFE coating en een crimp cap. Het geheel wordt in de headspace-monsterwisselaar geplaatst en gedurende 10 min. opgewarmd bij 70°C. Daarna wordt de dampfase van het monster opgetrokken en in de gaschromatograaf (4.1.1.) geïnjecteerd.

6.1.2 VLOEISTOF-VLOEISTOFEXTRACTIE

De extractie wordt uitgevoerd met dichloormethaan (5.1.2.) die een gekende hoeveelheid 4,4'-dibroombifenyl (5.2.1.) (ongeveer 0.75 mg/l) als interne standaard bevat.

Voeg aan 500 ml watermonster, of indien mogelijk aan de volledige inhoud van de monsterfles, 6 N NaOH (5.2.4.) toe tot de pH van het watermonster groter is dan 11. Breng het watermonster over naar een geschikte scheitrechter (4.2.8.) en voeg hieraan 30 ml dichloormethaan (5.1.2.) toe (indien van toepassing, spoel hiermee voorafgaandelijk de monsterfles). Schud het geheel krachtig gedurende 5 minuten. 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 (5.1.4.). Voeg opnieuw 30 ml dichloormethaan (5.1.2.) toe en schud het geheel krachtig gedurende 5 minuten. 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 (5.1.3.) in een trechter met een zwartband-papierfilter (4.2.10.).

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. De concentratie van 4,4'-dibroombifenyl in het eindextract bedraagt ongeveer 45 mg/l.

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

http://www.emis.vito.be

Opmerking:
In sommige gevallen kan geopteerd worden voor een alternatieve preconcentrering met behulp van vaste fase extractie (zie 6.1.3); vaste fase extractie kan bv. in geval van polaire contaminanten leiden tot betere extractierendementen.

6.1.3 VASTE FASE EXTRACTIE

Voeg aan 500 ml watermonster of indien mogelijk aan de volledige inhoud van de monsterfles 6 N NaOH (5.2.4.) toe tot de pH van het watermonster groter is dan 11.

Gebruik voor de extractie 500 mg adsorbens (4.2.9.). Was het adsorbens door 10 ml aceton (5.1.1.) toe te voegen en het gedurende minstens 3 minuten hiermee in contact te laten vooraleer vacuum te zuigen (4.2.11.). Droog het adsorbens door gedurende 1 minuut vacuum te zuigen. Herhaal de bovenstaande procedure.

Breng 10 ml methanol (5.1.11.) op het adsorbens en laat 3 minuten intrekken. Zuig vacuum tot het solventniveau 1 mm boven het adsorbens staat. Voeg 25 ml ultrapuur water (5.1.6.) toe en trek vacuum. Onderbreek het vacuum wanneer het waterniveau 1 mm boven het adsorbens staat (laat het adsorbens niet droogkomen). Breng het monster op het adsorbens en trek vacuum; vang het filtraat op.

Droog nadat het volledige monster gefiltreerd werd het adsorbens door gedurende 10 minuten lucht doorheen het adsorbens te zuigen. Breng 10 ml desorptievloeistof (aceton (5.1.1.) of alternatief THF), die 1 mg/l 4,4'-dibroombifenyl (5.1.7.) (bevat en waarmee indien van toepassing de leeggemaakte monsterfles gespoeld werd, op het adsorbens en laat gedurende 3 minuten inwerken. Zuig vacuum en vang het eluaat op. Herhaal de desorptiestap met nog tweemaal 5ml vloeistof.

Voeg aan het filtraat van het watermonster HCl (5.1.4.) toe tot de pH 2 bedraagt. Herhaal hiermee, zoals hierboven beschreven staat, de volledige vaste fase extractie met hergebruik van het adsorbens, en vanaf de conditioneringsstap met methanol (5.1.11.).

Droog het gecombineerde extract door dit te laten percoleren doorheen ca. 3 g Na_2SO_4 (5.1.3.) en damp het vervolgens in tot een eindvolume van 1 ml. De concentratie van 4,4'-dibroombifenyl in het eindextract bedraagt ongeveer 40 mg/l.

