

Bepaling van de concentratie aan acrylonitril Porapakadsorptie/thermische desorptie/gaschromatografie

NEDERLANDSE
VOORNORM

NVN 2796

Air quality – Ambient air – Determination of the concentration of acrylonitrile
Porapak adsorption/thermal desorption/gaschromatography

1e druk, juli 1985

1 Onderwerp

Deze voornorm beschrijft een werkwijze voor de bepaling van de concentratie aan acrylonitril (AN) in buitenlucht, gebruik makend van adsorptie aan porapak N, thermische desorptie en gaschromatografie.

Opmerking

Synoniemen van AN zijn: propeennitril, vinylcyanide.

2 Toepassingsgebied

De methode is van toepassing voor de meting van de concentratie aan AN in lucht in het concentratiegebied van ca. 0,1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ tot 20 mg/m^3 bij een monsternemingstijd van ten hoogste 8 h.

De methode is niet geschikt om momentbepalingen uit te voeren of om snelle fluctuaties in de concentratie te meten.

De ondergrens van het toepassingsgebied wordt bepaald door een aantal parameters:

- het doorbraakvolume van AN; dit volume mag bij de monsterneming niet worden overschreden (zie 3, 8 en bijlage A);
- het ruisniveau van de detector (6.6);
- de grootte van het desorptiemiddel bij lage monsterbelading;
- de blanco waarde van AN in het adsorptiemiddel.

Organische verbindingen, die in de buitenlucht voorkomen en die in de gaschromatografische analyse dezelfde of nagenoeg dezelfde retentietijd hebben als AN, kunnen storen. De storingen kunnen worden opgeheven door een juiste keuze van soort en afmetingen van de gaschromatografische kolom en de condities waaronder de kolom wordt bedreven (6.6).

Veelal blijkt dat ten hoogste 4 liter lucht mag worden bemonsterd per buisje.

Opmerking

Het automatiseren van één of meer onderdelen van de methode is toelaatbaar, mits binnen de beschrijving van de methode wordt gebleven.

3 Definitie

doorbraakvolume van het adsorptiebuisje: Het volume van een standaardmengsel van AN in lucht dat kan worden doorgeleid voordat de uit het adsorptiebuisje komende AN-concentratie 5 % bereikt van de toegepaste concentratie.

4 Beginsel

Een bekend volume monsterlucht wordt met een constant debiet gedurende een bepaalde tijd door een monsterbuisje geleid, dat gevuld is met porapak N als adsorptiemiddel. Het in de monsterlucht aanwezige AN wordt geadsorbeerd.

Het buisje wordt, na belading, overgebracht naar een apparaat geschikt voor thermische desorptie. AN wordt thermisch gedesorbeerd en met behulp van een inerte gasstroom overgebracht naar de kolom van een gaschromatograaf, die voorzien is van een vlamionisatiedetector. De oppervlakte van de resulterende piek in het chromatogram is een maat voor de AN-concentratie van het luchtmonster.

Opmerking

Ook een specifieke stikstof-detector (bijv. NPD) is in principe bruikbaar.

5 Reagentia en hulpstoffen

Gebruik slechts reagentia en water van analysekwaliteit.

5.1 Acrylonitril > 99 % (m/m)

De stof kan water bevatten en moet dan vóór gebruik worden gedestilleerd. De fractie van 76,5 – 78,0 °C is bruikbaar. Koel en in het donker bewaren is noodzakelijk.

Opmerking

Veiligheid:

AN is zeer giftig met acute effecten. Vermijd blootstelling door inademing, inslikken of huidcontact. AN is zeer brandbaar en vormt gemakkelijk explosieve mengsels met lucht bij 3 – 17 % (V/V) AN. AN polymeriseert gemakkelijk onder invloed van sterke zuren, sterke basen of warmte en zonlicht. Daarbij kunnen explosieve mengsels ontstaan. AN is een vermoedelijk carcinogene stof.

5.2 Adsorptiemiddel

Porapak N of gelijkwaardig adsorptiemiddel. Deeltjesgrootte 0,15 – 0,18 mm (80 – 100 mesh). Activeer het adsorptiemiddel, voorafgaand aan het gebruik, door het langzaam in een inerte atmosfeer tot 180 °C te verwarmen en 16 h op die temperatuur te houden. Laat in dezelfde atmosfeer afkoelen.

