

# Luchtkwaliteit – Werkplekatmosfeer

Bepaling van de concentratie aan ketonen door middel van actieve monsterneming met een adsorptiebuis, vloeistofdesorptie en gaschromatografie

NEDERLANDSE  
VOORNORM

NVN 2967

Air quality – Workplace atmosphere – Determination of the concentration of ketones by active sorbent tube sampling, liquid desorption and gas chromatography

1e druk, november 1992

## 1 Onderwerp

Deze voornorm geeft een beschrijving van de bepaling van de concentratie aan ketonen in werkpleklucht, gebruik makend van actieve monsterneming met een adsorptiebuis, vloeistofdesorptie en gaschromatografie. De algemene werkwijze voor kalibratie, monsterneming en analyse is beschreven in NVN 2947, evenals termen en definities, beginsel, reagentia en hulpstoffen, apparatuur en hulpmiddelen, berekeningen van het desorptierendement en de massaconcentratie in lucht en verslag.

## 2 Toepassingsgebied

De voornorm is van toepassing op de bepaling van de concentratie aan een of meer van de volgende ketonen in werkpleklucht waarbij gebruik wordt gemaakt van een adsorptiebuis gevuld met actieve kool als adsorbens:

ketonen (synoniemen) groep I	CAS nr. 1)
a. 2-propanon (aceton, dimethylketon)	67-64-1
b. methylpropylketon (2-pentanon, ethylaceton)	108-87-9
c. cyclohexanon	108-94-1
d. methylisobutylketon (MIBK, hexon, isobutylmethylketon, 4-methyl-2-pentanon)	108-10-1
e. methylbutylketon (MBK, 2-hexanon, methyl-n-butyl- keton)	591-78-6
f. diisobutylketon (2,6-dimethyl-4-heptanon)	108-83-8
groep II	
g. mesityloxyde (methylisobutenylketon, 4-methyl-3-penteen-2-on)	141-79-7
h. 2-heptanon (methyl – (n-amyl) – keton)	110-43-0
i. 3-heptanon (ethylbutylketon)	106-35-4
j. 5-methyl-3-heptanon (ethylamylketon, EAK, amylethyl- keton)	541-85-5
k. 2-kamfanon (kamfer, 1,7,7-trime- thylbicyclo (2,2,1) heptanon-2)	76-22-2
1) CAS-nr. = Chemical Abstracts Service Registry Number.	

De voornorm is bruikbaar voor een concentratiegebied van 10 tot 1000 mg/m<sup>3</sup> bij een monstervolume van 10 l en een monsternemingsduur van 15 m tot 8 h met uitzondering van aceton. Voor aceton loopt het concentratiegebied van 40 tot 4000 mg/m<sup>3</sup> bij een monstervolume van 2,5 l en een monsternemingsduur van 15 min tot 8 h.

Voor de beperkingen aan het toepassingsgebied zie ook NVN 2947.

Andere componenten, die in de gaschromatografische analyse een gelijke of bijna gelijke retentietijd hebben als de te bepalen stof(fen), kunnen storen. De storing kan worden verkleind door een juiste keuze van kolom en instelling van de gaschromatograaf. De monsternemingsmethode is zowel geschikt voor persoonsgebonden monsterneming als voor plaatsgebonden monsterneming en levert een over een bepaalde tijd gemiddelde concentratie (tijdgewogen gemiddelde, TGG).

Voor een alternatieve bepalingsmethode voor ketonen zie NVN 2968.

## 3 Termen en definities

Voor termen en definities zie NVN 2947.

## 4 Beginsel

Voor de beschrijving van het beginsel zie NVN 2947.

## 5 Reagentia en hulpstoffen

Gebruik alleen reagentia van analysekwaliteit. Zie voor de gevaren die verbonden zijn aan het werken met chemicaliën de desbetreffende Chemiekaart <sup>1)</sup>.

Voor reagentia en hulpstoffen zie NVN 2947 en in het bijzonder:

### 5.1 Ketonen (zie hoofdstuk 2 a t.m. k).

#### Waarschuwing

Vermijd iedere blootstelling door inademing of aanraking met de huid <sup>1)</sup>.

