

Ministerieel besluit tot goedkeuring van het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

Rechtsgronden

Dit besluit is gebaseerd op:

- het decreet van 5 april 1995 houdende algemene bepalingen inzake milieubeleid, artikel 5.4.1, ingevoegd bij het decreet van 25 april 2014, en artikel 5.6.5, ingevoegd bij het decreet van 25 april 2014 en gewijzigd bij het decreet van 8 december 2017;
- het besluit van de Vlaamse Regering van 1 juni 1995 houdende algemene en sectorale bepalingen inzake milieuhygiëne, artikel 1.1.2, het laatst gewijzigd bij het besluit van de Vlaamse Regering van 10 juni 2022;
- het besluit van de Vlaamse Regering van 19 november 2010 tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu, artikel 45, §1, tweede lid, ingevoegd bij het besluit van de Vlaamse Regering van 3 mei 2019.

Vormvereisten

De volgende vormvereisten zijn vervuld:

- De afdeling Gebiedsontwikkeling, Omgevingsplanning en -projecten van het Departement Omgeving heeft een voorstel tot wijziging van het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) gedaan op (datum);
- De Vlaamse toezichtcommissie voor de verwerking van persoonsgegevens heeft advies nr. ... gegeven op (datum);
- Dit ontwerp werd op (datum) meegedeeld aan de Europese Commissie, met toepassing van artikel 5 van richtlijn (EU) 2015/1535 van het Europees Parlement en de Raad van 9 september 2015 betreffende een informatieprocedure op het gebied van technische voorschriften en regels betreffende de diensten van de informatiemaatschappij;
- De Raad van State heeft advies ... gegeven op (datum) met toepassing van artikel 84, §1, eerste lid, 2°, van de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973;
- De Gegevensbeschermingsautoriteit heeft het advies nr. ... gegeven op (datum).

Motivering

Dit besluit is gebaseerd op de volgende motieven:

- Ten gevolge van internationale en Vlaamse ontwikkelingen en recent onderzoek zijn aanpassingen aan een aantal bestaande methoden in het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) noodzakelijk.
- Volgens artikel 45 van het VLAREL passen erkende laboratoria voor de monsternemingen, beproevingen, metingen en analyses waarvoor ze erkend zijn, de methoden toe van de compendia voor water (WAC), lucht (LUC), bodembescherming (BOC), het mestdecreet (BAM) en het materialen- en bodemdecreet (CMA). Tussen de compendia bestaan er kruisverwijzingen.
- Om praktische, organisatorische en juridische redenen voor zowel de laboratoria, de overheid als de opdrachtgevers is eenzelfde datum van inwerkingtreding voor alle compendia aangewezen. Als datum wordt 15 januari 2023 vooropgesteld. De laboratoria zijn op de hoogte gebracht van het nieuwe compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC), dat online geraadpleegd kan worden.
- De verwerking van de persoonsgegevens van de monsternemer zijn rechtmatig op basis van artikel 6, 1, e) algemene verordening gegevensbescherming, met name voor de vervulling van een taak van algemeen belang of van een taak in het kader van de uitoefening van het openbaar gezag dat aan de verwerkingsverantwoordelijke is opgedragen. De bewaartermijnen worden geregeld via o.a. artikel 49 en 50 VLAREL en het Bestuursdecreet van 7 december 2018.

Juridisch kader

Dit besluit sluit aan bij de volgende regelgeving:

- het ministerieel besluit van 16 juni 2023 houdende de goedkeuring van het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC).

DE VLAAMSE MINISTER VAN JUSTITIE EN HANDHAVING, OMGEVING, ENERGIE
EN TOERISME BESLUIT:

Artikel 1. Het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht, afgekort LUC, en de bijhorende inhoudstafel, die opgenomen zijn in de bijlage die bij dit besluit is gevoegd, worden goedgekeurd.

Art. 2. De verwerking van persoonsgegevens door het departement, de Vlaamse Milieumaatschappij en het referentielaboratorium van het Vlaamse Gewest in het kader van de toepassing van het compendium vermeld in artikel 1 is beperkt tot de naam van de monsternemer en de datum, het uur en de plaats van de monsternemingen. De locatiedata worden enkel gebruikt voor de wettelijk voorziene doeleinden.

Art. 3. Het ministerieel besluit van 16 juni 2023 houdende de goedkeuring van het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) wordt opgeheven.

Art. 4. Dit besluit heeft uitwerking met ingang van 15 januari 2024.

Brussel, (datum).

De Vlaamse minister van Justitie en Handhaving, Omgeving, Energie en
Toerisme,

Zuhal DEMIR

Bijlage. Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) als vermeld in artikel 1

Inhoudstafel van het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

DEEL 0. ALGEMEEN

Meetplaats in het gaskanaal	LUC/0/001	oktober 2020
Meting van afgastemperatuur	LUC/0/002	september 2017
Bepaling van water in een geleide gasstroom	LUC/0/003	april 2023
Meting van gassnelheid en volumedebiet in een gaskanaal	LUC/0/004	juni 2023
Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen	LUC/0/005	mei 2023
Voorwaarden voor rapportering van monsternamingsgegevens en analyseresultaten door een erkend laboratorium	LUC/0/006	juli 2017
Monsterconservering en -bewaring	LUC/0/007	mei 2023

DEEL I. STOFVORMIGE COMPONENTEN MET ISOKINETISCHE BEMONSTERING

Bepaling van het stofgehalte in een gaskanaal	LUC/I/001	oktober 2018
Bepaling van de stofvormige fractie van metalen in een gaskanaal	LUC/I/002	september 2019
Bepaling van de massaconcentraties PM ₁₀ en PM _{2,5} in een geleide gasstroom met behulp van tweetrapsimpactoren	LUC/I/003	september 2017

DEEL II. GASVORMIGE AFGASCOMPONENTEN MET MEETTOESTELLEN GEMETEN

Bemonstering voor afgassen en analyse van CO, CO₂, SO₂, NO_x, O₂ en TOC met monitoren	LUC/II/001	mei 2023
Bepaling van de concentratie PER (tetrachlooretheen) in de lucht van textielreinigingsmachines die gebruikmaken van PER als reinigingsmiddel	LUC/II/002	oktober 2016

DEEL III. GASVORMIGE COMPONENTEN OF TOTAAL (GAS+STOF), (NAT)CHEMISCHE BEMONSTERING

Bepaling van de concentratie aan gasvormige anorganische chloriden in een afgaskanaal, uitgedrukt als HCl	LUC/III/001	september 2017
Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal	LUC/III/002	september 2019
Bepaling van het gehalte gasvormig of totaal NH₃ in een gaskanaal	LUC/III/003	mei 2023
Bepaling van het gehalte gasvormig formaldehyde in een geleide gasstroom	LUC/III/004	april 2023

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal	LUC/III/005	september 2017
Bepaling van de concentratie van gasvormige fluoriden in een afgaskanaal, uitgedrukt als HF	LUC/III/006	oktober 2018
Natchemische bepaling van SO _x in een gaskanaal	LUC/III/008	oktober 2018
Bepaling van het gehalte gasvormig HCN in een gaskanaal	LUC/III/009	september 2017
Bepaling van het totale gehalte (som van de stofvormige en gasvormige fractie) aan metalen in een gaskanaal	LUC/III/010	september 2019

DEEL IV. VLUCHTIGE ORGANISCHE STOFFEN

A. Monstername

Bemonstering van individuele vluchtige organische stoffen in een gastroom	LUC/IV/000	februari 2023
----------------------------------------------------------------------------------	-------------------	----------------------

B. Analyse

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde aromatische koolwaterstoffen met GC-MS	LUC/IV/001	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde alifatische halogeenkoolwaterstoffen met GC-MS	LUC/IV/002	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde glycolethers met GC-MS	LUC/IV/003	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde esters en acrylaten met GC-MS	LUC/IV/004	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde olefinische koolwaterstoffen met GC-MS	LUC/IV/005	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde paraffinische koolwaterstoffen met GC-MS	LUC/IV/006	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde ketonen met GC-MS	LUC/IV/007	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde ethers met GC-MS	LUC/IV/008	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde alcoholen met GC-MS	LUC/IV/009	oktober 2017
De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde dimethylformamide met GC-MS	LUC/IV/010	november 2017
Gecombineerde methode voor de kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde vluchtige organische stoffen met GC-MS	LUC/IV/011	november 2018

Gecombineerde methode voor de kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde vluchtige organische stoffen met GC-MS	LUC/IV/012	oktober 2018
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------	--------------

DEEL V. ZEER VLUCHTIGE ORGANISCHE STOFFEN DIE IN GASVORM BEMONSTERD WORDEN

Bepaling van zeer vluchtige organische stoffen (ZVOS) in emissies met behulp van gaschromatografie	LUC/V/001	september 2017
----------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------	----------------

DEEL VI. ZWARE COMPONENTEN MET MEERFASENBEMONSTERING (DIOXINES, PAK's, PCB's)

Bepaling van het gehalte aan PAK's	LUC/VI/001	september 2019
Bepaling van het gehalte aan PCDD's, PCDF's en dioxineachtige en merker PCB's	LUC/VI/002	september 2021

DEEL VII. DIFFUSE EMISSIES, EMISSIEFACTOREN, RENDEMENTSBEPALING EN DERGELIJKE

NH ₃ -rendementsbepaling van luchtwassers bij stalsystemen	LUC/VII/001	april 2022
Bepaling van trichlooramine in zwembadlucht	LUC/VII/002	oktober 2016

Het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

Het compendium vermeld in artikel 1 is in extenso beschikbaar via de website <https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc> met als kenmerk MB 2024.

Gezien om gevoegd te worden bij het ministerieel besluit van (datum) tot goedkeuring van het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC).

Brussel, (datum).

De Vlaamse minister van Justitie en Handhaving, Omgeving, Energie en Toerisme,

Zuhal DEMIR

Bepaling van water in een geleide gasstroom

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Principe	4
3	Aanvullingen of afwijkingen t.o.v. de norm	4
4	Uitrusting	5
4.1	<i>Condensatie/adsorptie methode</i>	5
4.1.1	Opstelling	5
4.1.2	Apparatuur	6
4.2	<i>Adsorptiemethode</i>	7
4.2.1	Opstelling	7
4.2.2	Apparatuur	8
4.3	<i>Absorptie in zwavelzuur</i>	8
4.3.1	Opstelling	8
4.3.2	Apparatuur en reagentia	8
5	Bemonsteringsprocedure	10
6	Berekeningen	11
6.1	<i>Condensatie/adsorptie- of adsorptiemethode</i>	11
6.2	<i>Absorptie in zwavelzuur</i>	12
6.3	<i>Verzadigde gasstromen</i>	12
7	Aandachtspunten	13
7.1	<i>Condensatie/adsorptie methode</i>	13
7.2	<i>Absorptie in zwavelzuur</i>	13
8	Validatie	14
9	Bepaling van de meetonzekerheid	14
10	Alternatieve methodes	15
10.1	<i>Psychrometrie</i>	15
10.2	<i>Bepaling van het waterdampgehalte door condensatie</i>	16
10.3	<i>Capacitieve vochtsonde</i>	16
11	Referenties	16

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Het ~~vocht~~waterdampgehalte van een gas moet gemeten worden voor de bepaling van de gassnelheid en het volumedebiet, voor de omrekening van concentraties naar standaardomstandigheden (droog gas) en voor de instelling van het isokinetisch aanzuigebiet. Deze procedure is van toepassing voor het bepalen van het gehalte aan waterdamp in gekanaliseerde gasstromen of gasstromen in schoorstenen.

Voor de bepaling van het waterdampgehalte ~~in een gaskanaal~~ van een afgas, is volgende norm van toepassing:

- EN 14790: Stationary source emissions – Determination of the water vapour in ducts

Deze norm geldt behalve voor punten waar expliciet andere eisen onder §3 worden opgelegd. In deze compendiumprocedure worden de belangrijkste aspecten van deze norm toegelicht. Naast de referentiemethode kunnen ook de andere toegelaten methoden zoals vermeld in onderstaande tabel gebruikt worden.

Referentiemethode	Andere toegelaten methoden
<ul style="list-style-type: none"> • EN 14790 (Condensatie/adsorptie- of adsorptiemethode) 	Absorptie in zwavelzuur volgens een door VITO gevalideerde methode (mits voldaan aan 30 minuten bemonsteringsduur)

De beschreven methoden zijn enkel van toepassing voor onverzadigde gasstromen en gasstromen waarin geen waterdruppels aanwezig zijn. De hoeveelheid water in gasfase wordt dus bepaald.

Indien het watergehalte gekend moet zijn voor omrekening van nat naar droog, dan moet bij twijfel over de aanwezigheid van druppels in de gasstroom en dus verzadiging van de gasstroom, altijd een bemonstering worden uitgevoerd volgens de voorgeschreven methodes tenzij het watergehalte kleiner is dan 2 vol%. Indien het met bovenstaande methoden gemeten watergehalte groter is dan het theoretisch berekende of uit tabel afgeleide watergehalte voor verzadigde gassen bij de temperatuur van het rookgas, dan is de gasstroom verzadigd en is de meetwaarde ongeldig. In dat geval kan het watergehalte voor verzadigde gassen bij de temperatuur van het rookgas opgegeven worden.

Indien de aanwezigheid van druppels enkel aangetoond moet worden voor keuze van de bemonsteringsmethode van de VOS of om na te gaan of een isokinetische monsterneming van de wateroplosbare componenten vereist is, dan kan dit eveneens door toepassing van psychrometrie (zie 10.1). Indien de methode uitwijst dat de gasstroom niet verzadigd is, moet nog steeds een monsterneming conform EN 14790 of absorptie in zwavelzuur worden uitgevoerd om te kunnen beslissen of niet isokinetisch mag bemonsterd worden, tenzij het watergehalte kleiner is dan 2 vol%.

2 PRINCIPE

De norm EN 14790 schrijft een adsorptie of een gecombineerde condensatie/adsorptie methode voor als referentiemethode. De gasstroom wordt ontstoofd en alle delen voor de wateropvangende moeten verwarmd zijn. De totale massa opgevangen water wordt gravimetrisch bepaald.

Een evenwaardige alternatieve methode is de absorptie van water in geconcentreerd zwavelzuur (96%). Een gekende hoeveelheid rookgas wordt met een debiet van 5 à 6 l/min aangezogen doorheen een voorgewogen wasfles met geconcentreerd zwavelzuur (Swaans et al, 1998). De gewichtstoename van de wasfles samen met deze van de aanzuigsonde is een maat voor de waterinhoud van het gas. Bij deze methode wordt gebruik gemaakt van het uitgesproken hygroscopisch karakter van geconcentreerd zwavelzuur. De door VITO gevalideerde methode waarnaar verwezen wordt, is geldig voor het bepalen van water in gasstromen met watergehaltes van 0,04 tot 40% (0,0004 tot 0,536 kg/Nm³dr). Voor watergehaltes tot 15% wordt een bemonsteringsvolume van 50 l bij een aanzuigdebiet van 5 à 6 liter/min voorgeschreven wat dus overeenkomt met een bemonsteringsduur van ongeveer 10 minuten. Bij nog hogere watergehaltes wordt het aanzuigvolume en dus de bemonsteringsduur volgens deze methode verder vermindert (zie '5 Bemonsteringsprocedure'). Volgens de Europese norm EN 14790 bedraagt de minimum bemonsteringsduur voor de watergehaltebepaling 30 minuten. Om hieraan te kunnen voldoen met de gevalideerde VITO-zwavelzuurmethode, moeten achtereenvolgende bemonsteringen worden uitgevoerd totdat een totale meetperiode van 30 minuten beschikbaar is (zie '5 Bemonsteringsprocedure'). Alternatief is een verhoging van het volume geconcentreerd zwavelzuur eveneens toegelaten mits voldaan is aan de voorwaarden die onder hoofdstuk 5 zijn vastgelegd.

Aangezien de scope van deze methode beperkt is tot niet verzadigde gasstromen zonder druppels, wordt de bemonstering bij een constant aanzuigdebiet uitgevoerd.

3 AANVULLINGEN OF AFWIJINGEN T.O.V. DE NORM

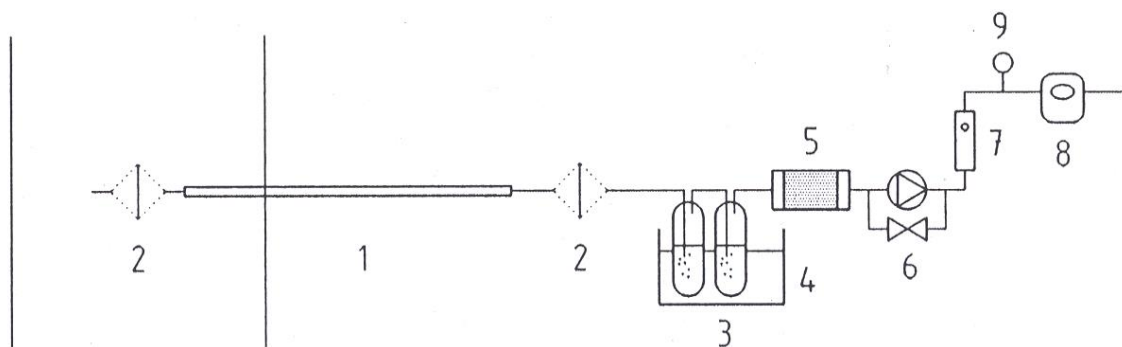
- Het watergehalte dient minstens als een halfuursgemiddelde te worden bepaald;
- Het watergehalte moet minstens door adsorptie en weging worden bepaald. Condensatie alleen is niet voldoende tenzij het watergehalte enkel vereist is voor de snelheidsmeting;
- Gebruik van een niet-verwarmde sonde en aanzuigleiding is eveneens toegestaan op voorwaarde dat deze voor en na de bemonstering mee gewogen wordt;
- Een balans moet in de nabijheid van de meetplaats aanwezig zijn indien het watergehalte nodig is om een isokinetische bemonstering uit te voeren. In het andere geval mag ook na de metingen afgewogen worden.
- Bij de balans dient een controlegewicht en minimaal een vast afwijkingscriterium aanwezig te zijn. Bij een overschrijding van het criterium dient een aangepaste actie ondernomen te worden.
- De voorwaarden voor uitvoering van de lekttest staan beschreven in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005);
- De voorwaarden waarbij de gasvormige componenten in niet-verzadigde gasstromen op 1 punt gemeten mogen worden, zijn in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005) opgenomen. Indien hieraan niet voldaan is, dan moet een rastermeting worden uitgevoerd.

4 UITRUSTING

4.1 CONDENSATIE/ADSORPTIE METHODE

4.1.1 OPSTELLING

Figuur 1 geeft een mogelijke opstelling voor de condensatie/adsorptie methode volgens EN 14790. Een deel van het afgas wordt via een verwarmde sonde aangezogen uit de **schoorsteen schouw** en via een condensatie- en adsorptie-eenheid over de gasmeter gestuurd. **De EN 14790 (8.3) stelt dat de wasflessen voor condensatie bij aanvang van de monsterneming deels met water (volume < dan de helft van het volume van de wasfles) gevuld moeten zijn.**



1	verwarmde sonde	6	Pomp
2	verwarmde filter (in of buiten de schouw)	7	Gasdebietsmeter
3	impingers of absorbers	8	Gasvolumemeter
4	koeling (optioneel)	9	temperatuur- en drukmeting
5	adsorptiepatroon		

Figuur 1: Opstelling condensatie/adsorptie methode voor de watergehaltebepaling (bron: EN 14790)

VITO heeft **initieel** validatie van een dergelijke methode uitgevoerd waarbij de condensatietrap **bestaat bestond** uit een lege impinger en de adsorptietrap uit een impinger gevuld **met nieuw aangekochte** silicagel (Swaans et al, 2006). Tijdens validatie van deze methode werden beide impingers in een ijsbad geplaatst.