5.3 Kolomvulling

Porapak Q of gelijkwaardige vulling. Deeltjesgrootte 0,15 – 0,18 mm (80 – 100 mesh).

5.4 Standaardoplossingen

Bereid zeven standaardoplossingen van AN in water door inwegen en verdunnen, met concentraties van 5, 20, 50, 200, 500, 2000 en 10 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$. De houdbaarheid is ten hoogste 1 dag.

5.5 Inert gas

Helium; bij gepakte kolommen is argon of stikstof meestal beter.

6 Apparatuur

6.1 Monsterbuisjes

Glazen of roestvaststalen buisjes, lengte ca. 90 mm, binnenmiddellijn ca. 4 mm, gevuld met 0,4 g geactiveerde porapak N (5.2), op zijn plaats gehouden door plugjes geslaniseerde glaswol of een stalen gaasje. De buisjes moeten bruikbaar zijn voor rechtstreekse toepassing in het te gebruiken thermische desorptieapparaat (6.5).

Opmerkingen

1. De toegestane gebruikstemperatuur van porapak N is ten hoogste 180 °C; daarboven treedt mogelijk ontleding op.
2. Ook andere adsorptiemiddelen op basis van polymeren kunnen worden gebruikt mits het doorbraakvolume en het desorptierendement niet kleiner zijn en de thermische desorptieblanco aanvaardbaar is.
3. Ter controle van een eventuele doorbraak kunnen twee monsterbuisjes in serie worden toegepast.

6.2 Injectiespuit

Nauwkeurige injectiespuit, capaciteit 10 µl, afleesbaar op 0,1 µl.

6.3 Afsluitkapjes

Afsluitkapjes van inert materiaal om de monsterbuisjes lekdicht af te sluiten. Bij handelsbuisjes worden de kapjes veelal meegeleverd.

6.4 Monsternemingsapparatuur

6.4.1 Toestel voor de aanzuiging van lucht

Toestel of installatie waarmee het mogelijk is een nagenoeg constante aanzuiging van lucht te bereiken. De aanzuiging moet tussen twee ijkingen binnen 10 % constant zijn en binnen 5 % gedurende de bemonsteringsperiode.

Mogelijk zijn bijvoorbeeld:

- pomp met regelbare luchtstroom;
- vacuümpomp met kritische opening;
- vacuümpomp met constante drukval over een restrictie.

Een stoffilter ter bescherming van het aanzuigstelsysteem mag alleen achter het adsorptiebuisje worden geplaatst.

6.4.2 Verbindingsleiding

Een lekdichte verbindingsleiding tussen adsorptiebuisje en aanzuigtoestel.

6.4.3 Zeepvliesmeter

Nodig voor het ijken van de pomp.

6.5 Toestel voor thermische desorptie

Toestel geschikt voor het thermisch desorberen van de gebruikte monsterbuisjes bij een temperatuur van 180 °C en voor het overbrengen van de gedesorbeerde AN naar de gaschromatografische kolom met behulp van een inert gas (5.5). Een toestel voorzien van een secundaire concentrering heeft de voorkeur.

Wordt geen secundaire concentrering toegepast dan moet de apparatuur in staat zijn binnen 15 s de eindtemperatuur van 180 °C te bereiken.

6.6 Gaschromatograaf

Een gaschromatograaf, voorzien van een vlamionisatiedetector (FID), die in staat is 0,5 ng AN te detecteren met een signaal-ruisverhouding van ten minste 5 : 1.

Een gaschromatografische kolom die AN kan scheiden van andere componenten.

Het criterium voor de geschiktheid van een kolom is de vergelijkbaarheid van de meetuitkomsten bij een analyse van eenzelfde luchtmonster, gebruik makend van de bedoelde kolom en één of meer kolommen met een stationaire fase van verschillende polariteit.

De kolom heeft een lengte van 2 – 3 m, een inwendige middellijn van 2 – 3 mm, is van roestvast staal vervaardigd en wordt bedreven bij een temperatuur van 180 °C. Bij gebruik van Porapak Q als kolomvulling is de retentietijd voor de AN-piek bij 180 °C ca. 3 minuten. Ook andere kolomvullingen zijn toelaatbaar, als daarmee de beoogde scheidingen kunnen worden verwezenlijkt.