### 5.2 Koolstofdissulfide (CS<sub>2</sub>) als desorptievloeistof voor ketonen uit groep I.

De geschiktheid van de te gebruiken koolstofdissulfide moet worden bevestigd door deze per partij te controleren op de afwezigheid van componenten die gelijktijdig met de te bepalen stof(fen) elueren of op enigerlei wijze kunnen storen. Deze mogen geen grotere responsie van de detector veroorzaken dan 50 ng cyclohexanon bij een injectievolumen van 1 µl. Controleer dit met een kalibratieoplossing van 50 µg/ml.

#### Waarschuwing

Vermijd iedere blootstelling door inademing of aanraking met de huid <sup>1)</sup>.

### 5.3 1 % (V/V) methanol in koolstofdissulfide als desorptievloeistof voor ketonen uit groep II.

De geschiktheid van de te gebruiken methanol en koolstofdissulfide moet worden bevestigd door deze per partij te controleren op de afwezigheid van componenten die gelijktijdig met de te bepalen stof(fen) elueren of op enigerlei wijze kunnen storen. Deze mogen geen grotere responsie van de detector veroorzaken dan 50 ng 3-heptanon bij een injectievolumen

1) Zie Opmerkingen 5 op de laatste bladzijde.

van 1 µl. Controleer dit met een kalibratieoplossing van 50 µg/ml.

*Waarschuwing*

Vermijd iedere blootstelling door inademing of aanraking met de huid <sup>1)</sup>.

#### 5.4 Kalibratieoplossingen.

Voor de bereiding van de kalibratieoplossingen van de te bepalen stof(fen) zie hoofdstuk 7.

## 6 Apparatuur en hulpmiddelen

Voor apparatuur en hulpmiddelen zie NVN 2947 en in bijzonder:

### 6.1 Koolhuisjes

Glazen buisjes, gevuld met 2 secties geactiveerde kokoskool; de voorste sectie moet 100 mg kool bevatten en de achterste sectie 50 mg.

### 6.2 Gaschromatograaf

#### 6.2.1 Detector

De gaschromatograaf moet zijn voorzien van een vlamionisatiedetector die 50 ng cyclohexanon of 3-heptanon per injectie kan detecteren met een signaal – ruisverhouding van ten minste 5 : 1. Controleer dit met een kalibratieoplossing van 50 µg/ml.

#### 6.2.2 Kolom

Optimaliseer de instelling van de gaschromatograaf en de te gebruiken kolom alvorens met de analyses te beginnen.

Geschikte chromatografische kolommen kunnen zijn:

- kolom A: glas, 4 m, binnendiameter 3 mm  
pakking: 10 % SP-2100/0,1% Carbowax 1500 <sup>2)</sup> op Supelcoport 100/120 <sup>3)</sup> of Chromosorb WHP <sup>4)</sup>;
- kolom B: corrosievast staal, 3 m, binnendiameter 3 mm  
pakking: 10 % FFAP op 80/100 Chromosorb W-AW <sup>4)</sup>;
- capillaire kolom: fused silica DB-1.

Temperatuurprogrammering voor kolom A: van 50 naar 170 °C met 10 °C/min.

Temperatuurprogrammering voor kolom B: van 100 naar 200 °C met 10 °C/min.

## 7 Bereiding van kalibratieoplossingen

Bereid vijf kalibratieoplossingen van de te bepalen keton(en) uit groep I in koolstofdissulfide (5.2) en van de te bepalen keton(en) uit groep II in 1 % (V/V) methanol in koolstofdissulfide (5.3).

Als voorbeeld is de werkwijze voor cyclohexanon uitgewerkt.

### 7.1 Oplossingen van cyclohexanon in koolstofdissulfide voor de kalibratie van de gaschromatograaf

Voor de bereiding van kalibratieoplossingen voor de kalibratie van de gaschromatograaf zie NVN 2947.

Weeg ca. 500 mg cyclohexanon af op 0,1 mg nauwkeurig en vul aan tot 10 ml met koolstofdissulfide. Maak een verdunningsreeks in koolstofdissulfide, zodat kalibratieoplossingen worden verkregen van ca. 5000, 1000, 500 en 50 µg/ml.

Bereid onafhankelijk hiervan een controleoplossing van 50 mg/ml door ca. 500 mg cyclohexanon af te wegen op 0,1 mg nauwkeurig en aan te vullen tot 10 ml met koolstofdissulfide.

Gebruik van de kalibratieoplossingen een volume tussen 1 en 5 µl voor de kalibratie van de gaschromatograaf.