Uit recentere testen bleek dat het deels vullen met water van de wasflessen voor condensatie bij gebruik van geregenereerde silicagel in een verhoging van het rendement van de bepaling van het watergehalte met zo'n 4% resulteerde (zie volgende tabel: bij de eerste test met lege wasfles gevolgd door een wasfles gevuld met silicagel bedraagt het rendement 95,4 % terwijl dit bij de andere 5 testen met wasfles deels gevuld met water en wasfles met silicagel gemiddeld $99,3 \pm 0,4$ % was). Om deze rendementsdaling bij geregenereerde silicagel te vermijden, wordt voorgeschreven om de wasfles(sen) voor condensatie bij aanvang deels met water te vullen conform EN 14790.

Bijkomende validatietesten van de condensatie/adsorptiemethode

Test	Watergeneratie H ₂ O volumeconc, in %	Meting H ₂ O volumeconc, in %	Opstelling	Rendement meetmethode (meting/generatie) %
1	10,33	9,85	Lege WF + WF silicagel	95,4
2	10,33	10,27	WF met water +WF silicagel	99,4
3	10,33	10,23	WF met water +WF silicagel	99,0
4	10,33	10,22	WF met water +WF silicagel	98,9
5	10,33	10,31	WF met water +WF silicagel	99,8
6	10,33	10,24	WF met water +WF silicagel	99,1

WF: wasfles

4.1.2 APPARATUUR

Alle onderdelen van de bemonsteringsapparatuur vóór de waterverwijdering moeten verwarmd zijn en uit materiaal bestaan dat geen water absorbeert en niet reageert. Roestvrij staal, kwarts- of borosilicaatglas, PTFE en titaan zijn toegelaten. In afwijking van de EN 14790 is gebruik van een niet verwarmde sonde en aanzuigleiding eveneens toegestaan op voorwaarde dat deze voor en na bemonstering mee gewogen worden.

4.1.2.1 SONDE

De sonde is voorzien van een filter in of buiten de schouw en van een verwarmde mantel die op tenminste 120°C is ingesteld en 20°C hoger dan het (zuur)dauwpunt van de gassen. Als de filter zich buiten de schouw bevindt, moet het filterhuis eveneens verwarmd zijn.

4.1.2.2 FILTER EN FILTERHOUDER

Stofdeeltjes die in de condensflessen terechtkomen, worden mee gewogen. Een filter kan standaard gebruikt worden, maar is in principe enkel noodzakelijk bij hoge stofgehaltenes en hoge aanzuigdebieten. Verschillende types van filters kunnen gebruikt worden rekening houdend met een minimale verblijftijd van het gas.

Bij aansluiting van de filterhouder op de sonde moeten koude zones vermeden worden.

4.1.2.3 OPVANGENHEID VOOR WATER

De opvangeneheid voor water bestaat bij deze methode uit:

- a) condensatietrap met een optioneel koelsysteem (bijvoorbeeld ijskoeling van de impingers of een cryogeen systeem)
- b) adsorptietrap: patroon, impinger of absorber gevuld met een geschikt droogmiddel zoals gekleurde silicagel

De temperatuur na de condensatietrap moet zo laag mogelijk zijn. De verkleuring van de hoeveelheid silicagel in de laatste impinger of patroon mag maximaal 50% bedragen.

4.1.2.4 AANZUIGLEIDING

Elk type van materiaal dat tegen hoge temperaturen bestand is, dat geen water absorbeert en niet reageert kan als aanzuigleiding gebruikt worden (bijvoorbeeld **PTFE teflon**). Als de aanzuigleiding niet verwarmd wordt en dus condensatie kan plaatsvinden, moet deze mee gewogen worden.

4.1.2.5 POMP EN GASMETER

De pomp moet lekvrij zijn. Een natte of droge gasmeter kan als volumemeter gebruikt worden. De gasvolumemeter moet gekalibreerd zijn bij het debiet dat tijdens de bemonstering wordt ingesteld. De maximum toegelaten relatieve uitgebreide meetonzekerheid is opgenomen in procedure LUC/0/005.

De gasmeter is voorzien van een thermometer gespecificeerd onder 4.1.2.6.

4.1.2.6 THERMOMETER

De thermometer moet een lage thermische inertie hebben. Een Pt-100 weerstand of een thermokoppel kan bijvoorbeeld gebruikt worden.

De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid op de temperatuurmeting is opgenomen in procedure LUC/0/005.

4.1.2.7 BAROMETER

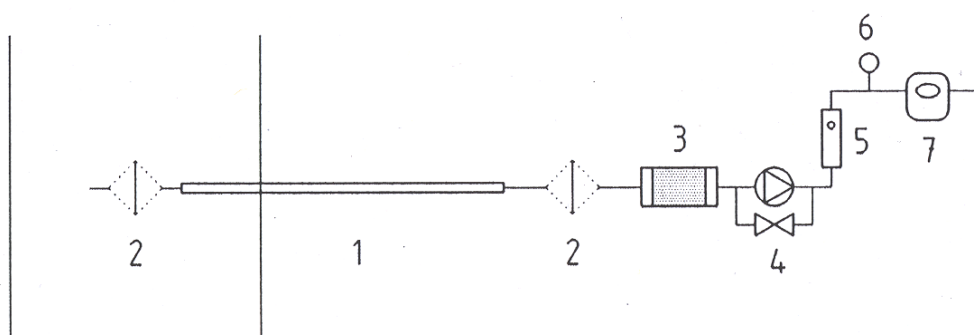
De barometerdruk moet gekend zijn voor omrekening van het aangezogen volume naar standaardomstandigheden (0°C **273,15 K** en **1013,25 hPa mbar**). De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid op de absolute drukmeting is opgenomen in procedure LUC/0/005.

4.1.2.8 BALANS

De resolutie van de balans moet gelijk of beter zijn dan 0,1 g of 2,0% van het te meten gewicht aan water (EN 14790 punt **65.10**).

4.2 ADSORPTIEMETHODE

4.2.1 OPSTELLING



- | | | | |
|---|------------------------------------------|---|----------------------------|
| 1 | verwarmde sonde | 5 | Gasdebietmeter |
| 2 | verwarmde filter (in-stack of out-stack) | 6 | temperatuur- en drukmeting |
| 3 | adsorptiepatroon | 7 | Gasvolumemeter |
| 4 | pomp | | |

Figuur 2: Opstelling adsorptiemethode voor de watergehaltebepaling (bron: EN 14790)

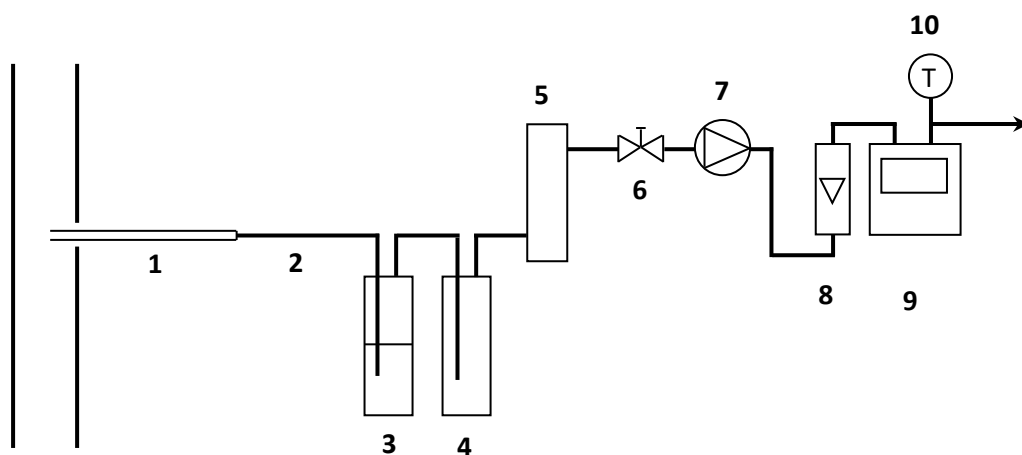
4.2.2 APPARATUUR

De apparatuur van de adsorptiemethode is gelijkaardig aan die van de condensatie/adsorptie methode onder 4.1.2 maar de opvangenheid voor water bestaat hier enkel uit een adsorptietrap (zonder voorafgaande condensatietrap). De verkleuring van de hoeveelheid silicagel mag maximaal 50% bedragen. Bij watergehaltenes groter dan 10% of bij te hete rookgassen of te hoge buitentemperaturen, is het aangewezen om een voorafgaande koeltrap (=lege deels met water gevulde impinger in een ijsbad voor voorafgaande condensatie) toe te passen.

4.3 ABSORPTIE IN ZWAVELZUUR

4.3.1 OPSTELLING

Figuur 3 geeft de opstelling ter bepaling van het waterdampgehalte door absorptie in zwavelzuur. Deze methode werd door VITO gevalideerd (Swaans et al, 1998).



1	aanzuigsonde (eventueel met filter)	6	ventiel
2	aanzuigleiding	7	pomp
3	impinger met H ₂ SO ₄	8	rotameter
4	veiligheidsimpinger	9	gasmeter
5	silicagelpatroon	10	thermometer

4+5=optioneel ter bescherming van de pomp en gasmeter

Figuur 3: Bepaling van het waterdampgehalte via absorptie in zwavelzuur

4.3.2 APPARATUUR EN REAGENTIA

4.3.2.1 SONDE

Analoog aan 4.1.2.1 bij gebruik van een verwarmde sonde. Indien de sonde en de aanzuigleiding niet verwarmd zijn moeten zij vóór en na de bemonstering kunnen gewogen worden.

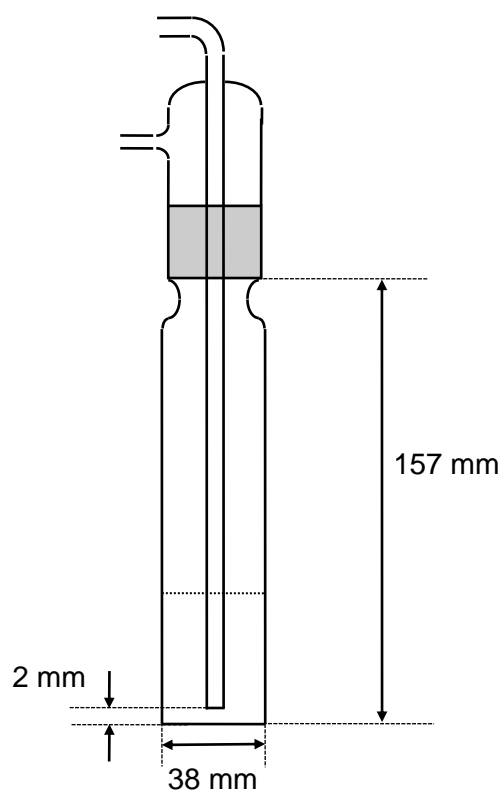
Een filter kan standaard gebruikt worden, maar is in principe enkel noodzakelijk bij hoge stofgehaltenes, aangezien het aanzuigdebiet doorheen de wasfles beperkt is. Er moet dan wel

nagegaan worden vanaf welk stofgehalte een interferentie op de gewichtsbepaling van het zwavelzuur plaatsvindt.

4.3.2.2 WASFLES

De absorptie-efficiëntie is afhankelijk van de hoeveelheid gebruikt zwavelzuur, van de concentratie van het zwavelzuur en van het type wasfles of impinger. Daarom moet de methode bij gebruik van een bepaald type wasfles/impinger gevalideerd worden en moet steeds eenzelfde type gebruikt worden voor de eigenlijke metingen.

Door VITO werd validatie van de methode uitgevoerd met een wasfles (Egilabo) zonder frit of vernauwing (zie figuur 4). Het gewicht van de gevulde wasfles na bemonstering moet weegbaar zijn op een analytische balans van 400 g (inwendige diameter van het insteekstuk bedraagt 5 mm). Bij deze gevalideerde VITO-methode wordt de wasfles tot aan de maatstreep (± 50 ml) met zwavelzuur (96 gewichts%) gevuld. Het zwavelzuur kan tot een concentratie van 90 gewichts% gebruikt worden of tot een gewichtstoename van ongeveer 6,5 gram per 50 ml H_2SO_4 .



Figuur 4: Afmetingen gevalideerde wasfles (Swaans et al, 1998)

4.3.2.3 POMP EN GASMETER

Analoog aan 4.1.2.5.

4.3.2.4 THERMOMETER

Analoog aan 4.1.2.6.

4.3.2.5 BAROMETER

Analoog aan 4.1.2.7.

4.3.2.6 BALANS

Analoog aan 4.1.2.8.

4.3.2.7 ABSORPTIEVLOEISTOF

Als absorptievloeistof wordt bij deze methode geconcentreerd zwavelzuur (concentratie 96%) gebruikt. Het zwavelzuur kan tot een concentratie van 90 gewichts% gebruikt worden of tot een gewichtstoename van ongeveer 6,5 gram per 50 ml H₂SO₄.

5 BEMONSTERINGSPROCEDURE

- De opvangeneheid voor water, met inbegrip van koppelstukken, wordt gemonteerd en voorgewogen. Als sonde en aanzuigleiding niet verwarmd worden, moeten deze eveneens mee gewogen worden.
- Laat, bij gebruik van een verwarmde sonde, sonde en filterhuis op temperatuur komen (tenminste 120°C en 20°C hoger dan het (zuur)dauwpunt van de gasstroom).
- Alle onderdelen van de opstelling worden lekdicht aan mekaar gekoppeld. Vervolgens wordt een lectest uitgevoerd (bijvoorbeeld door afdichting van de aanzuigsonde en vervolgens starten van de pomp); het lekdebiet mag maximum 2% van het nominaal aanzuigdebiet bedragen.
- De temperatuur van de verwarmingsmantel en filterhouder worden gecontroleerd.
- De beginstand van de gasmeter en het tijdstip worden genoteerd;
- De aanzuigsonde wordt voldoende diep in het gaskanaal gepositioneerd (minimum 30 cm van de wand of in het midden van het gaskanaal) en de resterende opening rond de sonde wordt zorgvuldig afgedicht, de pomp wordt gestart en op het gewenste constant debiet ingesteld en er wordt een deelstroom bemonsterd. De minimum bemonsteringsduur bedraagt 30 minuten, het minimum aan te zuigen gasvolume 50 l. Bij de in 1998 door VITO gevalideerde zwavelzuurmethode is de bemonsteringsduur functie van het te verwachten watergehalte (Swaans et al, 1998): bij grote watergehalten kan verdunning van het zwavelzuur optreden, waardoor de absorptie-efficiëntie afneemt. Voor watergehalten tot 15% wordt in de gevalideerde VITO-methode een bemonsteringsvolume van 50 liter bij een aanzuigdebiet van 5 à 6 l/min voorgeschreven. Indien het watergehalte groter is, wordt een vermindering van het aanzuigvolume voorgeschreven:
 - 0-15% water: ± 50 l bemonsteren
 - 15-20% water: ± 30 l bemonsteren
 - 20-30% water: ± 20 l bemonsteren
 - 30-40% water: ± 10 l bemonsteren

Indien deze gevalideerde zwavelzuurmethode wordt toegepast en het dus niet mogelijk is om gedurende 30 minuten te bemonsteren, dan moeten achtereenvolgende bemonsteringen worden uitgevoerd totdat een totale meetperiode van 30 minuten beschikbaar is. Alternatief is een verhoging van het volume geconcentreerd zwavelzuur eveneens toegelaten mits aan volgende voorwaarden wordt voldaan:

- na de impinger(s) met zwavelzuur wordt steeds een adsorptiepatroon met een geschikt droogmiddel als laatste stap in de water-opvangeneheid geplaatst; dit adsorptiepatroon dient eveneens mee afgewogen te worden.
 - De hoeveelheid verkleurd droogmiddel dient eveneens visueel geïnspecteerd en mag maximum 50% van het totaal uitmaken.
- De gemiddelde temperatuur aan de gasmeter tijdens de bemonstering alsook de barometerdruk worden geregistreerd; de norm EN 14790 vermeldt hierbij dat de temperatuur en absolute druk aan de gasmeter minstens 5 minuten na start en op het einde van de bemonsteringsperiode genoteerd moeten worden.

- Tijdens de bemonstering moet gecontroleerd worden dat de capaciteit van de opvangeneheid voor water niet overschreden wordt. De hoeveelheid verkleurd adsorptiemiddel wordt visueel geïnspecteerd en mag maximum 50% van het totaal uitmaken. De zwavelzuurmethode werd door VITO gevalideerd tot maximum 6,5 g water per 50 ml geconcentreerd H₂SO₄ (96%) en dus tot een H₂SO₄-concentratie van 90%.
- Na de bemonstering wordt de opvangeneheid voor water opnieuw gewogen;
- Het eindvolume van de gasmeter en het tijdstip worden genoteerd;

6 BEREKENINGEN

6.1 CONDENSATIE/ADSORPTIE- OF ADSORPTIEMETHODE

De berekeningen voor de condensatie/adsorptie- of adsorptiemethode staan beschreven onder punt 9 van de norm EN 14790. Het waterdampgehalte wordt berekend uit het gewicht aan water dat in de condensatie/adsorptie-eenheid werd opgevangen en het aangezogen volume:

$$V_{we} C_w = \frac{m_w}{V_{m(std-ref)}}$$

Waarbij:

$V_{we} C_w$: waterdampgehalte op droge basis, in g/m³

$V_{m(std-ref)}$: gemeten gasvolume onder normaalcondities (273,15 K en 1013,25 hPa), droog in m³

m_w : massa waterdamp verzameld met de wateropvangeneheid, in g

Het gasvolume onder normaalcondities, droog kan als volgt berekend worden:

Gebruik van een droge gasmeter:

$$V_{m(std-ref)} = (V_2 - V_1) \times \frac{T_{std-ref}}{T_m} \times \frac{P_m}{P_{std-ref}}$$

Gebruik van een natte gasmeter:

$$V_{m(std-ref)} = (V_2 - V_1) \times \frac{T_{std-ref}}{T_m} \times \frac{P_m - P_{s(T_m)}}{P_{std-ref}}$$

Waarbij:

$V_{m(std-ref)}$: gemeten gasvolume onder normaalcondities, droog in m³

V_1 : is de aflezing van het gasvolume van de gasvolumemeter aan het begin van de bemonsteringsperiode, bij werkelijke omstandigheden van temperatuur, druk en vochtigheid, in m³;

V_2 : is de aflezing van het gasvolume van de gasvolumemeter aan het einde van de bemonsteringsperiode, bij werkelijke omstandigheden van temperatuur, druk en vochtigheid, in m³;

$V_2 - V_1$: gemeten gasvolume, bij de temperatuur, druk en vochtigheid tijdens de meting, in m³

T_m : gemiddelde temperatuur van het bemonsterde gas gemeten aan de gasmeter, in K

$T_{std-ref}$: standaard Genormaliseerde temperatuur (273,15 K)

P_m : absolute druk aan de gasmeter, in ~~mbar~~ hPa (dit is de som van de relatieve druk ter hoogte van de gasmeter + atmosferedruk)

$P_{s(T_m)}$: verzadigingsdampdruk van water bij de temperatuur aan de gasmeter, in ~~mbar~~ hPa

$P_{std-ref}$: standaard Genormaliseerde druk (1013,25 ~~mbar~~ hPa)

Het waterdampgehalte in vol% in het nat gas is dan gelijk aan:

$$V_{wc}(\%) \text{ (}\% \text{)} H_2O = \frac{\frac{m_w \times V_{mol}}{M_w}}{\frac{m_w \times V_{mol}}{M_w} + V_{m(\text{std ref})}} \times 100$$

met:

$V_{wc}(\%) \text{ (}\% \text{)} H_2O$: het waterdampgehalte in het nat gas, in vol% (m³ waterdamp in m³ nat gas)

$V_{m(\text{std ref})}$: gemeten gasvolume onder normaalcondities, droog in m³

m_w : massa water verzameld met de opvangeneheid voor water, in g

M_w : moleculair gewicht van water, 18 g/mol

$V_{mol(\text{std})}$: molair volume bij normaalcondities

(22,4 · 10⁻³ m³/mol bij 273,15 K en 1013,25 mbar hPa)

Normaalcondities: genormaliseerde temperatuur (273,15 K) en druk (1013,25 hPa)

6.2 ABSORPTIE IN ZWAVELZUUR

Voor de berekening van het watergehalte zijn volgende gegevens noodzakelijk:

- de gewichtstoename van sonde en wasfles (en eventueel het adsorptiepatroon met droogmiddel) (m_w) in g
- de gemiddelde temperatuur ter hoogte van de gasmeter (T_m)
- absolute druk aan de gasmeter, in mbar hPa (dit is de som van de relatieve druk ter hoogte van de gasmeter + atmosferedruk)
- het aangezogen volume ($V=V_2-V_1$) in liter m³

Het waterdampgehalte wordt eveneens berekend met de formules onder 6.1 waarbij m_w de gewichtstoename van sonde en wasfles (en eventueel het adsorptiepatroon met droogmiddel) is.