Opmerking

Bij het gebruik van porapak Q bij 180 °C is het mogelijk dat oxidatieproducten van deze stof de detectie storen. Het zuurstofvrij houden van het spoelgas voorkomt deze storing.

7 Bereiden van ijkstandaarden

Standaardconcentraties van AN in lucht of stikstof kunnen in het laboratorium worden gemaakt door verdunning van een bekende hoeveelheid AN in een bekende hoeveelheid lucht (injectietechniek) of met behulp van permeatiebuizen (volgens NEN 2042). In alle gevallen moet worden verdund met AN-vrije vochtige lucht.

8 Monsterneming

Bevestig de verbindingsleiding (6.4.2) aan een representatief monsterbuisje (6.1) en ijk de aanzuigapparatuur (6.4.1), gebruik makend van de zeepvliesmeter (6.4.3).

Plaats de monsternemingsapparatuur op een geschikte plaats en zo mogelijk bij een zodanige temperatuur dat condensatie van water in de apparatuur is uitgesloten. Breek, indien het buisje van glas is, de dichtgesmolten uiteinden af.

Bevestig het monsterbuisje verticaal bij het monsterpunt, met de aanzuigopening naar beneden gericht. Vóór het buisje mag zich geen aanzuigleiding of stoffilter bevinden.

Zet de pomp aan en regel het debiet op ten minste 10 ml/min en ten hoogste 500 ml/min. Noteer of registreer het tijdstip, de temperatuur, het debiet en de luchtdruk op het moment dat de pomp wordt aangezet.

Opmerkingen

1. Het rendement van de monsterneming is 100 % mits de adsorptiecapaciteit van het adsorptiemiddel niet wordt overschreden. Als deze capaciteit wordt overschreden treedt doorbraak op. Het doorbraakvolume is gedefinieerd in hoofdstuk 3 en kan worden bepaald volgens de bijlage. Het doorbraakvolume varieert met de omgevingstemperatuur, de vochtigheid, de AN-concentratie

Bestelformulier

NEN

Stuur naar:

NEN Standards Products & Services
t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214
2600 WB Delft

NEN Standards Products & Services

Postbus 5059
2600 GB Delft

Vlinderweg 6
2623 AX Delft

T (015) 2 690 390
F (015) 2 690 271

www.nen.nl/normshop

Ja, ik bestel

__ ex. NVN 2796:1985 nl Luchtkwaliteit - Buitenlucht - Bepaling van de concentratie aan acrylonitril Porapakadsorptie/thermische desorptie/gaschromatografie € 16.34

Wilt u deze norm in PDF-formaat? Deze bestelt u eenvoudig via www.nen.nl/normshop

Gratis e-mailnieuwsbrieven

Wilt u op de hoogte blijven van de laatste ontwikkelingen op het gebied van normen, normalisatie en regelgeving? Neem dan een gratis abonnement op een van onze e-mailnieuwsbrieven. www.nen.nl/nieuwsbrieven

Retourneren

Fax: (015) 2 690 271
E-mail: klantenservice@nen.nl
Post: NEN Standards Products & Services,
t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214,
2600 WB Delft
(geen postzegel nodig).

Gegevens

Bedrijf / Instelling _____

T.a.v. _____ O M O V

E-mail _____

Klantnummer NEN _____

Uw ordernummer _____ BTW nummer _____

Postbus / Adres _____

Postcode _____ Plaats _____

Telefoon _____ Fax _____

Factuuradres (indien dit afwijkt van bovenstaand adres)

Postbus / Adres _____

Postcode _____ Plaats _____

Datum _____ Handtekening _____

Voorwaarden

- De prijzen zijn geldig tot 31 december 2016, tenzij anders aangegeven.
- Alle prijzen zijn excl. btw, verzend- en handelingskosten en onder voorbehoud bij o.m. ISO- en IEC-normen.
- Bestelt u via de normshop een pdf, dan betaalt u geen handeling en verzendkosten.
- Meer informatie: telefoon (015) 2 690 391, dagelijks van 8.30 tot 17.00 uur.
- Wijzigingen en typfouten in teksten en prijsinformatie voorbehouden.
- U kunt onze algemene voorwaarden terugvinden op: www.nen.nl/leveringsvoorwaarden.