6.2 GC-MS ANALYSE

6.2.1 GC-MS INSTELLINGEN

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

GC-instellingen

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

MS-instellingen

Brontemperatuur	230°C
Electronenenergie	70 eV
Scan range	35-500 m/z (2)
Scan snelheid	1.63 scans/sec

Solvent delay	6 min (vloeistofinjectie), 0 min (headspace)
Quadrupooltemperatuur	150°C

Injectie

Vloeistofinjectie

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

Headspace (loopinjectie)

oventemperatuur	70°C (water)
looptemperatuur	oventemp. + 10°C
transfer line temp	oventemp. + 20°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

Opm.: de temperatuursprogrammatie dient van die aard te zijn dat C40 nog gedetecteerd kan worden

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 gebruik gemaakt van een apolaire kolom van minstens 50 m: de scheiding dient te gebeuren op basis van kookpunt en de kolom dient voldoende lang te zijn, met een maximale interne diameter van 0.25 µm, om piekoverlapping (en dus het bekomen van onzuivere spectra) te beperken; voor de bepaling van de vluchtige verontreiniging kan indien gewenst gebruik gemaakt worden van een andere kolom met semipolaire fase, dikkere film of grotere diameter.

- Er wordt gestart vanaf m/z 35 om een zo hoog mogelijke signaal-ruis verhouding te bekomen (onderdrukking van het signaal afkomstig van stikstofmoleculen). Dit maakt echter dat methanol, formaldehyde en andere vluchtige verbindingen mogelijk niet detecteerbaar zijn. Wordt de aanwezigheid hiervan vermoed dan wordt een headspace analyse startend vanaf m/z 29 uitgevoerd.

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

6.2.2 TUNING VAN DE MS

Voorafgaandelijk aan de analyses wordt de massaspectrometer, door geschikte keuzen van spanningen voor de verschillende lenzen van het systeem, 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 %

Stel de piekbreedte in op 0.5 amu.

De tuning kan manueel of automatisch verlopen. De tuning wordt dagelijks uitgevoerd.

6.2.3 DATA AQUISITIE

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

6.2.4 DATA ANALYSE

Van elke geregistreerde piek in het chromatogram met signaal/ruis verhouding >20 wordt aan de top van de piek het massaspectrum opgevraagd. Hiervan kan, indien het wenselijk is om een zuiverder spectrum te bekomen, het massaspectrum genomen aan de voet van de piek afgetrokken worden.

Gebruik makend van het in de software aanwezige algoritme wordt het bekomen massaspectrum 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 (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).

Het hele proces van data-analyse kan manueel gebeuren (de operator gaat piek voor piek de identiteit van de verbinding na) of automatisch m.b.v. een in de software aanwezige macro.

6.2.5 INTERPRETATIE VAN DE CHROMATOGRAMMEN, KWANTIFICERING EN RAPPORTERING

Een identificatie wordt als correct aanvaard indien de opgegeven match of quality factor groter is dan 80 %. Worden verschillende verbindingen voorgesteld met voldoende hoge en vergelijkbare match factoren dan wordt die verbinding gekozen die afhankelijk van de herkomst van het genomen monster als meest relevant wordt beschouwd of die overeenkomt met de verwachte verontreiniging. Dikwijls helpt de aanwezigheid van soortgelijke verbindingen in de opgegeven lijst van kandidaatverbindingen, alsook de identiteit van andere in het chromatogram voorkomende verbindingen, de keuze bepalen. Vergelijk in elk geval het geregistreerde spectrum met de beste keuzes uit de bibliotheek. Het kan gebeuren dat de eerste keuze niet de beste is, 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 verschillende massaspectra geven zoals bv. alkanen, (gealkyleerde) polyaromaten, alkylftalaten, alkylbenzenen, enz.. In het verslag wordt bij identificatie van

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

dergelijke verbindingen alleen de klassenaam vermeld tenzij op basis van het spectrum of op basis van de retentietijd uitsluitsel over de ware identiteit kan gegeven worden. Vermeld ev. het koolstofgetal. Benoem wel de 16 EPA polyaromaten.

Probeer zoveel mogelijk triviale namen te gebruiken (ev. vergezeld van de IUPAC benaming) en vermeld het CAS nummer. Tracht ook de verbinding te duiden (bv. desethylatrazine, atrazine metaboliet).

Voor een match factor gelegen tussen 70 en 80 % dienen het geregistreerde spectrum en het spectrum van de voorgestelde verbinding nader bekeken te worden. De voorgestelde verbinding wordt aanvaard indien ze voor het genomen monster als relevant wordt beschouwd en indien voor alle meest karakteristieke ionen een overeenkomst bestaat.

Is de hoogste matchfactor bekomen voor een welbepaalde piek gelegen tussen 50 en 70 %, dan mag in het verslag de verbinding alleen weergegeven worden voorafgegaan van de vermelding vermoedelijk aanwezig, tenzij de verbinding deel uitmaakt van de verwachte verontreiniging.