Om aan de minimale bemonsteringsduur van 30 minuten te kunnen voldoen, moeten met deze methode achtereenvolgende bemonsteringen worden uitgevoerd. Een gemiddeld waterdampgehalte wordt berekend en gerapporteerd.

Indien alternatief een verhoging van het volume zwavelzuur wordt toegepast, dan dient na de impinger(s) met zwavelzuur steeds een adsorptiepatroon met een geschikt droogmiddel als laatste stap in de water-opvangeneheid geplaatst. Dit adsorptiepatroon dient dan eveneens mee afgewogen te worden.

6.3 VERZADIGDE GASSTROMEN

De berekeningen onder 6.1 en 6.2 zijn enkel geldig voor onverzadigde gasstromen. Indien de gasstroom verzadigd of oververzadigd is, komt de temperatuur van het gas overeen met het dauwpunt en wordt de partiële dampdruk en de volumemassa van de verzadigde waterdamp bij de gastemperatuur uit tabellen afgeleid (zie §6.6 van EN 14790). De gastemperatuur wordt op een representatief punt in het gaskanaal gemeten.

Om te bepalen of de gasstroom verzadigd of oververzadigd is, kan het maximum percentage water dat bij de temperatuur (tot 100°C) en druk in het gaskanaal aanwezig kan zijn, berekend worden met volgende formules:

De maximale dampdruk van water p_w bij temperatuur t , uitgedrukt in ~~mbar~~ hPa:

$$\log p_w = 8,19621 - \frac{1730,63}{233,426 + t(^{\circ}\text{C})}$$

$$\% H_2O = \frac{p_w(\text{mbar hPa})}{p_{\text{kanaal}}(\text{mbar hPa})} \times 100$$

Waarbij p_{kanaal} = absolute druk in het kanaal in ~~mbar~~ hPa (= som van atmosferedruk + statische druk)

Indien het gemeten watergehalte dit percentage overschrijdt, dan moet aangenomen worden dat de gassen oververzadigd zijn en er dus druppeltjes aanwezig zijn.

7 AANDACHTSPUNTEN

7.1 CONDENSATIE/ADSORPTIE METHODE

Als de condensatie/adsorptie methode wordt gecombineerd met de stofmeting en dus hogere aanzuigebieten worden ingesteld, moet ervoor gezorgd worden dat de filter-efficiëntie voldoende is. Anders wordt het doorgelaten stof eveneens mee afgewogen en als condensaat beschouwd.

De methode is niet toepasbaar voor gasstromen die een hoge concentratie aan organische stoffen bevatten of andere componenten die een gewichtstoename van de condensatie/adsorptie-eenheid voor water kunnen veroorzaken.

7.2 ABSORPTIE IN ZWAVELZUUR

Zeer hoge watergehaltes (vb. bij stoompluimen) kunnen aanleiding geven tot het koken van het zwavelzuur, waardoor dit uit de wasfles kan ontsnappen.

Bij het heetlopen van de impinger stijgt de dampspanning van water waardoor het (maximaal haalbare) rendement van de absorptie afneemt. Voor meting van watergehaltes die groter zijn dan 40% kan een voorafscheiding met een lege ijsgekoelde wasfles worden gebruikt.

Bij hoge stofgehaltes wordt het resultaat van het watergehalte beïnvloed doordat het stof eveneens een gewichtstoename in de wasfles veroorzaakt. In de procedure moet worden vastgelegd vanaf welk stofgehalte voorzorgsmaatregelen worden toegepast om te voorkomen dat stof in de wasfles terecht komt.

De methode is niet toepasbaar voor gasstromen die een hoge concentratie aan organische stoffen bevatten of andere componenten die een gewichtstoename van het zwavelzuur kunnen veroorzaken.

Bij het uitvoeren van de lekttest moet de nodige voorzichtigheid geboden worden bij het opnieuw openen van de afdichting opdat het zwavelzuur niet in het silicagelpatroon en de aanzuigenheid zou gezogen worden. Om dit te vermijden kan een extra lege wasfles na de wasfles met zwavelzuur worden geplaatst.

8 VALIDATIE

Voor normmethodes moeten volgende parameters gevalideerd worden:

- (Intra-) reproduceerbaarheid, bijvoorbeeld vanuit controlekaarten;
- Juistheid, bijvoorbeeld uit ringtestgegevens;
- Werkgebied;
- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens;
- Meetonzekerheid;

Indien mogelijk dienen deze prestatiekenmerken gevalideerd te worden voor de combinatie van bemonstering en aansluitende analyse. Indien niet mogelijk dient de validatie minimaal op de analysemethode uitgevoerd te worden en dit conform de procedure CMA/6/A. In deze procedure zijn eveneens definities voor de verschillende prestatiekenmerken opgenomen.

9 BEPALING VAN DE MEETONZEKERHEID

Volgens de norm EN 14790 moet de meetonzekerheid op het watergehalte kleiner zijn dan 20% van de meetwaarde. De maximaal toegelaten afwijking tijdens VITO-ringtesten bedraagt 15% resp. 10% van de meetwaarde naargelang de erkenningspakketten (10% voor pakket L16).

Volgende factoren moeten zeker geëvalueerd en gekwantificeerd worden ter bepaling van de totale meetonzekerheid op de watergehalte-bepaling door resp. condensatie/adsorptie en absorptie in zwavelzuur:

- Onzekerheid op de gewichts- (of volume)bepaling van de hoeveelheid geïncubated water:
 - ✓ Onzekerheid die geassocieerd gaat met de balans (typische onzekerheidsbijdragen zijn bijvoorbeeld lineariteit van de balans, resolutie, aflezing, kalibratie);
 - ✓ Herhaalbaarheid weging van de eenheid voor waterbemonstering;
- Onzekerheid ten gevolge van het toegestane lekdebiet ($\leq 2\%$ van het nominaal aanzuigdebiet);
- Onzekerheid op het aangezogen volume met de gasmeter. In te brengen onzekerheidsbijdragen hier zijn:
 - ✓ Onzekerheid aangezogen volume ($\leq 2,0\%$);
 - ✓ Onzekerheid op temperatuurmeting aan de gasmeter ($\leq 2,5K$);
 - ✓ Onzekerheid op de absolute drukmeting aan de gasmeter ($\leq 1\%$ van de absolute druk);
- Onzekerheid op de bemonstering ten gevolge van andere stoffen die mee geadsorbeerd/geabsorbeerd en gewogen worden (stof, organische stoffen).

In 2006 werd validatie van een condensatie/adsorptiemethode door VITO uitgevoerd. Meetonzekerheidsberekeningen bij verschillende watergehalten zijn opgenomen in het validatierapport (Swaans et al, 2006 - <https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/onderzoeksrapporten>).

In de norm EN 14790 is eveneens een voorbeeld voor de berekening van de meetonzekerheid bij de condensatie/adsorptie- of adsorptiemethode uitgewerkt.

10 ALTERNATIEVE METHODES

Indien het watergehalte alleen vereist is voor de snelheidsmeting (instelling isokinetisme) kunnen de methodes onder 10.1, 10.2 of 10.3 alternatief worden toegepast. Deze methodes kunnen niet toegepast worden voor omrekening van concentraties naar droge gassen voor de toetsing aan emissiegrenswaarden of voor de omrekening van nat volumedebiet naar debiet droge gassen, in het geval massadebieten moeten berekend worden tenzij het watergehalte in de gasstroom lager is dan 2 vol%. Indien bij toepassing van één van deze methoden blijkt dat het vochtgehalte beneden 2 vol% ligt, dan dient geen bepaling conform EN 14790 of de absorptie in zwavelzuur methode meer uitgevoerd te worden. Er dient wel met de effectief gemeten meetwaarde verder gerekend te worden.

De alternatieve methodes voor de watergehaltebepaling door resp. psychrometrie en condensatie worden in de norm NBN T 95-001 beschreven.

De capacatieve vochtsonde (10.3) of psychrometrie (10.1) kan eveneens gebruikt worden voor keuze van de bemonsteringsmethode voor VOC via de adsorptiemethode.

Met behulp van psychrometrie kan eveneens nagegaan worden of de gasstroom druppels bevat en dus verzadigd is en bijgevolg een isokinetische monsterneming dient uitgevoerd te worden. Indien deze methode uitwijst dat de gasstroom verzadigd is, dan dient isokinetisch bemonsterd te worden en moet geen bemonstering conform EN 14790 of absorptie in zwavelzuur meer uitgevoerd te worden tenzij het watergehalte verder gekend moet zijn voor omrekeningen van natte naar droge gassen. Indien de meting echter uitwijst dat de gasstroom niet verzadigd is, dan is het meetresultaat onvoldoende om te beslissen dat een niet isokinetische bemonstering mag uitgevoerd worden en moet steeds nog een waterbepaling conform EN 14790 of de absorptie in zwavelzuur methode uitgevoerd te worden, behalve als het absoluut watergehalte beneden 2 vol% ligt.

Bij kritische toepassingen dient het watergehalte bij toepassing van de alternatieve methoden nadien conform EN 14790 of via de absorptie in zwavelzuur bepaald te worden behalve indien het vochtgehalte lager is dan 2 vol%.

Berekening van het watergehalte op basis van het gemeten zuurstofgehalte en kennis van de chemisch elementaire brandstofsamenstelling is eveneens toegelaten voor installaties tot 10 MW die onder **rubrieken 31.1 (stationaire motoren en gasturbines) en 43 (stookinstallaties) van de indelingslijst van bijlage 1 van VLAREM II** ~~VLAREM I rubrieken 43 en 31.1~~ vallen.

10.1 PSYCHROMETRIE

Bij deze methode worden twee thermometers gebruikt. De ene heeft een bereik van 0 tot 150°C, de andere van 0 tot 100°C; ze zijn allebei afleesbaar tot 0,2°C. De bol van de 0-100°C-thermometer is in een doekje gewikkeld dat tijdens de meting vochtig gehouden wordt met gedistilleerd water. De meting gebeurt in een vooraf ontstofte aangezogen gasstroom waarvan de snelheid tenminste 3 m/s moet zijn. De droge bolthermometer zit stroomopwaarts van de natte bolthermometer in de gasstroom.

Het is noodzakelijk om tijdens de bemonstering alle wanden in contact met het aangezogen gas, van de aanzuigopening tot de thermometers, te verwarmen tot boven het dauwpunt. Uit tabellen kan de partiële waterdampdruk in functie van de droge boltemperatuur en het

temperatuurverschil tussen droge en natte bolthermometers afgelezen worden. Met deze partiële waterdruk kan het waterdampgehalte berekend worden.

10.2 BEPALING VAN HET WATERDAMPGEHALTE DOOR CONDENSATIE

De bepaling van het waterdampgehalte door condensatie wordt beschreven in de norm NBN T 95-001 voor volumedebiet. Het aangezogen gas wordt na ontstopping gekoeld in een koeler tot een temperatuur lager dan het dauwpunt en niet hoger dan 20°C. De hoeveelheid waterdamp in het gas wordt bepaald als de som van de hoeveelheid waterdamp berekend vanuit de opgevangen hoeveelheid condensaat en het gehalte aan waterdamp van het verzadigde gas aan de uitgang van de koeler. De bepaling van de hoeveelheid condensaat gebeurt volumetrisch. Hierbij moet wel minimaal 100 ml condensaat opgevangen worden en op 1 ml nauwkeurig gemeten worden.

10.3 CAPACITIEVE VOCHTSONDE

In een capacitieve vochtsonde wordt het effect van de vochtigheid op de diëlektrische constante van een polymeer of metaaloxide-materiaal gemeten. Bij absorptie van de watermoleculen door het polymeer verandert de capacitieve waarde.

11 REFERENTIES

EN 14790: 2017

Stationary source emissions-Determination of the water vapour in ducts

NBN T 95-001: 1979 (ingetrokken)

Bepaling van het volumedebiet van een gas in een leiding met behulp van een pitotbuis

EN 15259: 2007

Air quality - Measurement of stationary source emissions - Requirements for measurement sections and sites and for the measurement objective, plan and report

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen (LUC/0/005)

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>

W. Swaans, R. Brabers, R. De Fré

Compendium lucht: bepaling van water in gasstromen

VITO-rapport nr. 1998/DIA/R/215, december 1998

https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/1998_validatierapport_water.pdf

W. Swaans, R. Brabers, R. De Fré

Conformiteit van de waterbepaling in gasstromen door condensatie/adsorptie op silicagel met de EN 14790 en validatie van de dauwpuntsmonitor M&C Optica

VITO-rapport 2006/MIM/R/087, juni 2006

https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2006_validatierapport_water.pdf

Meting van gassnelheid en volumedebiet in een gaskanaal

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Principe van de meting met pitotbuis	4
3	Uitrusting	6
3.1	<i>Pitotbuis</i>	6
3.1.1	Standaard pitotbuis	6
3.1.2	S-Pitotbuis	7
3.2	<i>Verschildrukmanometer</i>	8
3.3	<i>Temperatuurmeter</i>	8
3.4	<i>Barometer</i>	8
3.5	<i>Apparatuur voor gasanalyse</i>	9
4	Meetpunten	9
5	Uitvoering van de meting	9
6	Berekeningen	10
7	Kalibratie van Pitotbuizen	11
8	Bepalen van de richting van de gasstroom	13
9	Aandachtspunten	14
9.1	<i>Aandachtspunten bij snelheidsmeting</i>	14
9.2	<i>Aandachtspunten bij de debietsbepaling</i>	14
10	Meetonzekerheid	15
11	Referenties	17

1 TOEPASSINGSGEBIED

Voor de bepaling van gassnelheid en debiet in schoorstenen en andere gaskanalen is volgende norm van toepassing, tenzij andere bepalingen in deze procedure zijn opgenomen:

NBN EN ISO 16911-1

Emissies van stationaire bronnen – Handmatige en geautomatiseerde bepaling van de stroomsnelheid en het debiet in afgaskanalen – Deel 1: Handmatige referentiemethode

De norm is toepasbaar voor cirkelvormige en rechthoekige afgaskanalen met meetplaatsen ingericht volgens de vereisten van procedure LUC/0/001 en beschrijft de meting van de gemiddelde snelheid in een sectie door "scanning" of traversering, d.i. de meting in een netwerk van punten gelegen op verschillende assen in een meetvlak. De axiale gassnelheid in verschillende punten wordt gemeten met een Pitotbuis (L type, S-type of 2D- en 3D-type pitotbuis) of een vleugelradanemometer. Selectiecriteria voor het gebruik van de verschillende types van Pitotbuizen en de vleugelradanemometer zijn in de NBN EN ISO 16911-1 opgenomen. Een S-type Pitotbuis wordt aanbevolen voor gebruik in kleine meetopeningen en bij gecombineerde sondes, bij aanwezigheid van druppels en hogere stofconcentraties. Bij gassnelheden lager dan 5 m/s of differentieeldrukken kleiner dan 5 Pa, zal het gebruik van een vleugelradanemometer mogelijk tot een lagere meetonzekerheid leiden dan het gebruik van een Pitotbuis. Bij de aanwezigheid van wervelingen in het afgaskaanaal, kan een 3D-type Pitotbuis toegepast worden.

De snelheidsmeting op verschillende punten is noodzakelijk omwille van een te verwachten snelheidsgradient over de kanaaldoorsnede. De bepaling van het gasdebiet is nodig om de emissiestroom (in kg/h of g/h) van de aanwezige pollutanten te berekenen. Het totale volumedebiet wordt berekend als het product van de kanaaldoorsnede (m²) en de gemiddelde gassnelheid (m/s), die werd bepaald in een voorgeschreven reeks representatieve punten. Verder is een snelheidsmeting noodzakelijk in functie van een isokinetische bemonstering in geval van stofvormige componenten of bij aanwezigheid van druppels.

In sommige gevallen dient de snelheids- of debietsbepaling uitgevoerd omdat dit gegeven expliciet wordt gevraagd.

Volgende alternatieve methoden voor de bepaling van het debiet zijn eveneens in de norm NBN EN ISO 16911-1 beschreven en voor gedefinieerde doeleinden toegelaten:

- berekening van het debiet vanuit het energieverbruik bij een verbrandingsproces;
- tracergas verdunningsmethode: het debiet wordt bepaald vanuit de verdunning van een gekende concentratie van een geïnjecteerde tracer;
- tracer transit time: het volumedebiet wordt bepaald aan de hand van de tijd dat een tracergas nodig heeft om een bepaalde afstand af te leggen

De voorliggende compendiumprocedure behandelt de bepaling van de gemiddelde gassnelheid en het gasdebiet in een meetdoorsnede met behulp van Pitotbuis of anemometer.

De gassnelheid wordt steeds uitgedrukt in meter per seconde, het afgasdebiet wordt gewoonlijk in m³/h, in drie verschillende toestanden, uitgedrukt:

- afgasdebiet in m³/h bij kanaalomstandigheden
- afgasdebiet in Nm³/h, bij normaal omstandigheden (0°C en 101,3 kPa)
- droog afgasdebiet bij normaalomstandigheden.