### 7.2 Oplossingen van cyclohexanon in koolstofdissulfide voor de bepaling van het desorptierendement

Voor de bereiding van kalibratieoplossingen voor de bepaling van het desorptierendement zie NVN 2947. Weeg ca. 5 g cyclohexanon af op 1 mg nauwkeurig en vul aan tot 10 ml met koolstofdissulfide. Maak een verdunningsreeks in koolstofdissulfide, zodat kalibratieoplossingen worden verkregen van ca. 500, 250, 100, 50 en 5 mg/ml.

Gebruik van de kalibratieoplossingen een volume van 20 µl voor de bepaling van het desorptierendement, zodat dit wordt bepaald over 5 beladingsniveaus in het gebied van 100 µg tot 10 mg cyclohexanon.

## 8 Kalibratie

Voer de kalibratie van de gaschromatograaf en de bepaling van het desorptierendement uit volgens NVN 2947.

## 9 Monsterneming

Voer de monsterneming uit volgens NVN 2947.

Zet de pomp aan met een debiet tussen 10 en 200 ml/min voor een monsternemingsduur tussen 8 h en 15 min. Optimaliseer dit debiet voor de te bepalen stof(fen), rekening houdend met het doorbraakvolume, de relatieve vochtigheid en de aanwezigheid van andere ketonen in hoge concentraties.

Het monstervolume voor ketonen uit groep I bedraagt 1 – 10 l met uitzondering van aceton: hiervoor bedraagt het monstervolume 0,5 – 3 l.

Het monstervolume voor ketonen uit groep II bedraagt 1 – 25 l.

In tabel 1 zijn evaluatiegegevens, voor zover bekend, uit laboratoriumexperimenten vermeld. Tabel 1 geldt voor droge lucht. Het doorbraakvolume heeft betrekking op het bovenste deel van het per stof aangegeven concentratiegebied; het desorptierendement is het gemiddelde in het per stof aangegeven concentratiegebied.

*Opmerking*

Daar de bepaling van cyclohexanon sterk wordt beïnvloed door de aanwezigheid van andere componenten wordt in een OSHA-methode Chromosorb 106 <sup>4)</sup> als adsorbens voorgeschreven, waarbij het desorptierendement 97,5 % bedraagt.

## 10 Analyse

Voer de analyse van de monsters uit volgens NVN 2947.

Desorbeer de monsters en de blanco van ketonen uit groep I met 1 ml gekoelde (0 °C) koolstofdissulfide (5.2) en van ketonen uit groep II met 1 ml gekoelde (0 °C) 1 % (V/V) methanol in koolstofdissulfide (5.3).

Laat het vervolgens onder af en toe omzwenken gedurende ten minste 30 min op kamertemperatuur komen.

Analyseer de verkregen oplossing binnen 2 h.

- 1) Zie Opmerkingen 5 op de laatste bladzijde.
- 2) Carbowax is een handelsnaam van Union Carbide Corp.
- 3) Supelcoport is een handelsnaam van Supelco Inc.
- 4) Voor verklaring van deze handelsnamen zie NVN 2947.

# Bestelformulier

# NEN

## Stuur naar:

NEN Uitgeverij  
t.a.v. afdeling Marketing  
Antwoordnummer 10214  
2600 WB Delft

## NEN Uitgeverij

Postbus 5059  
2600 GB Delft

Vlinderweg 6  
2623 AX Delft

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

[www.nen.nl/normshop](http://www.nen.nl/normshop)

## Ja, ik bestel

\_\_ ex. NVN 2967:1992 nl Luchtkwaliteit - Werkplekatmosfeer - Bepaling van de concentratie aan ketonen door middel van actieve monsterneming met een adsorptiebuis, vloeistofdesorptie en gaschromatografie € 16.10

**Wilt u deze norm in PDF-formaat? Deze bestelt u eenvoudig via [www.nen.nl/normshop](http://www.nen.nl/normshop)**

Stel uw vraag aan  
Klantenservice via:

[@NEN\\_webcare](https://twitter.com/NEN_webcare)

## 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](http://www.nen.nl/nieuwsbrieven)

## Retourneren

Fax: (015) 2 690 271  
E-mail: [marketing@nen.nl](mailto:marketing@nen.nl)  
Post: NEN Uitgeverij,  
t.a.v. afdeling Marketing  
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 2015, 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](http://www.nen.nl/leveringsvoorwaarden).