Van identificaties met match factoren kleiner dan 50 %, wordt normaal geen melding gemaakt in het verslag.

Aan elk van de geïdentificeerde verbindingen kan een geschatte concentratie toegekend worden. De concentratie wordt bepaald uit de verhouding van de piekoppervlakte van de verbinding en deze van 4,4'-dibroombifenyl (tolueen-d8 in geval van dampfase-analyse), voor zover geen andere verbindingen coëlueren met 4,4'-dibroombifenyl (resp. tolueen-d8). Is dit laatste wel het geval dan wordt de piekoppervlakte van 4,4'-dibroombifenyl (resp. tolueen-d8) genomen zoals deze geregistreerd werd voor de solventblanco (zie hieronder).

Vermeld in het verslag de berekende gehalten vergezeld van de clausule: "Indicatief resultaat, niet geschikt voor toetsing aan normen".

Vermeld in het verslag het aantal niet-geïdentificeerde pieken alsook de relatieve bijdrage hiervan tot het totaal.

Indien de analysevraag vergezeld is van een specifieke probleemstelling (bv. patroonherkenning olie, ...) mag van bovenstaande vuistregels m.b.t. rapportering worden afgeweken, en een probleemgericht antwoord geformuleerd worden.

7 KWALITEITSCONTROLE

7.1 SOLVENT/PROCEDUREBLANCO

~~Voor elke analysereeks wordt, in geval van vaste monsters en oliemonsters, 1 µl van het solvent rechtstreeks in de gaschromatograaf geïnjecteerd.~~

Voor watermonsters wordt éénzelfde hoeveelheid solvent, zoals gebruikt wordt voor de extractie en dat 4,4'-dibroombifenyl bevat, ingedampt tot een eindvolume van 1 ml en hiervan wordt 1 µl in de gaschromatograaf geïnjecteerd. In geval van vaste fase extractie van watermonsters wordt het te gebruiken adsorbens met het solvent gespoeld volgens de gewone desorptieprocedure waarna het extract ingedampt en geanalyseerd wordt.

In geval van dampfase-analyse wordt blanco mineraal water geanalyseerd waaraan interne standaard en in geval van bodem/afvalstalen 0.5 ml methanol werd toegevoegd.

De chromatogrammen van de blanco's dienen vrij te zijn van pieken andere dan deze die behoren bij typische solventonzuiverheden ~~(BHT voor THF, diacetonalcohol voor aceton, ...)~~. Bij de interpretatie van chromatogrammen van monsters dient geverifieerd te worden of een

http://www.emis.vito.be

gedetecteerde component niet kan verklaard worden door de bijhorende blanco; in dat geval wordt de component niet gerapporteerd.

7.2 TESTEN VAN DE KOLOMKWALITEIT

Op regelmatige basis wordt de kwaliteit van de kolom getest. Dit gebeurt aan de hand van het Grobmengsel. Het mengsel wordt split geïnjecteerd.

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 (gebruik in geval van split/splitless injectoren vers gereinigde en gedesactiveerde liners; verwijder voorafgaandelijk de eerste halve meter van de kolom). 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

7.3 CONTROLE VAN DE KWALITEIT VAN HET GEREGISTREERDE SPECTRUM

Injecteer bij elke analysereeks 1 µl van de BFB oplossing (5.2.2.), 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 te worden of dient in het ergste geval de ionenbron of zelfs de quadrupool gereinigd te worden.

7.4 CONTROLE VAN DE IDENTIFICATIEPROCEDURE

Analyseer het voor het Grobmengsel (5.1.10) geïnjecteerde chromatogram. Alle aanwezige verbindingen dienen juist geïdentificeerd te zijn. Voor een signaal-ruis verhouding van minimum 50 is de match factor groter dan 80 %.

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

7.5 ANALYSEGANG

Een typische analysegang is schematisch hieronder weergegeven.

Op regelmatige basis :

injecteer het Grobmengsel :
controleer de kolomkwaliteit : **alle verbindingen aanwezig**
registreer het scheidingsgetal : **statistische beheersing OK**
voer een identificatie-analyse uit : **alle verbindingen juist geïdentificeerd**
match factor > 80 % voor S/R ≥ 50

Elke analysereeks :

tune de massaspectrometer naar optimale respons voor m/z 69, 219 en 502 (6.2.2)

injecteer solvent/procedureblanco : **blanco interferentievrij**

injecteer de BFB oplossing : **spectrum conform criteria 7.3**

injecteer de monsterextracten en interpreteer de chromatogrammen conform 6.2.5

8 REFERENTIES

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

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