2 PRINCIPE VAN DE METING MET PITOTBUIS

De gemiddelde snelheid in de meetsectie wordt bepaald door met een Pitotbuis gedurende een vastgestelde tijd op een aantal voorgeschreven punten van het kanaal te meten. Het afgasdebiet wordt berekend uit de gemiddelde snelheid van alle meetpunten, vermenigvuldigd met de oppervlakte van de kanaaldoorsnede:

$$Q = \bar{v} \times S \times 3600$$

met : Q = gasvolumedebiet in m^3/h , nat

\bar{v} = gemiddelde gassnelheid in m/s

S = oppervlakte van de meetdoorsnede in m^2

De meting met Pitotbuis berust op het theorema van Bernoulli:

$$P_{\text{tot}} = p_c + p_d \quad (1)$$

$$p_d = \Delta p = \frac{\rho \cdot v^2}{2} \quad (2)$$

zodat:

$$v = K \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot \Delta p}{\rho}} \quad (3)$$

met

P_{tot} totaal druk (Pa) in het afgaskanaal

P_c absolute druk in het afgaskanaal = $p_{\text{atm}} + p_{\text{stat}}$ (gem)

p_d dynamische druk (Pa)

Δp gemeten drukverschil over Pitotbuis = $p_d = P_{\text{tot}} - p_c$ (Pa)

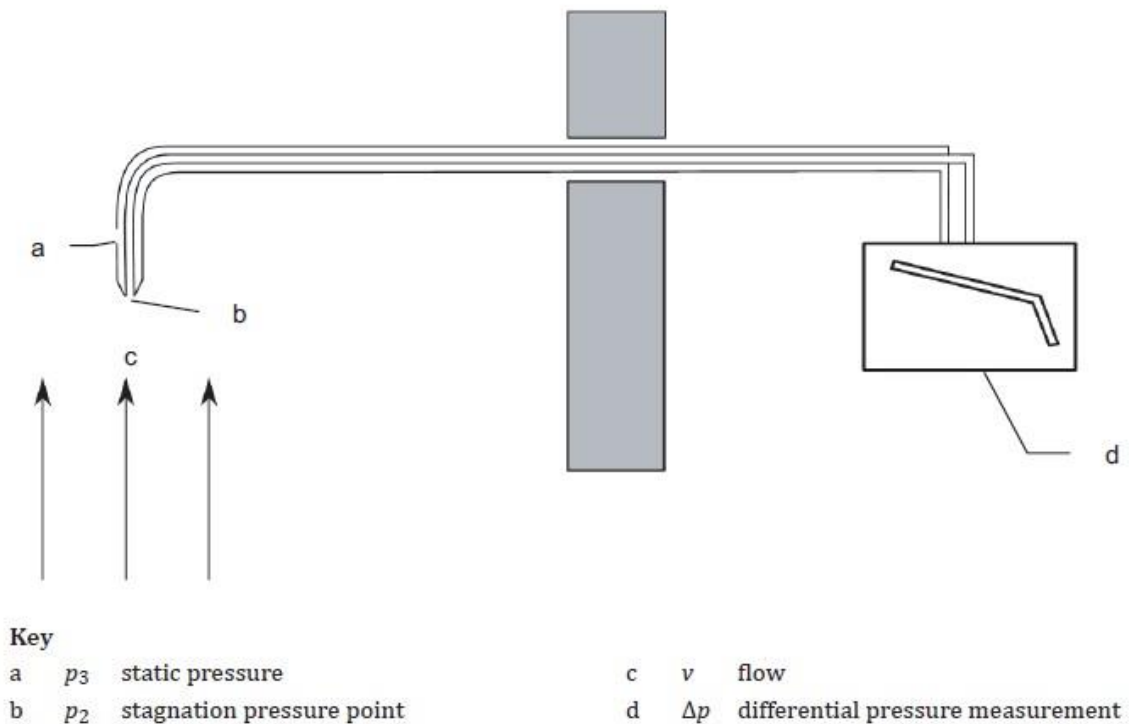
ρ dichtheid bij kanaalomstandigheden (kg/m^3)

v afgassnelheid (m/s)

K kalibratiefactor van de Pitotbuis

Het basisprincipe van een Pitotbuis is dat één drukopening beïnvloed wordt door het stromend gas en één of meerdere andere drukopeningen worden blootgesteld aan de absolute druk in het gaskanaal (kanaaldruk). De dynamische druk Δp wordt gemeten als het verschil tussen de totaal druk en de absolute druk, dit is het drukverschil over de aansluitingen van de Pitotbuis. De aflezing gebeurt door middel van een micromanometer.

Het vochtgehalte, de afgassamenstelling, absolute druk en de temperatuur worden gemeten om de dichtheid van het afgas te berekenen.



Figuur 1: Principe van de gassnelheidsmeting in een kanaal met een Pitotbuis

Wanneer een S-type Pitotbuis wordt gebruikt, dan wordt een hoger drukverschil gemeten dan p_d volgens het theorema van Bernoulli. Hierdoor is het nodig een kalibratiefactor $K = 0,78$ tot $0,88$ in te voeren.

Het gebruik van S-type Pitotbuizen is aan te bevelen voor volgende omstandigheden waar de toepassing van standaardtypes problemen meebrengt:

- in gassen die stof en druppeltjes bevatten, om verstopping van de fijne gaatjes van de standaard Pitotbuis te vermijden.
- bij lage stroomsnelheden, waar de hogere respons van de S-type Pitotbuis grotere en dus nauwkeuriger meetbare drukverschillen oplevert.
- in kanalen waar slechts een kleine opening beschikbaar is, in combinatie met een grote wanddikte, waar een L-type niet doorheen kan.

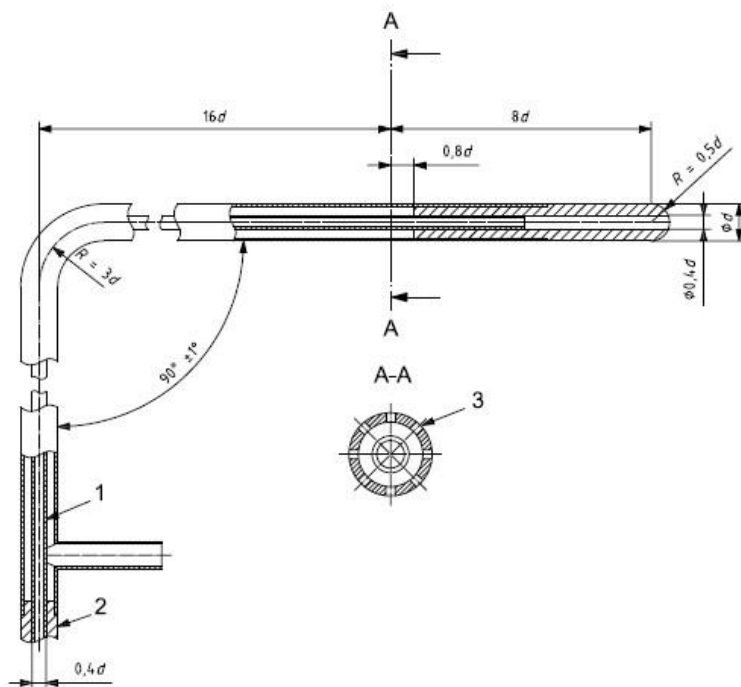
De normen ISO 10780 en EN 13284-1 geven aan dat een S-type Pitotbuis gevoeliger is aan het foutief uitlijnen tegenover de gasstroomrichting. Volgens de norm NBN EN ISO 16911 wijst een laboratorium-evaluatie echter uit dat zowel L- als S-type Pitotbuizen een gelijke respons vertonen ten opzichte van het foutief uitlijnen tegenover de gasstroom. Indien de foutieve uitlijning van de Pitotbuizen tot 15 tot 20° beperkt blijft, dan werd geen significante ($<1\%$) wijziging van de snelheidsuitlezing vastgesteld.

Voor het berekenen van de dichtheid van het afgas moeten de absolute druk in het afgaskanaal, de temperatuur, de gassenstelling en het watergehalte bekend zijn of gemeten worden.

3 UITRUSTING

3.1 PITOTBUIS

3.1.1 STANDAARD PITOTBUIS



- 1 binnendiameter buis
- 2 buitendiameter buis
- 3 8 openingen van een diameter $0,13d$, niet groter dan 1 mm, gelijk verdeeld en braamvrij

Figuur 2: Standaard of L-type Pitotbuis volgens NBN EN ISO 16911-1 (AMCA type)

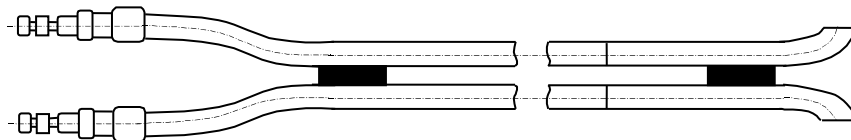
De standaard Pitotbuis bestaat uit een cilindrische meetkop die loodrecht is gemonteerd op een lange lans, waarin eventueel afstandsmerktekens zijn gegraveerd. De tip heeft een sferische, ellipsoïdale of conische vorm met een centraal gaatje dat de totaaldruk opneemt. Op een voorgeschreven afstand van de tip bevinden zich verschillende zijdelings geboorde gaatjes die de absolute druk opnemen. Aan het einde van de lans zijn twee nippels voor aansluiting van de leidingen van de micromanometer voorzien. Op de lans is een richtingsaanwijzer gemonteerd die parallel staat met de meetkop, waarmee de Pitotbuis kan uitgericht worden met de tip in de richting tegen de stroom.

Het standaardtype Pitotbuis wordt ook soms Prandtl of L-type genoemd.

Figuur 2 is één voorbeeld van uitvoering met detailafmetingen volgens de NBN EN ISO 16911 (AMCA type). Andere types die aan normvereisten voldoen zijn in deze norm opgenomen.

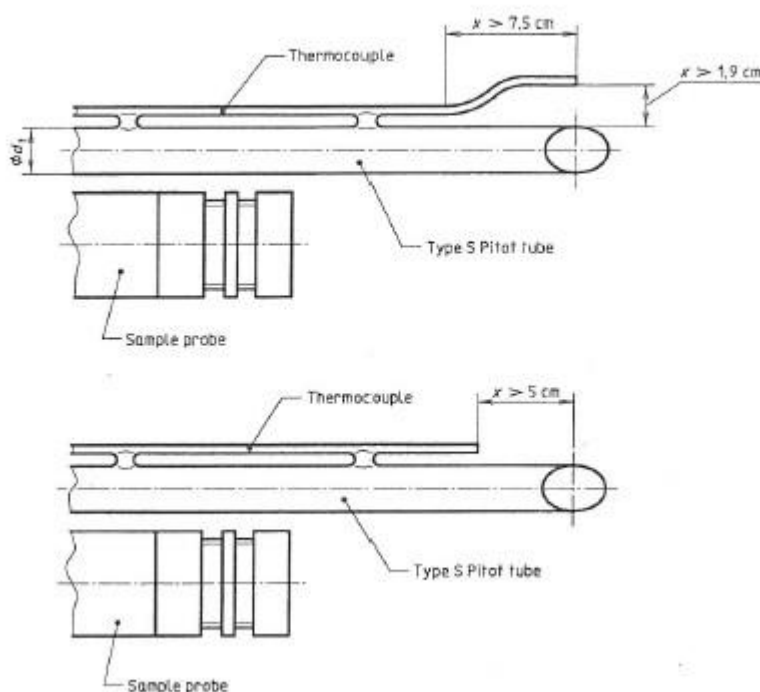
3.1.2 S-PITOTBUIS

Een schematische voorstelling van een S-type Pitotbuis is gegeven in figuur 3. Het gebruik van S-types is aangewezen bij gassen die druppeltjes of stof bevatten, omwille van de grotere openingen, typisch 4-10 mm. Conform de NBN EN ISO 16911 zijn eveneens andere types van Pitotbuizen zoals 2D en 3D type Pitotbuizen toegelaten.



Figuur 3: S-type Pitotbuis en oriëntering in de gasstroom

Het is niet toelaatbaar om een S-type Pitotbuis te dicht in de buurt van een thermokoppel of een stofsonde te gebruiken. Door de stuwing van de gasstroom rondom deze obstakels ontstaan namelijk druk- en richtingsveranderingen die tot foutieve metingen leiden. ISO 10780 geeft onderstaande voorschriften (zie Figuur 4) over de te respecteren afstanden tot de openingen. Bij gebruik van een gecombineerde S-pitotbuis+thermokoppel of aanzuigsonde+S pitotbuis+thermokoppel moet het thermokoppel en/of aanzuignozzle dus ver genoeg van de openingen van de pitotbuis verwijderd blijven.



Figuur 4: Vereiste afstanden van het thermokoppel tot de openingen van de S Pitotbuis om foutieve snelheidsmetingen te verhinderen

Voor de debietsmeting binnen een wettelijk kader mag enkel een pitotbuis (eventueel gecombineerd met thermokoppel) gebruikt worden en dus geen aanzuigsonde voorzien van thermokoppel en pitotbuis.

3.2 VERSCHILDRUKMANOMETER

De verschildruk over een Pitotbuis in een gasstroom dient gemeten met een micromanometer, bijvoorbeeld een vloeistofmanometer met instelbare helling, of met een gekalibreerde elektronische micromanometer. De minimum afleesbare verschildruk moet 5 Pa bedragen.

De elektronische drukverschilmeter is vaak gevoeliger voor fluctuaties in de afgassnelheid. Indien fluctuaties van de verschildrukken van meer dan 10% van de gemiddelde uitlezing voorkomen, dan is demping van het signaal noodzakelijk (NBN EN ISO 16911 A.2.2.3).

Als manometervloeistof voor de vloeistofmanometer kan 95% ethanol met een rode of blauwe kleurstof aangewend, of beter een minerale olie met gekende dichtheid (opgelet: er bestaan manometerolies van verschillende merken met verschillende dichtheden, verwisseling kan tot ernstige fouten op de snelheidsmeting leiden).

Zowel voor elektronische als voor vloeistofmanometers is kalibratie en/of regelmatige controle noodzakelijk. De uitgebreide meetonzekerheid mag maximaal 1% van de afgelezen waarde bedragen of maximum 4 Pa absoluut (grootste van beide waarden).

3.3 TEMPERATUURMETER

De gastemperatuur dient te worden bepaald om de dichtheid te berekenen in elk punt waar de snelheid wordt gemeten. De gebruikte temperatuurvoeler moet voldoende fijn zijn om een snelle respons te geven en een geringe invloed van geleiding te ondergaan. De responstijd van het thermokoppel dient beneden 40 seconden te liggen. In bepaalde omstandigheden kan afscherming tegen warmtestraling gewenst zijn.

De sonde van de temperatuurmeter moet recht en stijf zijn, zodat op exact dezelfde meetpunten wordt gemeten als de gassnelheid. Een gecombineerde Pitotbuis met vast gemonteerd thermokoppel (zonder aanzuigsonde) wordt aanbevolen, evenwel met inachtneming van de afstanden zoals in ISO 10780.

Thermokoppels of Pt-100 sensoren met een totale meetonzekerheid op het eindresultaat, dus inclusief die van alle onderdelen en uitleesapparaat, beneden 1% van de absolute temperatuur dienen te worden toegepast.

3.4 BAROMETER

Een gekalibreerde barometer wordt gebruikt om de atmosferische druk te meten. De meetonzekerheid moet beter zijn dan 0,3% van de gemeten luchtdruk of 300 Pa (ISO 10780).

3.5 APPARATUUR VOOR GASANALYSE

Voor de snelheidsmeting zelf volstaan gasanalyses die in de dichtheidsbepaling van de afgassen resulteren in een onzekerheid op de dichtheid $\leq 0,05 \text{ kg/m}^3$.

In de praktijk zal hiertoe een CO₂- en een zuurstofmeting volstaan, naast een meting van het watergehalte.

Voor de snelheidsmeting van een luchtstroom kan van een gasanalyse worden afgezien, en volstaat een vochtgehaltebepaling. De uitgebreide meetonzekerheid op de vochtgehaltebepaling moet kleiner zijn dan $\pm 20\%$ van de meetwaarde.

4 MEETPUNTEN

De keuze van de meetsectie, het meetvlak en het aantal meetpunten gebeurt volgens procedure LUC/0/001. De meetpunten zijn representatieve punten voor gebieden met gelijke oppervlaktes. Voor cirkelvormige afgaskanalen worden in de NBN EN 15259 twee schema's voor bepaling van gelijke oppervlakken gegeven: de algemene methode en de tangentiële methode. De gassnelheid in het centrale punt bij de algemene methode is geen maat voor de gemiddelde snelheid in het centraal oppervlak, maar geeft eerder een maximale waarde. Daarom is de tangentiële methode te verkiezen voor de bepaling van het debiet. Bij deze methode is er geen punt in het middelpunt van het afgaskaanaal gelokaliseerd.

5 UITVOERING VAN DE METING

De gassamenstelling, het watergehalte en de absolute druk in het afgaskaanaal worden vooraf gemeten om de afgasdichtheid te bepalen. Bij verbrandingsinstallaties en stookinstallaties kan de CO₂-concentratie eventueel berekend worden indien de O₂-concentratie gemeten wordt. De temperatuur en de differentieeldruk of snelheid worden per meetpunt bepaald.

- Bij snelheidsmetingen op basis van verschildrukmetingen, dient de gemiddelde differentieeldruk over ten minste 1 minuut in elk voorgeschreven meetpunt gemeten te worden.
- De gemiddelde aflezing wordt elektronisch geregistreerd of op zicht bepaald door de uitvoerder. Minimum 3 ogenblikkelijke meetwaarden over een minuut verspreid zijn beschikbaar voor berekening van dit gemiddelde. Bij sterk fluctuerende verschildrukken is een uitlezing op zicht niet toelaatbaar.
- Een referentiepunt wordt gekozen om de stabiliteit van gassnelheid en temperatuur te controleren
 - ofwel wordt een tweede Pitotbuis en temperatuursonde in het referentiepunt opgesteld
 - indien slechts 1 sonde beschikbaar is wordt minstens om de 10 minuten een meting in het referentiepunt herhaald
 - ~~De gemiddelde differentieeldruk, die ten minste om de 10 minuten in het referentiepunt gemeten wordt, mag niet meer dan 10% afwijken van het rekenkundig gemiddelde van al de daar verrichte metingen.~~ De gemiddelde snelheid per punt, die ten minste om de 10 minuten in het referentiepunt gemeten wordt, mag niet meer dan 10% afwijken van de gemiddelde snelheid van al de daar verrichte metingen. In de CEN/TR 17078 is eveneens een correctiefactor opgenomen om rekening te houden met snelheidsvariaties in de tijd indien niet aan dit criterium voldaan wordt.

- De gemiddelde gastemperatuur, die ten minste om de 10 minuten in het referentiepunt gemeten wordt, mag niet meer dan 20°C afwijken van het rekenkundig gemiddelde van al de daar verrichte metingen
- De controles vóór de monsterneming beschreven onder punt 9.3 van de NBN EN ISO 16911-1 dienen niet uitgevoerd te worden, met uitzondering van de lektest van de Pitotbuizen (9.3.2). Deze lektest dient niet bij iedere meting uitgevoerd te worden maar het volstaat om alle Pitotbuizen tweemaal per jaar in het labo op lek te controleren (zie ook 9.2).

6 BEREKENINGEN

Voor de bepaling van de gassnelheid v_i in elk individueel meetpunt wordt de formule (3) toegepast. De dichtheid van het gas ρ voor natte afgassen bij kanaalomstandigheden wordt als volgt bepaald uit de samenstelling van het afgas. Bereken het gemiddeld moleculair gewicht M van het afgas uit de molfracties in de natte afgassen y_j (gelijk aan volumefractie) van alle hoofdbestanddelen ($y_j > 1\%$), met inbegrip van water ($j = N_2, O_2, CO_2, H_2O, \dots$):

$$M = \sum (y_j \cdot M_j) \quad (5)$$

met

- y_j = volume- of molfractie van de component j
- M_j = molecuulmassa van component j
- M = gemiddelde molecuulmassa van het gas

ρ_N , de afgasdichtheid onder normaalomstandigheden (1013,25 hPa, 273,15 K) is dan:

$$\rho_N = M/22,4 \quad (6)$$

Omrekening naar kanaalomstandigheden gebeurt vervolgens via correctie voor temperatuur en druk:

$$\rho = \rho_N \cdot (P_k/1013,25) \cdot (273,15/T_k) \quad (7)$$

Indien de temperatuur meer dan 5% verschilt in de meetpunten dient de dichtheid in elk meetpunt afzonderlijk te worden bepaald.

