

## METODEBESKRIVELSE – Gaschromatograf (GC/MS)

### Generelt

Gaschromatografen anvendes til analyse af flygtige komponenter, bl.a. alifatiske, aromatiske og halogenerede forbindelser, herunder chlorerede kulbrinter i poreluften. Kulbrinterne adskilles på GC'ens kapillar-kolonner inden analysen, hvorved optimerede forhold for identificering og kvantificering af enkeltkomponenter opnås.

De adskilte kulbrinter identificeres med en detektor, hvor identifikationen baseres på sammenligning med standardspektre og retentionstider. Kvantificering af de identificerede komponenter kan foretages på baggrund af kalibreringsstandarder.

GC/MS'en kan ved hjælp en NIST (The National Institute of Standards and Technology) database identificere mange 1.000 forskellige flygtige komponenter og foretage en semikvantitativ bestemmelse af indholdet. Ved sammenligning med standardgasser kan der yderligere foretages kvantitative analyser af komponenterne. GC/MS'en registrerer komponenter med molvægte, der ligger mellem 50 og 300 g/mol.

### Tekniske specifikationer og detektionsgrænser

#### GC/MS

**Fabrikat:** Inficon portable GC, model Hapsite Smart Plus  
**Energi:** Internt batteri eller 220 volt  
**Bæregas:** Nitrogen, hydrogen eller helium  
**Detektor:** Massespektrometer  
**Injektor:** Loop  
**Loop typer:** Standard loop og loop med koncentrator muligheder via aktivtkul eller tenax  
**Ovn:** Temperatur mellem 0–200°C. Anbefales mellem 50-200°C  
**Kolonne:** Standard Boiling Point Column (3 meter + 27 meter x 0,32 mm ID x 1 df SPB-1)  
Acrylate Coated fused silica

#### Normal analyseopsætning

- bæregas: nitrogen
- tryk ca. 5 psi
- ovntemperatur 60°C stigende til 120°C
- koncentratorloop med aktivt kul.
- analysetid 9 min ved screening efter ukendte komponenter.
- analysetid 6 min. ved screening for BTEX og olieprodukter.
- analysetid 5 min. ved screening for chlorerede komponenter.

#### Detektionsgrænser

Probing.dk råder over standarder, der gør det muligt at udføre kvalitative og kvantitative analyser af de komponenter, der er anført i nedenstående tabel. Ønskes der kvantitative analyser af andre flygtige komponenter end de nedenstående, kan disse udføres med GC/MS'en, men det fordrer indkøb af specifik standardgas og indkøring af GC/MS'en overfor den nye komponent.

## Detektionsgrænser for GC/MS

Komponent	Enhed	GC/MS <sup>1)</sup>
Vinylchlorid, VC	mg/m <sup>3</sup>	0,005
Dichlormethan, DCM	mg/m <sup>3</sup>	*
1,1-Dichlorethylen, 1,1-DCE	mg/m <sup>3</sup>	0,003
1,1-Dichlorethan, 1,1-DCA	mg/m <sup>3</sup>	*
1,2 Dichlorethan, 1,2 DCA	mg/m <sup>3</sup>	*
Trans-1,2-Dichlorethylen, trans-1,2-DCE	mg/m <sup>3</sup>	0,002
Cis-1,2-Dichlorethylen, cis-1,2-DCE	mg/m <sup>3</sup>	0,002
Chloroform, TCM	mg/m <sup>3</sup>	0,002
1,1,1-Trichlorethan, 1,1,1-TCA	mg/m <sup>3</sup>	0,003
Tetrachlormethan, TeCM	mg/m <sup>3</sup>	0,002
Trichlorethylen, TCE	mg/m <sup>3</sup>	0,001
Tetrachlorethylen, PCE	mg/m <sup>3</sup>	0,001
Benzen	mg/m <sup>3</sup>	0,003
Toluen	mg/m <sup>3</sup>	0,003
Ethylbenzen	mg/m <sup>3</sup>	0,010
m-xylen	mg/m <sup>3</sup>	0,010
o-xylen	mg/m <sup>3</sup>	0,010

\* Kan identificeres og semikvantificeres

1) Med koncentratorloopene er det i realiteten muligt selv at bestemme påvisningsgrænser for GC/MS'en, idet opsamlingsmængden af luft over loopet kan varieres ubegrænset. De angivne påvisningsgrænserne er således de koncentrationer, der anvendes under normale omstændigheder.

Påvisningsgrænserne for enkeltkomponenterne tager udgangspunkt i en kvantificering af enkeltkomponenterne uden indblanding fra komponenter med lignende retentionstider/spektre.

Influeres kvantificeringen af en komponent af andre komponenter, hvilket ofte sker ved analyse af olieprodukter, kan detektionsgrænserne i nogle tilfælde være forhøjede. Ligeledes kan væsentligt forhøjede indhold af enkeltkomponenter i en prøve medføre forhøjede påvisningsgrænser for andre komponenter i den pågældende prøve.

### Metodebeskrivelse

GC/MS'en kalibreres med standardergasser ved hver opstart. Der verificeres med standarderne efter endt analyse eller løbende i forbindelse med større prøveserier og minimum 1 gang dagligt ved en 7 timers arbejdsdag.

Hvis en analyseret prøve viser væsentlige indhold af ét eller flere komponenter, køres en blindprøve på atmosfærisk luft inden næste prøve analyseres. Blindprøven udføres for at sikre, at systemet ikke er kontamineret, inden næste prøve analyseres. Intet udstyr genbruges, før dekontaminering har fundet sted.

Forud for selve prøvetagningen suges atmosfærisk luft gennem hele prøveudtagningssystemet for at kontrollere prøvetagningsudstyret, dvs. sonder, spidser og varmebehandlede 100 ml

prøvetagningsprøjter. Kontrollen foretages ved at sammenligne analysen af denne prøve med analysen af atmosfærisk luft, der samtidig udtages uden om prøvetagningsudstyret.

Før brug dekontamineres glassprøjter á henholdsvis 100 ml samt kanyler ved varmebehandling i minimum ½ time ved 80°C. Dette udstyr bruges kun til én prøve før dekontaminering. I løbet af undersøgelsesperioden foretages rutinemæssigt analyse af atmosfæriske luftprøver for at kontrollere det atmosfæriske baggrundsniveau.

Resultaterne af analysen overføres til en feltlog i form af et excel-ark. Procedure for dette er beskrevet i Probing.dk håndbogen.

Alle chromatogrammer og beregninger kvalitetssikres af en anden faglig kompetent medarbejder end den, der udfører analyserne.