De gemiddelde snelheid van de n gemeten punten wordt bekomen als

$$\bar{v} = \frac{\sum_j v_j}{n} \quad (8)$$

Het volumedebiet bij actuele condities van temperatuur, druk, watergehalte en zuurstofgehalte, volgt door vermenigvuldigen van de gemiddelde snelheid met de oppervlakte van de kanaaldoorsnede A , in m^2 :

$$Q = \bar{v} \cdot A \quad (9)$$

Het debiet in normaal kubieke meter Q_N wordt bekomen na correcties voor temperatuur en druk:

$$Q_N = Q \cdot \frac{273,15}{T_k} \cdot \frac{P_k}{1013,25} \quad (10)$$

waarbij P_k = absolute druk in de schoorsteen in mbar (= atmosferedruk + statische druk)
 T_k = temperatuur van het gas in K

Het debiet in normaal kubieke meter droog gas $Q_{N,dr}$ wordt bekomen na correctie voor het watergehalte van het afgas

$$Q_{N,dr} = Q_N \cdot \frac{100 - \%H_2O}{100} \quad (11)$$

waarbij %H₂O: watergehalte van de gasstroom in volumepercent

7 KALIBRATIE VAN PITOTBUIZEN

Alle Pitotbuizen moeten steeds voor ingebruikname gekalibreerd worden. Alle Pitotbuizen die in het veld gebruikt worden, moeten regelmatig gekalibreerd worden waarbij de frequentie afhangt van de gebruiksfrequentie (1 tot 5-jaarlijks). Naast kalibratie van Pitotbuizen conform NBN EN ISO 16911-1 (bv in een windtunnel ten opzichte van een laser Doppler anemometer als referentie-instrument) is kalibratie ten opzichte van een referentie Pitotbuis in een windtunnel conform ISO 10780 eveneens toegelaten. Deze laatste methode wordt verder beschreven. De kalibratie dient bij verschillende snelheden binnen het toepassingsgebied te gebeuren en moet metrologisch traceerbaar zijn.

Het gebruik van Pitot kalibratiefactoren die enkel op het ontwerp van de Pitotbuis gebaseerd zijn is niet toegelaten.

Kalibratie door kalibratie-instellingen

Pitotbuizen worden bij voorkeur gekalibreerd door hiervoor geaccrediteerde kalibratie-instellingen. Hierdoor kan de traceerbaarheid naar nationale standaarden of primaire fysische constanten worden gerealiseerd. Het kalibratiecertificaat dient een verwijzing naar de accreditatie van de instelling te bevatten en een waarde voor de kalibratie-onzekerheid.

Kalibratie in het eigen labo

Voorwaarden om een Pitotbuis te kalibreren in het eigen laboratorium zijn:

- beschikken over een gedetailleerde kalibratieprocedure
- beschikken over een windtunnel die aan de normen voldoet (zie verder)
- evalueren van de kalibratie-onzekerheid bij elke kalibratie

Windtunnel

Voorwaarden waaraan een windtunnel dient te voldoen zijn ondermeer beschreven in ISO 10780. De windtunnel die voor het kalibreren van Pitotbuizen wordt gebruikt moet een minimum diameter hebben van 30 cm en bovendien een voldoende grote doorsnede, zodat de ingebrachte Pitotbuizen nooit meer dan 3% van het oppervlak innemen. De snelheidsvariatie van de gasstroom zal niet meer dan 1% bedragen bij een gassnelheid tussen 11 en 18 m/s gedurende de periode nodig om de standaard Pitot en de te kalibreren Pitotbuis af te lezen. De gassnelheid moet regelbaar zijn en moet minstens tot 18 m/s kunnen opgevoerd worden.

Kalibratieprocedure voor kalibratie ten opzichte van een referentie Pitotbuis (ISO 10780)

Als referentie wordt een standaard Pitotbuis met gekende kalibratiefactor gebruikt. De kalibratie gebeurt voor minstens 2 verschillende snelheden gespreid over het meetbereik (maar niet bij lagere snelheden dan 5 m/s omwille van de grotere meetonzekerheid), in volgende stappen:

1. Lekdichtheid van aansluitingen controleren en micromanometer op zero afstellen door verbinden van de beide aansluitingen
2. De ventilator starten en wachten tot de windstroom gestabiliseerd is
3. Referentie-Pitotbuis inbrengen op een meetpunt waarvan vooraf getest werd dat er geen gradiënten of geen draaistromen aanwezig zijn. Dit meetpunt ligt bij voorkeur in het midden van de tunnel en zeker op minstens 10 cm van de wand. De meetopening wordt afgedicht zodat geen lucht in of uit kan lekken. De richting van de Pitotbuis controleren. De dynamische druk Δp_{ref} , uitgedrukt in Pascal, noteren.
4. Referentie Pitotbuis verwijderen en de te kalibreren pitotbuis op dezelfde plaats monteren. Opening rond pitotbuis afdichten, uitrichten en verschildruk noteren Δp_x in Pa
5. Herhaal stap 3 en 4 totdat een stel van drie bruikbare meetparen wordt bekomen
6. Bereken de kalibratiefactor K_x voor elk meetpaar met de onderstaande vergelijking en bepaal de gemiddelde kalibratiefactor. Als één van de bepaalde kalibratiefactoren meer dan 0,02 afwijkt van het gemiddelde dan wordt de kalibratie herhaald of wordt de pitotbuis vervangen. Een analoge voorwaarde wordt gesteld voor de afwijkingen tussen de factoren bepaald op de verschillende snelheidsniveaus.

$$K_x = K_{ref} \sqrt{\frac{\Delta p_{ref}}{\Delta p_x}} \quad (12)$$

7. Bij de kalibratie van S-type pitotbuizen wordt de kalibratiefactor achtereenvolgens bepaald met de ene en met de andere opening stroomopwaarts gericht. S-type pitotbuizen mogen enkel gebruikt worden als het verschil tussen de beide kalibratiefactoren kleiner of gelijk is aan 0,01.

Het gemiddelde van de bekomen kalibratiefactoren wordt gebruikt, ofwel - bij een groter aantal testsnelheden - een door regressie bekomen waarde.

Voor de kalibratieprocedure volgens ISO 10780 volstaan drie herhalingen per punt. Bij het bepalen van de kalibratie-onzekerheid is evenwel een groter aantal gegevens (minstens 6) vereist om de standaardonzekerheid te berekenen. Dit kan eenmalig gebeuren, ofwel kan deze worden berekend uit de verzameling van de gegevens bij alle snelheden, bv. via lineaire regressie.

Afwijkingen van de windtunnel en van de bovenstaande procedure kunnen aanvaardbaar zijn voor laboratoria die alleen voor eigen gebruik kalibreren. De invloed van deze afwijkingen op de kalibratie-onzekerheid dient wel te worden onderzocht en in rekening gebracht.

Bijvoorbeeld kan met de 2 pitotbuizen simultaan op een verschillend punt worden gewerkt. In dat geval dient ook het verschil in snelheid tussen de beide meetpunten geëvalueerd te worden.

Kalibratiefrequentie

De kalibratiefrequentie van pitotbuizen hangt af van het type en de gebruiksfrequentie.

- Alle pitotbuizen dienen steeds voor ingebruikname gekalibreerd. Indien geen mechanische schade opgetreden is, dan is een herhaalde kalibratie niet noodzakelijk.
- Alle types die in het veld worden gebruikt dienen te worden gekalibreerd om de 1 tot 5 jaar, afhankelijk van de gebruiksfrequentie

8 BEPALEN VAN DE RICHTING VAN DE GASSTROOM

Met standaard pitotbuis

Een standaardpitotbuis levert aanvaardbare metingen van de gassnelheid op zolang de richting van de buis niet meer dan 15° afwijkt van de stromingsrichting. Wanneer de afwijking groter wordt dan 15° vermindert de afgelezen dynamische druk snel. Bij 90° dwarsstelling wordt een negatieve druk afgelezen. Door de pitotbuis te draaien kan de richting voor het maximale drukverschil worden opgespoord. Deze richting komt overeen met de stromingsrichting. Op deze wijze kan de aanwezigheid van draaistromen of terugstroming worden aangetoond.

Met S-type pitotbuis

S-pitotbuizen laten een nauwkeurige meting van de gassnelheid toe op voorwaarde dat de richting van de gasstroom niet meer dan 15° afwijkt van de richting van de pitotbuis. Bij 90° dwarsstelling staan de drukopeningen van de S-pitotbuis parallel met de stroom en is de drukuitlesing op de micromanometer nul. De richting van de gasstroom kan dus worden bepaald door de S-pitotbuis te draaien tot de manometer nul aanduidt. De stromingsrichting maakt dan een hoek van 90° met de richting van de pitotbuis.

De norm NBN ISO 16911-1 geeft aan dat indien uit voorgaande metingen of vanuit de geometrie van het afgaskanaal of de condities in de schoorsteen blijkt dat draaistromen ("swirl") in het afgas aanwezig zijn of kunnen aanwezig zijn, de niet axiale stroming in ieder meetpunt bepaald moet worden. Indien één van de tangentiële stromingshoeken groter is dan 15° ten opzichte van de axiale richting, dan zullen de draaistromen een significante impact op de metingen hebben. In dergelijk gevallen moet de snelheid in ieder punt gemeten worden met toestellen die zowel de snelheid als de stromingshoek in ieder punt kunnen geven (3D-, 2D- en S-pitotbuizen). Indien de Swirl > is dan 15°, dan is de snelheid, gecorrigeerd voor de stromingsrichting, v_c , gelijk aan:

$$v_c = \cos \theta_{\text{meting}} \cdot v_{\text{meting}}$$

met

$\cos \theta_{\text{meting}}$: cosinus van de gemeten hoek

v_{meting} : gemeten snelheid onder hoek θ_{meting}

9 AANDACHTSPUNTEN

9.1 AANDACHTSPUNTEN BIJ SNELHEIDSMETING

- De toestand van de pitotbuis is bepalend voor een goed resultaat van de snelheidsmeting. Rechtheid van de sonde en de tip, rechte hoek van de tip met de lans, en beschadigingen van de openingen dienen regelmatig te worden gecontroleerd en zo nodig hersteld.
- De positie van de pitotbuis in de opening moet goed recht zijn, om foute drukken te voorkomen en ook opdat de tip exact in de bedoelde meetpunten staat. Bij voorkeur een vaste montage met flens gebruiken zodat de pitotbuis vast zit en loodrecht op de beide assen van de leiding. Controleer regelmatig de positie in beide vlakken.
- De meetpunten dichtbij de wand zijn vaak onnauwkeuriger wegens invloed van wand en meetopening. Op een afstand van meer dan 3% van de lengte van de bemonsteringslijn of meer dan 5 cm van de binnenste kanaalwand (grootste waarde van de twee) meten en de meetopening afdichten zonder uitstekende delen in de schoorsteen.
- Kalibratiefactor van S-type pitotbuis is belangrijk voor de meetnauwkeurigheid
- Temperatuurmeting dient per meetpunt uitgevoerd; voldoende tijd laten voor het bereiken van de evenwichtstemperatuur; opletten voor invloed van buitenlucht bij het eerste meetpunt (bijvoorbeeld dichtst bijgelegen meetpunt laatst nemen).
- Variaties in de tijd van gassnelheid, watergehalte en gassamenstelling kunnen tot onnauwkeurige resultaten leiden. Meerdere bepalingen van deze parameters én de snelheid dienen toegepast bij fluctuerende condities. Een continue meting met een pitotbuis op één punt geeft een beeld van de schommelingen in snelheid.
- Maatregelen bij ongunstig gelegen meetdoorsneden: indien de ligging van de meetsectie niet voldoet aan de normvoorschriften dan kan de nauwkeurigheid worden opgevoerd door de snelheidsmeting op een groter aantal meetpunten uit te voeren

9.2 AANDACHTSPUNTEN BIJ DE DEBIETSBEPALING

Bij afgasdebietsmetingen worden in de praktijk soms grote afwijkingen tussen verschillende metingen of tussen de meting en de verwachte waarde vastgesteld.

- Tweemaal per jaar moet een lekttest van de pitotbuis in het laboratorium uitgevoerd worden:
 - Sluit de openingen van de Pitotbuis af en 1 opening van de manometer
 - Breng de pitotbuis op een druk van ten minste de absolute druk ($p_{atm} + p_{stat}$) in het afgaskanaal – dit kan bv mbv een kraantje gebeuren en sluit het kraantje onmiddellijk
 - De druk mag maximum 5% dalen over een periode van 1 minuut
- Een plausibiliteitscontrole van het gemeten afgasdebiet is steeds aangewezen. Dit kan op de volgende manier:
 - toetsen van het resultaat aan vroegere metingen en/of informatie van de exploitant (bvb. nominaal ventilatordebiet)
 - vergelijking met het berekend of nominaal debiet, bijvoorbeeld voor verbrandingsprocessen, waar uit het gemeten zuurstofgehalte en het brandstofverbruik een berekening van de afgasstroom mogelijk is.
 - vergelijkbaarheid nagaan van gemeten in- en uitgaande stromen van het proces
 - samentellen en vergelijken van de gemeten totale en samenstellende stromen
- Een toename van het aantal punten geeft een omgekeerd evenredige vermindering van de meetonzekerheid op de gemiddelde snelheid, en dus op het debiet. Bij twijfelgevallen is het steeds aan te raden het aantal meetpunten op te drijven.

- De nauwkeurigheid van de meting van de kanaalafmetingen heeft een grote invloed op de nauwkeurigheid van het berekende debiet (de oppervlakte is evenredig met het kwadraat of product van de lineaire afmetingen). De maximum toegelaten afwijking op de diameter van de schoorsteen bedraagt 2%.
- Bij sterk draaiende stroming (swirl) kan de stromingshoek als volgt worden bepaald:
 - Nivelleer de manometer en voer een zero uit
 - Maak een verbinding met de S-pitotbuis en voer een lektest uit
 - Plaats de S-pitotbuis achtereenvolgens in ieder meetpunt zodat de vlakken van de openingen van de pitotbuis loodrecht op de meetdoorsnede staan (deze positie voor de S-pitotbuis is de 0°-referentie)
 - Registreer de differentieeldruk in elk punt. Als een verschilddruk 0 in deze 0°-stand bekomen wordt, dan wil dit zeggen dat een aanvaardbare debietsconditie in dat punt bestaat. Als de verschilddruk niet 0 is, dan moet de pitotbuis gedraaid worden totdat een 0-uitlezing op de manometer bekomen wordt. Registreer dan de draaiingshoek van de pitotbuis.
 - Als de draaiingshoek in elk punt minder dan 15° bedraagt dan is de debietsconditie in het gaskanaal aanvaardbaar. Het niet kleiner zijn van de hoek tov de kanaalas dan 15° is een afwijking van de NBN EN 15259, maar voor debiet wordt een meting waarbij gecorrigeerd moet worden wel als een conforme meting voor bepaling van het massadebiet beschouwd

Wanneer de stromingsrichting niet parallel is met de as van de leiding, dan kunnen grotere snelheden worden gemeten dan wat met de werkelijke axiale stroom overeenkomt. Een correctie hiervoor is onder §8 beschreven.

10 MEETONZEKERHEID

Bij de debietsbepaling komen in de praktijk frequent grote afwijkingen voor tussen laboratoria onderling en tussen verwachte en gemeten waarden. De oorzaak hiervan ligt vaak bij systematische fouten (bias) te wijten aan niet-conformiteit met de voorwaarden gesteld in het toepassingsgebied in paragraaf 1, of in afwijkingen van de meetapparatuur of van de ligging van de meetpunten. De volgende evaluatie gaat ervan uit dat de normen strikt worden nagevolgd, en houdt geen rekening met grote systematische afwijkingen.

De bepaling van de meetonzekerheid op de snelheidsmeting met een pitotbuis kan in drie stappen worden uitgevoerd:

1. Onzekerheid op de snelheidsmeting in één punt
2. Onzekerheid op de gemiddelde snelheid
3. Onzekerheid op het totaal debiet, in reële en standaardcondities

Om de verschillende onzekerheidsbijdragen op snelheids- en debietsmetingen te evalueren wordt de GUM-benadering gevolgd. Deze methode laat toe de onzekerheid te berekenen in functie van de gassnelheid, en het effect van het aantal meetpunten en de kanaalomstandigheden te onderzoeken.

De variabelen die volgens de berekening van het debiet bijdragen in de meetonzekerheid zijn:

- pitotfactor K, onzekerheid volgens certificaat of eigen kalibratie
- Δp

- ρ , zelf bepaald uit gassamenstelling, watergehalte, temperatuur en druk
- schoorsteenafmetingen of diameter D
- temperatuur en druk in de schoorsteen

Andere factoren die niet in de formules zijn terug te vinden:

- variaties in functie van de tijd
- variaties in gassamenstelling en watergehalte
- afwijkende positie van de pitotbuis
- herhaalbaarheid

Onzekerheid op de plaatselijke snelheidsmeting

Door toepassing van de foutenpropagatieregels voor de gecombineerde meetonzekerheid volgens de GUM:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad (13)$$

op vergelijking (3) bekomt men de volgende uitdrukking voor de meetonzekerheid bij de snelheidsmeting op 1 punt in functie van de samenstellende meetonzekerheden:

$$\frac{u_c^2(v)}{v^2} = \frac{u^2(K)}{K^2} + \frac{u^2(\Delta p)}{4 \cdot \Delta p^2} + \frac{u^2(\rho)}{4 \cdot \rho^2} \quad (14)$$

Onzekerheid op de gemiddelde snelheid

De gemiddelde snelheid van de n gemeten punten wordt bekomen uit (8) waardoor de meetonzekerheid op het gemiddelde overeenkomt met

$$u^2(\bar{v}) = \frac{1}{n^2} \sum_j u^2(v_j) \quad (15)$$

Hierbij wordt opgemerkt dat de standaardonzekerheid op de gemiddelde gassnelheid daalt met een stijgend aantal meetpunten.

Onzekerheid op het volumedebiet

Het volumedebiet wordt uit de gemiddelde snelheid berekend door vermenigvuldiging met de oppervlakte van de kanaaldoorsnede volgens vergelijking (9), waardoor de meetonzekerheid op het gemiddelde overeenkomt met:

$$\frac{u^2(Q)}{Q^2} = \frac{u^2(\bar{v})}{\bar{v}^2} + \frac{u^2(A)}{A^2} \quad (16)$$

Voor cirkelvormige doorsneden met diameter D geldt: $\frac{u^2(A)}{A^2} = 4 \times \frac{u^2(D)}{D^2}$

De verdere evaluatie van de meetonzekerheid op Q_N en $Q_{N,dr}$ aan de hand van formules (10) en (11) ligt voor de hand en wordt hier niet verder uitgewerkt.

11 REFERENTIES

NBN EN ISO 16911-1: 2013

Emissies van stationaire bronnen - Handmatige en geautomatiseerde bepaling van de stroomsnelheid en het debiet in afgaskanalen - Deel 1: Handmatige referentiemethode

NBN EN 15259: 2007

Luchtkwaliteit - Meting van emissies van stationaire bronnen - Eisen voor meetvlakken en meetlocaties en voor doelstelling, meetplan en rapportage van de meting

ISO 10780: 1994

Stationary source emissions - Measurement of velocity and volume flowrate of gas streams in ducts

ISO 14164: 1999

Stationary source emissions - Determination of the volume flowrate of gas streams in ducts - Automated method

EPA Method 1

Sample & velocity Traverses for stationary sources

EPA Method 2

Determination of stack gas velocity and volumetric flow rate (type S pitot tube)

ISO 3966: 2008

Measurement of fluid flow in closed conduits – Velocity area method using pitot static tubes

EN 13284-1: 2017

Stationary source emissions - Determination of low range mass concentration of dust – Part 1: Manual gravimetric method

Environment Agency

Method Implementation Document for EN 13284

BS EN 13284-1: 2002

Stationary source emissions – Determination of low range mass concentration of dust – Part 1: Manual gravimetric method

CEN/TR 17078: 2017

Stationary source emissions - Guidance on the application of EN ISO 16911-1

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Meetplaats	4
2.1	<i>Geschiktheid van de meetplaats</i>	4
2.2	<i>Evaluatie meetplaats bij de rapportering</i>	4
2.2.1	Algemeen	4
2.2.2	Toegelaten afwijkingen t.o.v. de norm NBN EN 15259	5
2.3	<i>Aantonen van de homogeniteit van een meetsectie voor de gasvormige parameters</i>	6
3	Debietsmeting	8
3.1	<i>Kalibratie van pitotbuizen</i>	8
3.2	<i>Integriteit van de pitotbuis</i>	8
4	Bemonstering	8
4.1	<i>Rastermeting of éénpuntsmeting?</i>	8
4.1.1	Debiet	8
4.1.2	Stofgedragen componenten of meergefasenbemonstering	9
4.1.3	Gasvormige componenten	9
4.2	<i>Lektesten</i>	9
4.3	<i>Veldblanco's</i>	10
4.3.1	Veldblanco's bij manuele bemonsteringen	11
4.3.2	Veldblanco bij dioxines volgens EN 1948-1, 2, 3	12
5	Specifieke vereisten voor enkele methodes	13
5.1	<i>Gasmetingen met continue monitoren</i>	13
5.1.1	Kalibratie en controle van gasmonitoren	13
5.1.2	Controle op verliezen in de leiding het bemonsteringssysteem	14
5.1.3	Criteria voor zero- en spandrift	15
5.1.4	Zelf certificeren van kalibratiegassen	15
5.1.5	Validatievereisten van monitoren	16
5.1.6	Evaluatie van de meetonzekerheid	17
5.1.7	Meetbereik en meetonzekerheid	17
5.2	<i>Zuurstofmeting</i>	17
5.3	<i>NO₂ meting</i>	18
5.3.1	NO ₂ -meting door middel van convertor en NO-meting:	18
5.3.2	Ruimere marges voor drift NO ₂	18
5.4	<i>Gravimetrische stofgehaltebepaling</i>	19
5.5	<i>Gravimetrische bepaling van het watergehalte</i>	19
5.6	<i>Natchemische bemonsteringen van gasvormige anorganische chloriden en fluoriden en andere</i>	20
5.7	<i>Bemonstering van VOS door adsorptie</i>	21
6	Referenties	23

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze kwaliteitsvereisten gelden voor de metingen van emissies in de lucht, uitgevoerd door erkende laboratoria in Vlaanderen in het kader van Vlarem en de milieuvergunning.

De samenvatting als een compendiummethode beoogt de voornaamste vereisten ondubbelzinnig te groeperen in één enkel referentiedocument. De meeste van deze vereisten werden reeds vroeger meegedeeld via berichten, werkgroepen en bijeenkomsten van de erkende laboratoria. De toepassing ervan is een voorwaarde voor de erkenning en kan steeds worden getoetst bij erkennings- of veldaudits en in de meetverslagen.

Sommige kwaliteitsvereisten staan reeds in andere compendiumprocedures, Belgische, Europese of ISO-normen vermeld. De herhaling in deze lijst betekent in dat geval dat het om een aandachtspunt gaat waarvan niet kan worden afgeweken wegens de impact op de kwaliteit van het resultaat. Andere kwaliteitsvereisten zijn strenger of meer expliciet dan de normen. Ze komen overeen met het kwaliteitsniveau dat in de Vlaamse wetgeving als "zo nauwkeurig mogelijk" is omschreven. Op enkele punten worden toelaatbare afwijkingen van normen beschreven.

Om de verwijzing eenduidig te maken werden de kwaliteitsvereisten als volgt ingedeeld:

2. Meetplaats
3. Debietsmeting
4. Bemonstering
5. Specifieke vereisten voor enkele methodes
 - Gasmetingen met continue monitoren
 - Zuurstofmeting
 - NO₂-meting
 - Gravimetrische stofgehaltebepaling
 - Gravimetrische bepaling van watergehalte
 - Natchemische bemonstering van gasvormige anorganische chloriden uitgedrukt als HCl, gasvormige fluoriden uitgedrukt als HF en andere
 - VOS – organische componenten

2 MEETPLAATS

2.1 GESCHIKTHEID VAN DE MEETPLAATS

De geschiktheid van de meetplaats moet worden afgetoetst aan de hand van de compendiumprocedure LUC/0/001 'Meetplaats in het gaskanaal'.

Het meetvlak is gelokaliseerd in een deel van het afgaskanaal (schoorsteen bv) waar homogene stromingscondities en concentraties verondersteld kunnen worden.

Voor de aftoetsing van de geschiktheid van de meetplaats moet in ieder meetpunt van het meetvlak aan onderstaande vereisten van de NBN EN 15259 voor een homogeen stromingsprofiel voldaan zijn:

- Richting van de gasstroom $< 15^\circ$ t.o.v. de lengteas van het gaskanaal;
- Geen lokale negatieve gassnelheden;
- Een minimum gassnelheid afhankelijk van de meetmethode voor volumedebiet:
 - Bij gebruik van pitotbuizen moet de differentieeldruk groter dan 5 Pa zijn;
 - Bij gebruik van vleugelradanemometers moet de snelheid groter dan 0,5 m/s zijn;
- Verhouding maximale/minimale gemeten gassnelheid < 3

De vier voorwaarden hebben vooral betrekking op een homogeen snelheidsprofiel en zijn dus van belang voor de monsterneming van stof, stofvormige parameters en debiet.

Voor installaties waar debiet en stof/stofvormige parameters geen essentiële meetgrootheden zijn, is vooral de homogeniteit voor de gasvormige parameters belangrijk en niet het snelheidsprofiel. Het resultaat van de homogeniteitstest voor de gasvormige parameters (verondersteld homogeen, homogeen of niet homogeen) bepaalt in dit geval de meetstrategie voor de gasvormige parameters (zie 2.3).

Een voorafgaand onderzoek van de installatie en het meetvlak om onderstaande punten na te gaan dient uitgevoerd:

- Toegang tot de meetlocatie;
- Aantal en grootte van de meetopeningen;
- Omstandigheden ter plaatse;
- Bescherming tegen weersomstandigheden;
- Eventuele obstructies;
- Stroomvoorzieningen;

Op basis van dit voorafgaand onderzoek kan daarna de geschikte monsternemingsapparatuur geselecteerd worden.

2.2 EVALUATIE MEETPLAATS BIJ DE RAPPORTERING

2.2.1 Algemeen

Procedure LUC/0/006 is van toepassing voor rapportering van monsternamingsgegevens en analyseresultaten door een erkend laboratorium in de discipline lucht. Volgens deze procedure moet het rapport een registratie van de karakteristieken van de meetplaats en, indien van toepassing, een aftoetsing ervan naar conformiteit met het compendium of andere vereiste methode volgens art. 45 van het VLAREL bevatten. Voor emissiemetingen dient naast de

kenmerken van de meetplaats minstens volgende informatie betreffende de conformiteit van de meetplaats in het verslag opgenomen:

- De resultaten van de toetsing aan de 4 voorwaarden van de NBN EN 15259 voor een homogeen stromingsprofiel op ieder punt conform de norm met uitzondering van de situaties waarvoor afwijkingen onder 2.2.2 toegelaten worden; in geval van een niet homogeen concentratieprofiel in het meetvlak is een debietgewogen monsterneming vereist en moet het snelheidsprofiel gekend zijn. In dat laatste geval moet steeds nagegaan worden of aan de voorwaarden van de NBN EN 15259 voldaan is. De toetsing aan de 4 voorwaarden moet in het rapport in meer detail weergegeven worden door:
 - Voor gemeten hoeken boven de 15°: rapportering van de werkelijk gemeten hoeken van de gasstroom ten opzichte van de kanaalas per meetpunt; voor hoeken onder 15° volstaat '< 15°'.
 - Rapportering van de individuele gassnelheden per meetpunt en de verhouding v_{max}/v_{min}
- Het aantal aanwezige meetopeningen/meetassen/meetpunten t.o.v. de vereisten vanuit de NBN EN 15259. Onder 2.2.2 worden de toegelaten afwijkingen beschreven die geen aanleiding geven tot een non-conformiteit.

Met uitzondering van de toegelaten afwijkingen onder 2.2.2, dient het niet voldaan zijn aan de 4 vereisten voor een homogeen stromingsprofiel vanuit de NBN EN 15259 en de aanwezigheid van onvoldoende meetopeningen/meetassen/meetpunten als een non-conformiteit gerapporteerd te worden, met de omschrijving van de vastgestelde afwijkingen. Bijvoorbeeld voor het niet voldaan zijn aan het vereiste aantal meetopeningen/meetassen/meetpunten: niet alle vereiste meetopeningen zijn aanwezig, een reling ter hoogte van de meetopeningen belet een volledige traversering op alle punten, te kleine meetopeningen voor de te gebruiken sondes in het bijzonder bij stofgebonden componenten, een te klein meetplatform is beschikbaar, ...

In het meetrapport dient verder volgende informatie betreffende de meetplaats opgenomen, maar dit leidt niet tot een niet conforme meetplaats:

- Het resultaat van de homogeniteitstest met resulterende strategie (1 puntsmeting of rastermeting) of het voldaan zijn aan alsook de aftoetsing aan de 3 voorwaarden voor veronderstelde homogeniteit (met een 1 puntsmeting als resulterende strategie);
- Een toetsing aan de afstandsrichtlijnen van de NBN EN 15259 in het kader van homogene stromingscondities.

Alle gegevens betreffende de kenmerken van de meetplaats en de aftoetsing ervan naar conformiteit met het compendium (bv homogeniteitsbepaling), dienen bijgehouden te worden.

2.2.2 Toegelaten afwijkingen t.o.v. de norm NBN EN 15259

Onderstaand worden de situaties gegeven waar via het LUC Compendium afwijkingen t.o.v. de 4 voorwaarden van de NBN EN 15259 voor een homogeen stromingsprofiel of t.o.v. het aantal meetopeningen/meetassen/meetpunten toegelaten worden en die dus niet leiden tot een non-conformiteit. In het rapport moet aangegeven worden welke van deze afwijkingen t.o.v. de norm zich voordoen met de melding dat dit geen afwijkingen t.o.v. het 'Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht' zijn en in dergelijke gevallen conformiteit met het LUC geldt.

- Voor kleine gasgestookte installaties en installaties op gasolie tot 5 MW met uitzondering van atmosferische branders zijn volgende afwijkingen t.o.v. NBN EN 15259 toegelaten:
 1. Slechts 1 meetopening i.p.v. 2 meetopeningen beschikbaar
 2. Een meting op 1 punt

3. Afwijkingen van 1 of meer van de 4 voorwaarden voor een homogeen stromingsprofiel

- Indien enkel gasvormige parameters zonder debiet gemeten moeten worden in een homogene gasstroom zonder druppels, dan moeten de 4 voorwaarden voor een homogeen snelheidsprofiel uit NBN EN 15259 niet worden afgetoetst en is het niet voldaan zijn aan 1 of meerdere van deze voorwaarden geen afwijking. Voor niet wateroplosbare gasvormige parameters geldt dit eveneens voor homogene gasstromen met druppels.
- Indien enkel gasvormige parameters en debiet gemeten moeten worden in een homogene gasstroom zonder druppels en het debiet kan op een alternatieve manier conform NBN EN ISO 16911-1 bepaald worden, dan moeten de 4 voorwaarden voor een homogeen snelheidsprofiel niet worden afgetoetst en is het niet voldaan zijn aan 1 of meerdere van deze voorwaarden geen afwijking. Voor niet wateroplosbare gasvormige parameters geldt dit eveneens voor homogene gasstromen met druppels.
- Indien enkel gasvormige parameters zonder debiet gemeten moeten worden in een gasstroom die verondersteld homogeen is en zonder druppels, dan is het niet voldoen aan het vereiste aantal meetopeningen/meetassen/meetpunten geen afwijking. Voor niet wateroplosbare gasvormige parameters geldt dit eveneens voor verondersteld homogene gasstromen met druppels.
- Indien enkel gasvormige parameters en debiet gemeten moeten worden in een gasstroom die verondersteld homogeen is en zonder druppels en het debiet kan op een alternatieve manier conform NBN EN ISO 16911-1 bepaald worden, dan is het niet voldoen aan het vereiste aantal meetopeningen/meetassen/meetpunten geen afwijking. Voor niet wateroplosbare gasvormige parameters geldt dit eveneens voor verondersteld homogene gasstromen met druppels.

2.3 AANTONEN VAN DE HOMOGENITEIT VAN EEN MEETSECTIE VOOR DE GASVORMIGE PARAMETERS

De homogeniteit van de meetsectie voor de gasvormige parameters is relevant voor de bepaling van de meetstrategie voor deze parameters.

Meting van gasvormige componenten in één punt, in plaats van meting over het volledige meetvlak (traversering - scanning), is alleen toegelaten:

- Indien de homogeniteit van de meetsectie werd aangetoond volgens NBN EN 15259; een éénpuntsmeting in elk punt van de sectie is dan toegestaan;
- Ofwel in één welbepaald punt waarvan bewezen werd dat het representatief is voor de sectie volgens NBN EN 15259;
- Indien er veronderstelde homogeniteit is;
- Voor kleine gasgestookte installaties en installaties op gasolie tot 5 MW met uitzondering van atmosferische branders.

Voor diameters kleiner dan 0,35 m moet slechts op 1 punt in het gaskanaal gemeten te worden en dient dus geen homogeniteit bewezen te worden. Tussen 0,35 m en 1,10 m dient de homogeniteit bewezen te worden tenzij aan onderstaande voorwaarden voor veronderstelde homogeniteit voldaan is.

Veronderstelde homogeniteit: Een meetsectie mag zonder verdere testen als homogeen worden beschouwd als voldaan wordt aan alle onderstaande voorwaarden:

- De meetsectie is gesitueerd in een rechtlijnig deel van het afgaskanaal met tenminste vier hydraulische diameters stroomopwaarts en twee hydraulische diameters stroomafwaarts (vroegere regels vanuit de NBN T 95-001*)
- Met diameter tot maximaal 1,10 m (cirkelvormig afgaskanaal) of met een dwarsdoorsnede $\leq 1\text{m}^2$ (rechthoekig of vierkant afgaskanaal);
- En er is slechts één bron aangesloten.

* De norm NBN T 95-001 stelde: 'De meetdoorsnede moet zich bevinden in een rechtlijnig deel van de leiding met constante vorm en doorsnede en een lengte van ten minste zesmaal de hydraulische diameter D_h ; zij moet gekozen worden op twee derden van de lengte van het rechte deel gemeten vanaf het aanvangspunt stroomopwaarts.'

Vermoeden van niet-homogeniteit: Indien niet aan alle bovenstaande voorwaarden is voldaan, dus bij minder gunstige ligging van de sectie dan door de normen voor stofgehaltebepaling of debietsmeting wordt voorgeschreven, grotere diameters ($> 1,10\text{ m}$) of meerdere bronnen op hetzelfde kanaal aangesloten is er een vermoeden van niet-homogeniteit en dient de homogeniteit te worden aangetoond.

Frequentie van aantonen van homogeniteit: Indien een éénpuntsmeting wordt uitgevoerd dient de homogeniteit reeds bewezen te zijn. Voor emissiemetingen die periodiek worden herhaald in hetzelfde meetvlak volstaat een eenmalige bepaling van de homogeniteit volgens de methode beschreven in NBN EN 15259, zolang het meetpunt en de aangesloten processen die de emissies voortbrengen niet veranderen.

Minimum aantal meetpunten: De homogeniteit dient te worden aangetoond met minimum 8 verschillende meetpunten voor een ronde doorsnede en minimum 9 voor een rechthoekige. Aangezien met een kleiner aantal meetpunten de statistische onzekerheid te groot is – weerspiegeld in de hoge F en t-waarden – hebben tests met minder meetpunten weinig betekenis.

Vast opgestelde meettoestellen: Voor vast opgestelde meettoestellen dient de homogeniteit steeds aangetoond volgens de voorschriften van de Code van Goede Praktijk of EN 14181.

Waarschuwing: bij sterk in de tijd fluctuerende emissies, of indien meerdere bronnen met verschillende regimes op hetzelfde kanaal zijn aangesloten kan de homogeniteit niet met de voorgeschreven methodes worden bewezen. Dit betekent in principe dat er steeds dient gescand te worden, maar de representativiteit van de meting voor de emissie is hiermee nog niet gegarandeerd.

Bij verbrandingsprocessen kan het aantonen van de homogeniteit met O_2 (als surrogaatparameter) gebeuren.

Bij niet verbrandingsprocessen waar O_2 geen geschikte parameter is voor de uitvoering van de homogeniteitstest en geen andere parameters in de gasstroom aanwezig zijn die voor de uitvoering van de homogeniteitstest continu gemeten kunnen worden, dienen volgende voorwaarden afgetoetst te worden:

- Standaardafwijking op de snelheden $< 10\%$ van de gemiddelde snelheid
- Lokale temperatuurverschillen variëren minder dan 10°C

3 DEBIETSMETING

Voor het meten van debiet in een afgaskanaal is de compendiumprocedure LUC/0/004 van toepassing. Deze methode volgt de NBN EN ISO 16911-1 tenzij andere bepalingen in de betreffende methode zijn opgenomen.

3.1 KALIBRATIE VAN PITOTBUIZEN

Alle Pitotbuizen moeten steeds voor ingebruikname gekalibreerd worden. Alle Pitotbuizen die in het veld gebruikt worden, moeten regelmatig gekalibreerd worden waarbij de frequentie afhangt van de gebruiksfrequentie (1 tot 5-jaarlijks). Naast kalibratie van Pitotbuizen conform NBN EN ISO 16911-1 (bv in een windtunnel ten opzichte van een laser-Doppler anemometer als referentie-instrument) is kalibratie ten opzichte van een referentie Pitotbuis in een windtunnel conform ISO 10780 eveneens toegelaten. Deze laatste methode wordt in LUC/0/004 beschreven. Het gebruik van Pitot kalibratiefactoren die enkel op het ontwerp van de Pitotbuis gebaseerd zijn, is niet toegelaten.

Pitotbuizen worden bij voorkeur gekalibreerd door hiervoor geaccrediteerde kalibratie-instellingen. De voorwaarden voor kalibratie in het eigen labo zijn:

- beschikken over een gedetailleerde kalibratieprocedure
- beschikken over een windtunnel die aan de normen voldoet (zie procedure LUC/0/004)
- evalueren van de kalibratie-onzekerheid bij elke kalibratie

Pitotbuizen van gecombineerde sondes dienen steeds te worden gekalibreerd of geverifieerd in een windtunnel. Gecombineerde sondes (pitotbuis+thermokoppel gekoppeld aan een bemonsteringssonde voor stof/Anorganische chloriden, ...) mogen enkel worden gebruikt om de gassnelheid te meten om het isokinetisme in te stellen. Debieten die met deze gecombineerde sondes gemeten werden, mogen niet worden gebruikt voor de toetsing van emissiegrenswaarden.

3.2 INTEGRITEIT VAN DE PITOTBUIS

Een pitotbuis is een aerodynamisch meetinstrument, waarvan de goede respons afhangt van de correcte vorm. De exacte positie op de vereiste meetpunten kan niet worden gegarandeerd indien de lans niet recht is. De correcte geometrische vorm, de gaafheid van tippen en de rechtheid van de lans moet bij elke meting gecontroleerd worden en zal ook telkens worden beoordeeld bij audits.

Het is niet toegestaan kromme of vervormde pitotbuizen te kalibreren. Voorafgaand aan elke kalibratie dienen alle vervormingen of beschadigingen hersteld.

4 BEMONSTERING

4.1 RASTERMETING OF ÉÉNPUNTSMETING?

4.1.1 DEBIET

Bij de debietsmeting dient steeds een rastermeting uitgevoerd te worden. Het aantal en de ligging van de meetpunten is in procedure LUC/0/004 en de norm NBN EN 15259 opgenomen.

4.1.2 STOFGEDRAGEN COMPONENTEN OF MEERFASENBEMONSTERING

Voor bemonsteringen waarbij de te meten component(en) voorkomen in de stofdeeltjes, of kunnen voorkomen in verschillende fasen zoals stof, gas en druppeltjes dient steeds een rastermeting te worden uitgevoerd over de punten en diameters die door de stofbemonsteringsmethode EN 13284-1 worden vereist en een isokinetische monsterneming. Dit geldt dus steeds voor de bemonstering van stof, zware metalen, PAK's, dioxines en PCB's in emissies.

4.1.3 GASVORMIGE COMPONENTEN

Voor gasvormige componenten is een 1-puntsmeting toegestaan onder één van de volgende voorwaarden:

- De homogeniteit van de hele meetsectie werd aangetoond volgens NBN EN 15259; in dat geval kan elk punt worden gekozen als enkel meetpunt;
- Het gekozen meetpunt werd geïdentificeerd als een representatief punt voor de emissie volgens de methodiek van NBN EN 15259 (dit kan ook in een niet-homogeen meetvlak);
- Indien er veronderstelde homogeniteit is (zie punt 2.3).
- Voor kleine gasgestookte installaties en installaties op gasolie tot 5 MW met uitzondering van atmosferische branders

Voor schouwdiameters groter dan 1,10 meter dient het vermoeden van homogeniteit steeds gesteund te zijn op een experimentele bepaling met een voldoende aantal punten.

In geval van aanwezigheid van druppels dienen de wateroplosbare gasvormige componenten (bv. gasvormige anorganische chloriden uitgedrukt als HCl, gasvormige fluoriden uitgedrukt als HF, NH₃, wateroplosbare VOS, ...) via een rastermeting en isokinetisch bemonsterd te worden.

Bij de monsterneming van gasvormige parameters via een rastermeting- bij een niet homogene meetsectie en afwezigheid van druppels in het afgaskanaal- kunnen volgende 2 gevallen onderscheiden worden:

- 1) Het debiet doorheen het collectiemedium wordt aangepast aan het lokaal massadebiet in het deelopervlak (massadebietproportionele monsterneming)
- 2) Het debiet kan niet aangepast worden zonder afname van de collectie-efficiëntie van het systeem (manuele methoden bijvoorbeeld met wasflessen) of kan niet aangepast worden (automatische methoden); in dit geval wordt in ieder punt tijdsproportioneel met de lokale snelheid bemonsterd

4.2 LEKTESTEN

- In de procedure moet kwalitatief beschreven staan hoe de lektest moet worden uitgevoerd; de duur van een lektest kan eventueel een cruciaal gegeven zijn;
- Lektesten moeten kwantitatief geregistreerd worden (eveneens registratie tijdstippen, gastellerstanden, resterend lekdebiet !);
- De lektest dient tenminste uitgevoerd bij de hoogste onderdruk die gedurende de proef kan voorkomen;
- Het algemeen criterium voor het maximaal toegestaan lekdebiet in de normen is 2% van het nominaal monsternemingsdebiet. Voor PCDD/F's/PCB's/PAK's en VOS door adsorptie mag het lekdebiet maximum 5% van het monsternemingsdebiet bedragen.

- De bijdrage die in de meetonzekerheid wordt verrekend moet overeenkomen met het werkelijk toegestane lek (lekken en verliezen zijn afzonderlijke posten, ook al geldt in verschillende EN normen een criterium van 2% voor de som).

Tips voor diverse lektesten:

- Kwalitatieve of semikwantitatieve lektesten (bv. maximum 10 luchtbellen per minuut, of vlotter van rotameter beneden) zijn toegelaten op voorwaarde dat de uitvoerder kan aantonen met welk kwantitatief lekpercentage dit overeenkomt, en dit moet zeker beneden de 2% van het monsternamedebiet blijven (uitzondering: bij dioxines, PCB's en PAK's en VOS door adsorptie is maximum 5% toegelaten).
- Het is aangewezen te beschikken over stoppen voor elk type gebruikte sonde; voor natchemische bemonsteringen, bij voorkeur stoppen die geleidelijk kunnen gelost worden, zodat de vloeistof niet uit de wasflessen spat bij het verwijderen van de stop.

4.3 VELDBLANCO'S

De specifieke vereisten voor veldblanco's zijn in tabel 1 opgenomen. Omdat de afwezigheid van een veldblanco kan leiden tot betwisting van de geldigheid van een meting is geen enkele uitzondering op deze tabel nog toelaatbaar. Een veldblanco moet steeds genomen, geanalyseerd en in het rapport vermeld worden.

4.3.1 VELDBLANCO'S BIJ MANUELE BEMONSTERINGEN

Tabel 1: Vereisten voor veldblanco's

Norm	Frequentie	Procedure ⁽²⁾	Validatie criterium?	Rapport
EN 1948-1 dioxines	Zie 4.3.2	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	ja, 10% EGW	ja, waarde van de veldblanco('s)
EN13284-1 stof manueel	Voor of na elke reeks ⁽¹⁾ minstens 1/dag	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	ja, 10% van de laagste EGW voor het proces of 0,5 mg/Nm ³ (grootste van beide waarden)	ja, waarde van de veldblanco('s)
EN 1911 Gasvormige anorganische chloriden, uitgedrukt als als HCl	voor elke reeks ⁽¹⁾ minstens 1/dag	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	ja 10% EGW	Ja, waarde van de veldblanco('s)
CEN/TS 13649 VOS door adsorptie:	Minstens 1/dag Voor >6stalen minimaal 2/dag ⁽³⁾ , Voor >10stalen minimaal 3/dag ⁽³⁾ Zelfde batch als echte stalen	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	10% EGW	Ja, waarde van de veldblanco('s)
EN 13211 Hg in afgas	1/campagne + elke schouw	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	nee	ja, waarde van de veldblanco('s)
EN 14385 metalen	1/campagne + elke schouw	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	ja, 10% EGW	ja, waarde van de veldblanco('s)
EN ISO 21877 NH ₃	voor elke reeks ⁽¹⁾ minstens 1/dag	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	ja 10% EGW	Ja, waarde van de veldblanco('s)

⁽¹⁾ als definitie voor meetreeks wordt de norm voor de gasvormige anorganische chloriden EN 1911:2010 als referentie genomen, namelijk zijnde seriële metingen die worden uitgevoerd op eenzelfde schouw onder dezelfde procesomstandigheden. Bij verschillende meetreeksen volstaat

het nemen van 1 veldblanco indien de metingen worden uitgevoerd met materiaal dat op eenzelfde moment en volgens eenzelfde procedure wordt voorbereid en gebruikt wordt bij hetzelfde industrieel proces of bij verschillende lijnen van dat industrieel proces.

⁽²⁾ In geval van verhoogde concentraties van de te meten component in de omgeving dient de veldblanco genomen te worden volgens de lektestprocedure. In dat geval dient ook nog een lektest op de eigenlijke bemonsteringstrein uitgevoerd te worden.

⁽³⁾ Minstens 1 veldblanco per dag per meetmethode (combinatie patroon+desorptie); de overige blanco's kunnen eventueel ingevuld worden door analyse van de back-up sectie van reële stalen.

4.3.2 VELDBLANCO BIJ DIOXINES VOLGENS EN 1948-1, 2, 3

Omwille van de complexiteit van de bemonstering en de hoge analysekost bij dioxine-emissies dienen volgende eisen door alle erkende laboratoria strikt op identieke manier te worden opgevolgd.

Een blanco moet worden genomen:

- Voor elke campagne, waarbij een campagne niet langer dan drie opeenvolgende meetdagen mag worden geïnterpreteerd,
- Op de meetplaats zelf (dus bv. niet beneden aan de schouw als de bemonstering zelf in de hoogte gebeurt),
- Met dezelfde apparatuur als voor de bemonstering, inclusief alle onderdelen met recuperatie van dezelfde fracties als bij het staal.
- Deze blanco dient steeds geanalyseerd.
- De waarde van de veldblanco wordt steeds in het rapport vermeld.

Dezelfde vereisten gelden voor veldblanco's van PCB's en PAK's.

5 SPECIFIEKE VEREISTEN VOOR ENKELE METHODODES

5.1 GASMETINGEN MET CONTINUE MONITOREN

5.1.1 KALIBRATIE EN CONTROLE VAN GASMONITOREN

5.1.1.1 KALIBRATIE TER PLAATSE EN REGISTRATIE

- Alle gasmonitoren worden voor de meting op de meetplaats zelf gekalibreerd met zero- en spangas, en gecontroleerd met een controlegas.
- Na de meting wordt ter plaatse opnieuw met zero- en spangas gecontroleerd.
- Alle kalibraties moeten natrekbaar zijn in de elektronische datafiles (zowel zero-, span-, als controlegas)

5.1.1.2 KWALITEIT VAN KALIBRATIEGASSEN

Een gecertificeerd kalibratiegas is vereist als spangas, ofwel:

- Een gas met kalibratiecertificaat, uitgegeven onder ISO 17025 accreditatie (BELAC of gelijkwaardig) door een als kalibratie-instelling geaccrediteerde producent
- Ofwel een ISO 17025 herleidbaar kalibratiegas; hierbij geldt de analyse door een geaccrediteerd of door een erkend laboratorium als juiste waarde. In het laatste geval dienen de verder beschreven vereisten cfr. 5.1.4 voor het zelf certificeren van kalibratiegassen gevolgd
- Een exploitant die zelfcontrolemetingen uitvoert en wiens methoden zijn goedgekeurd als conform met ISO 17025 kan onder dezelfde voorwaarden als een erkend laboratorium de kalibratiegassen voor eigen gebruik certificeren

Zuurstof kalibratiegassen

- Voor O₂ is gedroogde buitenlucht een goede keuze als kalibratiegas. Het gehalte van zuurstof in droge lucht is 20,95%. Bij kalibratie van de zuurstofmonitor met buitenlucht dient het gas ofwel volledig gedroogd te worden (bv gebruik silicagelpatroon) of gecontroleerd gekoeld te worden via de afgaskoeler.
- De Europese norm EN 14789 stelt voor om 20,9% te gebruiken met een onzekerheid van 0,5% relatief (= 0,1% O₂ absoluut). Voor erkenning in Vlaanderen worden zeer kritische eisen gesteld aan de nauwkeurigheid van de zuurstofmeting en is het aangewezen om de "juistere" waarde van 20,95% te gebruiken. De onzekerheid (< 0,05% relatief) is in dat geval verwaarloosbaar tegenover andere fouten.

Opmerking: het criterium van EN 14789 voor de onzekerheid op O₂ span gas van 2% relatief (k=2) is bij een concentratie van meer dan 15% O₂ te ruim om te kunnen voldoen aan het criterium voor erkenning (afwijking ≤ 0,3% absoluut)

De toegelaten kalibratie-onzekerheid op de fles mag voor CO, CO₂, NO_x, SO₂ en propaan maximum 2% bedragen. Dit is conform de EN normen, met uitbreiding naar SO₂ en CO₂.

De gecertificeerde waarde van kalibratiegassen moet gebaseerd zijn op, of gecontroleerd zijn via een nauwkeurige verificatieanalyse.

Voor kalibratie van de draagbare vlam- of foto-ionisatie monitor voor de uitvoering van LDAR metingen is voor het kalibratiegas geen ISO 17025 certificaat vereist zoals bij geleide emissiemetingen.

5.1.1.3 CONTROLEGAS

Na de kalibratie van de gasmeettoestellen dient een onafhankelijk controlegas voor alle componenten te worden aangeboden. Het controlegas moet niet noodzakelijk van een geaccrediteerde leverancier of ISO 17025 gecertificeerd zijn.

Onafhankelijk: het controlegas mag geen verdund kalibratiegas zijn.

Kalibratie- en controlegas zijn bij voorkeur afkomstig van verschillende gasleveranciers. Indien dit niet het geval is, moet de gasleverancier de onafhankelijkheid van deze gassen kunnen aantonen ofwel moet het kalibratiegas ten opzichte van een gas van een andere leverancier door het laboratorium gecertificeerd zijn. Ten laatste op 1/01/2018 moet hieraan voldaan worden.

Aanbevolen wordt om de aankoop van kalibratie- en controlegas ook gecontroleerd te verschuiven in de tijd.

Concentratie controlegas: bij voorkeur rond 50% van meetbereik

5.1.1.4 CONTROLEKAARTEN BIJ AFGASMETINGEN MET MONITOREN

De controlekaarten moeten ter plaatse beschikbaar zijn en direct worden ingevuld vooraleer met de eigenlijke meting wordt begonnen.

Het invullen van de controlekaart achteraf, of het invullen op een andere plaats door een kwaliteitsverantwoordelijke die niet aanwezig is op de meetplaats is niet toegestaan, omdat dit tot verder zetten van metingen met ongecontroleerde kwaliteit kan leiden.

De uitvoerder van de metingen moet het systeem en de criteria van de controlekaarten volledig begrijpen zodat bij afwijkingen direct en gepast kan worden ingegrepen.

Periodieke verwerking van controlekaarten is verplicht tenzij er bijvoorbeeld minder dan 10 punten op een half jaar op staan.

Bij gebruik van vaste grenzen op controlekaarten:

- Moeten de grenzen kwantitatief onderbouwd zijn.
- Moet eveneens een periodieke evaluatie (minstens jaarlijks) gebeuren;

5.1.2 **CONTROLE OP VERLIEZEN IN ~~DE LEIDING~~ HET BEMONSTERINGSSYSTEEM**

Verliezen in het bemonsteringssysteem (aanzuigleiding, gasconditionering, ...) moeten gevalideerd zijn.

Deze verliezen moeten bij elke meting gecontroleerd worden door:

- Het rechtstreeks aanbieden van kalibratiegas aan de monitoren (conform EN normen !)
- Het aanbieden van controlegas via het ganse bemonsteringssysteem. **Specifiek voor SO₂ en NO₂ wordt, bij een responstijd van meer dan 200 s tijdens het aanbieden van controlegas, eveneens toegelaten om het controlegas na kalibratie rechtstreeks aan de monitor aan te bieden. Validatie van verliezen doorheen het ganse bemonsteringssysteem en analyzer dient in dit geval voor NO₂ conform EN 14792 10.1 en voor SO₂ conform CEN/TS 17021 D.2 uitgevoerd te worden.**

Verliezen in het bemonsteringssysteem moeten in de totale meetonzekerheid zijn opgenomen.

5.1.3 CRITERIA VOOR ZERO- EN SPANDRIFT

- Zero- en kalibratiegas wordt vóór en na de meting op de meetplaats aangeboden voor de zero- en spandriftcontrole;
- Criteria voor zero- en spandrift voor meting met monitoren volgens EN normen, die ook gelden voor meting met elektrochemische toestellen:

	Toegelaten afwijking, als % van concentratie van het kalibratiegas	
	Zero	Span
Geen correctie nodig	≤ 2%	≤ 2%
Correctie van de meetwaarden	2 – 5 %	2 – 5%
Verwerpen van de meting	> 5%	> 5%

- Toestellen + data-acquisitiesysteem moeten negatieve waarden toelaten (uitzondering voor elektrochemische toestellen);

Voor zuurstof zijn de criteria in EN 14789 §8.4.3 (identiek met bovenstaande tabel) veel te ruim en gelden volgende criteria:

	maximum drift, % O ₂	
	Zero	Span
Geen correctie	≤ 0,2%	≤ 0,2%
Corrigeren	0,2 – 0,3 %	0,2 – 0,3 %
Verwerpen	> 0,3%	> 0,3%

5.1.4 ZELF CERTIFICEREN VAN KALIBRATIEGASSEN

Een erkend laboratorium kan zelf zijn kalibratiegassen kalibreren tegenover een ander gecertificeerd kalibratiegas of tegenover primaire grootheden van lengte, tijd en massa.

Voorwaarden voor gebruik op locatie van gassen die door het labo zelf gecertificeerd worden volgens ISO 17025 tegenover BELAC gassen

1. Een procedure voor de kalibratie van het gas moet beschikbaar zijn;
2. De kalibratie-onzekerheid van de te certificeren fles moet bepaald worden; hoe deze wordt bepaald dient eveneens in de procedure te worden vastgelegd;
3. Toegelaten kalibratie-onzekerheid: maximum 2%.

De procedure voor kalibratie moet tenminste aan volgende vereisten voldoen:

- Minstens 2 onafhankelijke vergelijkende metingen van het niet gecertificeerde gas tegenover het gecertificeerde kalibratiegas of de primaire standaard worden uitgevoerd.
- De gemiddelde waarde van minstens twee metingen wordt de gecertificeerde waarde.
- De beperking tot twee vergelijkende metingen is alleen toegestaan indien de reproduceerbaarheid van deze meting op voorhand uitgebreid bepaald werd (met minimum 6 metingen).
- Deze reproduceerbaarheid moet worden meegerekend in de meetonzekerheid op de gemiddelde waarde die op het certificaat wordt vermeld.
- Tussen de twee metingen moet een zero- en een spanmeting worden uitgevoerd.
- Span en zero worden telkens bijgeregeld, ofwel verrekend in het eindresultaat.

5.1.5 VALIDATIEVEREISTEN VAN MONITOREN

5.1.5.1 VALIDATIEPARAMETERS

In het algemeen moet een meetmethode in het kader van VlareM toepasbaar zijn tussen 0,1 keer en 3 keer de emissiegrenswaarde. Voor normmethodes moeten volgende parameters minimaal gevalideerd worden:

- (Intra-) reproduceerbaarheid, bijvoorbeeld vanuit controlekaarten;
- Juistheid, bijvoorbeeld uit ringtestgegevens;
- Werkgebied;
- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens;
- Meetonzekerheid;

Volgens de Europese normen voor de continue meting van O₂, NO_x en CO op grote stookinstallaties en afvalverbranding, moeten een aantal bijkomende factoren opgenomen zijn in de meetonzekerheid. Procedure LUC/II/001 (Bemonstering voor afgassen en analyse van CO, CO₂, SO₂, NO_x, O₂ en TOC met monitoren) geeft een opsomming van alle factoren die in de meetonzekerheid opgenomen moeten worden. Deze factoren worden bepaald uit validatie, tenzij betrouwbare gegevens uit een andere bron beschikbaar zijn. Ze moeten voor alle metingen met monitoren, met uitzondering van de elektrochemische toestellen, in de meetonzekerheid opgenomen zijn.

5.1.5.2 MINIMALE VEREISTEN VOOR EVALUATIE VAN DE LINEARITEIT VAN MONITOREN:

- ~~Vastleggen criterium voor de correlatiecoëfficiënt (bv. $R > 0,995$);~~
- Visueel uitzetten van de ~~ijklijn~~ **regressierechte** zodat afwijkingen ten opzichte van de ~~ijklijn~~ **regressierechte** (= residuen) zichtbaar worden. **Het maximum toegelaten criterium voor de lineariteitsafwijking van 2% relatief (alle componenten behalve zuurstof) dient toegepast te worden op de maximale waarde van elk meetbereik waarin in de praktijk ook effectief gemeten wordt.**
Voor zuurstof bedraagt de maximum toelaatbare lineariteitsafwijking volgens de EN 14789 0,3 vol% zuurstof.
- **De lineariteitsafwijking wordt berekend als het verschil tussen de meetwaarde en de waarde bekomen met de regressie dit wil zeggen door het ingeven van de (gegenereerde) referentiewaarde in de regressievergelijking.**
- Minimum aantal punten: 5 + zero (na eliminatie van punten moeten minimum 5 punten overblijven);
- ~~Ijklijn~~ **Regressierechte** niet door nul forceren;
- Het volstaat om iedere concentratie één keer te meten;
- Frequentie van de lineariteitscontrole: zie 5.1.5.3.

5.1.5.3 VALIDATIEFREQUENTIE

Volgens de EN normen is een jaarlijkse lineariteitstest vereist. Voor wie deelneemt aan de LABs ringtesten voor afgassen wordt door VITO een lagere frequentie van 2 jaar aanvaard. De overige wordt door de ringtest ingevuld. Voor toestellen die niet bij de ringtest worden gebruikt moet wel een jaarlijkse lineariteitstest worden uitgevoerd, behalve voor de FID-monitoren. Voor deze laatste volstaat een tweejaarlijkse lineariteitstest.

Hervalidatie is vereist bij:

- Een aanpassing van de methode die essentieel is;
- Wijziging van het toesteltype;
- Meetbereik dat door de wet werd aangepast;

Validatie per type instrument is toegelaten, bij aankoop van een vergelijkbaar type apparaat volstaat een ingangscntrole (vast te leggen in procedure bv lineariteitscontrole). De aantoonbaarheids- en bepalingslimiet moeten welk voor elk toestel afzonderlijk bepaald worden.

5.1.6 EVALUATIE VAN DE MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient voor de metingen met monitoren te beschikken over een evaluatie van de meetonzekerheid. Indien in de van toepassing zijnde normen een criterium voor de meetonzekerheid opgenomen is, dan moet hieraan voldaan zijn. Voor de zuurstofmeting moet de meetonzekerheid binnen het erkenningscriterium van 0,3% absoluut liggen.

De meetonzekerheid moet rond de emissiegrenswaarde worden bepaald maar een berekening ervan moet kunnen worden uitgevoerd bij elke gemeten concentratie. Een aantal van de meetonzekerheidsbijdragen zijn evenredig met het meetbereik of constant (constante absolute fout), andere zijn evenredig met de gemeten concentratie (constante relatieve fout). In de berekening van de meetonzekerheid dienen deze termen duidelijk te worden onderscheiden.

Let op: de normatieve vereisten gelden. In de niet-normatieve uitgewerkte voorbeelden die als illustratie in deze normen staan, kunnen termen vergeten zijn. Dit is geen argument om deze termen niet in rekening te brengen.

De berekening van de meetonzekerheid voor metingen met monitoren op grote stookinstallaties en afvalverbranding moet conform de Europese normen EN 14789 voor zuurstof, EN 14792 voor NO_x en EN 15058 voor CO gebeuren. De resultaten van de meetonzekerheidsberekening dienen dan voor elke gecontroleerde emissiegrenswaarde te voldoen aan de maximaal toegelaten meetonzekerheid van 10% voor NO_x en SO₂ en 6% voor CO.

Voor de bijdragen van de gevoeligheidsfactoren (netspanning, druk, staaidebiet, temperatuur) zijn in de EN normen vrij hoge specificaties opgenomen. Indien men niet beschikt over de exacte waarde voor oudere toestellen mag met de helft van de toegelaten specificatie worden gerekend. Bij de aankoop van nieuwe meettoestellen dient aan de leverancier gevraagd naar de specificaties van gevoeligheidsfactoren volgens EN norm (bijvb. EN 15267-3 Tabel 1), die nodig zijn als bijdrage in de meetonzekerheid. Bij voorkeur worden gegevens gebruikt die werden bepaald door een onafhankelijk instituut.

5.1.7 MEETBEREIK EN MEETONZEKERHEID

Het is te vermijden om emissiegrenswaarden beneden 5% van het meetbereik van een meettoestel te controleren. Doordat een aantal bijdragen tot de meetonzekerheid evenredig zijn met het meetbereik is het niet mogelijk voldoende nauwkeurig een emissiegrenswaarde te controleren op het onderind van de schaal.

5.2 ZUURSTOFMETING

- Voor zuurstof geldt in Vlaanderen een zeer strenge nauwkeurighedsvereiste van 0,3% absoluut, omdat de zuurstofmeting wordt gebruikt voor de omrekening van meetwaarden naar het referentie-zuurstofgehalte. De onderbouwing van deze strenge eis volgt uit de regels voor propagatie van fouten, toegepast op de omrekeningsformule naar het referentiezuurstofgehalte. De vereiste is het meest kritisch bij hoge zuurstofgehaltenes.

- Bij kalibratie van de zuurstofmonitor met buitenlucht dient het gas ofwel volledig gedroogd te worden of gecontroleerd gekoeld te worden via de afgaskoeler. Als het restwatergehalte in de buitenlucht na de koeler tijdens kalibratie van de zuurstofmonitor en tijdens de afgasmeting hetzelfde is, dan hoeft dit niet in rekening gebracht te worden. In dat geval kan ook een zuurstofconcentratie van 20,95% voor kalibratie van de monitor toegepast worden (zoals bij kalibratie op volledig droge lucht). Indien het dauwpunt van de buitenlucht echter lager is dan de temperatuur van de koeler, dan moet het verschil in watergehalte na de koeler bij kalibratie en meting verrekend worden.

5.3 NO₂ METING

5.3.1 NO₂-METING DOOR MIDDEL VAN CONVERTOR EN NO-METING:

- NO₂/NO convertor-efficiëntie:
 - Minimum 95% volgens EN 14792 (NO_x meting met de chemiluminescentie-monitor)
 - Momenteel als goede praktijk geldende criteria:

	Convertor-efficiëntie
Geen correctie	≥ 95%
Correctie	80 – 95 %
Resultaten verwerpen	< 80%

- Convertor-efficiëntie: te testen bij de hoogste in de praktijk voorkomende NO₂-concentraties. Als richtlijn - voor metingen op verbrandingsprocessen – volstaat voor de test een NO₂-concentratie van ± 10% van het hoogste NO_x-meetbereik of van de emissiegrenswaarde.
- Sommige convertoren blijken minder efficiënt te werken bij hoge NO₂ concentraties. Bij gebruik van een convertor voor metingen op processen met hogere NO₂ concentraties dient de efficiëntie bewezen te zijn bij de voorkomende NO₂ concentratie.

5.3.2 RUIMERE MARGES VOOR DRIFT NO₂

Bij een zeer kleine NO₂-bijdrage (tot het totaal NO_x) kunnen voor NO₂ ruimere zero- en spandriften toegelaten worden indien het labo kan aantonen dat de meetonzekerheid op NO_x hierdoor niet significant toeneemt, en voor metingen volgens EN normen beneden 10 % blijft.

5.4 GRAVIMETRISCHE STOFGEHALTEBEPALING

- Aan de vereisten van de norm EN 13284-1 dient voldaan te worden. Deze vereisten primeren op die van de andere normen (zoals ISO 9096), bijvoorbeeld wat betreft de controle van het isokinetisme en materiaalspecificaties zoals de aanbevolen minimum nozzlediameter van 8 mm.
- Controle van het isokinetisme dient op elk meetpunt te worden uitgevoerd. Alle vereiste parameters dienen daartoe elke 5 minuten te worden genoteerd of geregistreerd. De afwijkingen van het isokinetisme worden voor elk punt berekend en de criteria voor maximale afwijking (-5% tot +15%) gelden voor elk meetpunt.
- Het gebruik van propfilters uit glaswol en kwartswol is niet toegestaan aangezien de vereiste efficiëntie van 99,5% voor 0,3 µm deeltjes (99,5% voor 0,6 µm) niet kan worden aangetoond.
- Toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter: zie 5.6
- Conditioneren van de filter bij 160 °C conform EN 13284-1 moet steeds tot de mogelijkheden van het laboratorium behoren, ook al worden in de praktijk andere temperaturen gebruikt.
- Instelling van de filterconditionering op een andere temperatuur dan 160 °C moet desgevraagd mogelijk zijn (voor stofsoorten die een specifiek thermisch gedrag vertonen).

5.5 GRAVIMETRISCHE BEPALING VAN HET WATERGEHALTE

Aan de vereisten van de norm EN 14790 dient voldaan te worden. Deze vereisten primeren op andere.

- Het watergehalte dient minstens als een halfuursgemiddelde te worden bepaald;
- Het watergehalte moet minstens door adsorptie en weging worden bepaald. Condensatie alleen is niet voldoende;
- Een balans moet in de nabijheid van de meetplaats aanwezig zijn indien het watergehalte nodig is om een isokinetische bemonstering uit te voeren. In het andere geval mag ook na de metingen afgewogen worden;
- Bij de balans dient een controlegewicht en minimaal een vast afwijkingscriterium aanwezig te zijn. Bij een overschrijding van het criterium dient een aangepaste actie ondernomen te worden.
- Toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter: zie 5.6

Een aantal alternatieve meetmethoden voor de waterbepaling en hun toepassingsgebied zijn in LUC/0/003 beschreven. Deze methodes kunnen niet toegepast worden voor kritische toepassingen namelijk voor de omrekening van concentraties naar droge gassen voor de toetsing aan emissiegrenswaarden of voor de omrekening van nat volumedebiet naar debiet droge gassen, in het geval massadebieten moeten berekend worden tenzij het watergehalte in de gasstroom lager is dan 2 vol%.

Berekening van het watergehalte op basis van het gemeten zuurstofgehalte en kennis van de chemisch elementaire brandstofsamenstelling is eveneens toegelaten voor installaties tot 10 MW die onder **rubrieken 31.1 (stationaire motoren en gasturbines) en 43 (stookinstallaties) van de indelingslijst van bijlage 1 van VLAREM II** ~~VLAREM I rubrieken 43 en 31.1~~ vallen.

5.6 NATCHEMISCHE BEMONSTERINGEN VAN GASVORMIGE ANORGANISCHE CHLORIDEN EN FLUORIDEN EN ANDERE

- Relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter:

Controle	Maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid - bij vergelijking tussen de te controleren gasmeter en de referentie-gasmeter
Ingangscontrolle = initiële controle van een gasmeter	2,0% van het volume bij actuele condities
Bij daaropvolgende controles	5,0% van het volume bij actuele condities *

* bij een overschrijding van de 5,0%-grens (onder actuele condities) bij een controle dienen met terugwerkende kracht corrigerende acties ondernomen te worden. Aanbeveling is om de gasmeter te corrigeren voor de vastgestelde bias bij een relatieve uitgebreide meetonzekerheid tussen 2,0 en 5,0%

De gasmeter is uitgerust met een thermometer met een maximale relatieve uitgebreide onzekerheid van 2,0% en met een absolute drukmeting met een maximale relatieve uitgebreide onzekerheid van 2,0%.

- De efficiëntie van de wasflessen/impingers moet minstens bij de gekozen bemonsteringsuitrusting en bemonsteringscondities (aanzuigdebiet, tijd) bepaald worden door afzonderlijke analyse van de absorptie-oplossing uit de laatste wasfles/impinger. Het gasdebiet, vulling met vloeistof, de vorm en diameter van de tip, en afstand tot de bodem zijn kritische parameters.
- Indien er in de geldende normen criteria voor de absorptie-efficiëntie zijn vastgelegd, dan zijn die van toepassing. Indien er geen criteria zijn opgenomen, dan worden die in de compendiummethode zelf vastgelegd.
- Simultaan bemonsteren van de gasvormige anorganische chloriden en de gasvormige fluoriden in NaOH oplossingen: dit is voor de gasvormige anorganische chloriden, uitgedrukt als HCl niet conform met EN 1911. Conform de normen dienen de gasvormige anorganische chloriden bemonsterd te worden in 2 impingers met water en de gasvormige fluoriden in twee impingers met 0,1 N NaOH.
- Mogelijke afwijking (gebaseerd op NF X 43-304): een combinatie van 1 wasfles met H₂O en 2 wasflessen met 0,1 N NaOH is toelaatbaar voor een gecombineerde bemonstering van de gasvormige anorganische chloriden en fluoriden. De concentratie aan fluoride en chloride wordt in iedere impinger afzonderlijk bepaald. Voor de bemonstering van de gasvormige anorganische chloriden en fluoriden dient aangetoond dat aan de vereisten voor de absorptie-efficiëntie voldaan is. Alternatief kunnen ook 2 wasflessen met water gevolgd door 2 wasflessen met 0,1 N NaOH gebruikt worden waarbij chloride dan enkel in de eerste twee wasflessen geanalyseerd wordt en fluoride in alle wasflessen.
- De natchemische SO₂ bepaling conform EN 14791 heeft een beperkte nauwkeurigheid (20%) en trage respons. EN 14791 kan voor de goedkeuring van vast opgestelde meettoestellen alleen worden toegepast indien via validatie of ringtesten werd aangetoond dat aan de strengere nauwkeurigheidsvereiste van ~~10%~~ 15% kan worden voldaan.

- Voor de meting van SO₂ dient een continu meettoestel beschikbaar te zijn. Door deelname aan de ringtesten garandeert het referentielaboratorium de equivalentie van het bij de ringtesten gebruikte toestel met EN 14791 voor de meting van SO₂ en de goedkeuring van vast opgestelde meettoestellen. Voor dit laatste dient wel aan de nauwkeurigheidseis van 10% te worden voldaan (erkenningsvoorwaarde).
- Analyse:
 - ✓ De kalibratiestandaarden bij de analyse moeten steeds worden aangemaakt in eenzelfde medium als waarin de stalen gemeten worden, tenzij kan aangetoond worden dat het medium geen invloed heeft. In ieder geval dient bij iedere analysereeks steeds een controlestandaard in het medium van de stalen meegenomen te worden. Het resultaat hiervan mag op de controlekaart van de standaard in water uitgezet worden.
 - ✓ In procedure WAC/VI/A/003 zijn de algemene kwaliteitsvereisten voor de analysemethoden opgenomen

5.7 BEMONSTERING VAN VOS DOOR ADSORPTIE

- Verplichte registratie van het totaal bemonsterd gasvolume op patroontjes, bv. met gasmeter
- Toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter: zie 5.6
- De back-up sectie dient steeds geanalyseerd te worden, maximale doorbraak 5% van de totale hoeveelheid. **Indien de analytische concentratie op de back-up sectie beneden de detectielimiet ligt, kan eveneens gesteld worden dat er geen doorbraak is.**
- De gekozen extractievloeistof moet van chromatografische kwaliteit zijn, en mag geen interferenten bevatten die coëlueren met te bepalen componenten.
- De minimum recovery (desorptie-efficiëntie) bedraagt 80%. In afwijking van de norm CEN/TS 13649 is een desorptie-efficiëntie tot 75% toegestaan op voorwaarde dat deze waarde herhaalbaar is; dit betekent een spreiding van maximaal 5 %. Streefwaarde is een desorptie-efficiëntie van 90%. Een correctie voor recovery wordt toegepast in de berekening van het resultaat.
- De kalibratieoplossingen worden bereid in hetzelfde solvent waarmee gedesorbeerd werd. De concentraties van de te analyseren stalen moeten binnen het concentratiebereik van de kalibratieoplossingen vervat zijn. Voor de kalibratie moet er op minstens 5 verschillende concentratieniveaus een kalibratieoplossing gebruikt worden. Validatievereisten:
 - De desorptierendementen dienen éénmalig uit validatie bepaald te worden. Bij wijziging van de beladingscondities of gebruik van een andere desorptie-vloeistof moet een hervalidatie worden uitgevoerd; indien het labo de compendiummethode volgt, moet het dit niet zelf valideren.
 - De stabiliteit van de te analyseren componenten op het gebruikte absorbens dient gekend te zijn uit validatie. De overeenkomstige maximum bewaartermijn van de stalen dient voor elke component gekend te zijn, en dient overeen te komen met een maximaal verlies van 10%.
 - Verdere validatievereisten bij gebruik van compendium methodes LUC/IV/001 tot en met LUC/IV/012
 - Aantoonbaarheids- en rapportteergrens
 - Juistheid
 - Reproduceerbaarheid
 - Meetonzekerheid voor de combinatie van bemonstering en analyse (WAC/VI/A/002)
 - Lineariteit

- Verdere validatievereisten bij gebruik van methodes anders dan LUC/IV/001 tot en met LUC/IV/012:
 - De minimale eisen uit procedure WAC/VI/A/001 van het 'Compendium voor monsterneming, meting en analyse van water
 - Meetonzekerheid voor de combinatie van bemonstering en analyse (WAC/VI/A/002)

6 REFERENTIES

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>

NBN EN 15259: 2007

Luchtkwaliteit - Meting van emissies van stationaire bronnen - Eisen voor meetvlakken en meetlocaties en voor doelstelling, meetplan en rapportage van de meting

EN 13284-1: 2017

Stationary source emissions – Determination of low range mass concentration of dust – Part 1: Manual gravimetric method

EN 14792: 2017

Stationary source emissions – Determination of mass concentration of nitrogen oxides (NO_x) – Reference method: Chemiluminescence

EN 14181: 2014

Stationary source emissions – Quality assurance of automated measuring systems

ISO 10780: 1994

Stationary source emissions – Measurement of velocity and volume flowrate of gas streams in ducts

ISO/IEC 17025:2005

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

EN ISO/IEC 17025:2017

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

EPA method 2: 2000

Determination of Stack Gas Velocity and Volumetric Flow Rate (Type S Pitot Tube)

EN 1948-1: 2006

Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs – Part 1: Sampling of PCDDs/PCDFs

EN 1911: 2010

Stationary source emissions – Determination of mass concentration of gaseous chlorides expressed as HCl – Standard reference method

CEN/TS 13649: 2014

Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds – Sorptive sampling method followed by solvent extraction or thermal desorption

EN 13211: 2001

Air quality – Stationary source emissions – Manual method of determination of the concentration of total mercury

EN 14385: 2004

Stationary source emissions – Determination of the total emission of As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl en V

EN 14789: 2017

Stationary source emissions – Determination of volume concentration of oxygen (O₂) – Reference method – Paramagnetism

EN 15058: 2017

Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of carbon monoxide (CO)- Reference method: Non-dispersive infrared spectrometry

EN 15267-3: 2007

Air quality – Certification of automated measuring systems – Part 3: Performance criteria and test procedures for automated measuring systems for monitoring emissions from stationary sources

ISO 9096: 2017

Stationary source emissions – Manual determination of mass concentration of particulate matter

EN 14790: 2017

Stationary source emissions – Determination of the water vapour in ducts

NF X 43-304: 2007

Emissions de sources fixes

Mesurage de la concentration en composés fluorés, exprimée en HF

EN 14791: 2017

Stationary source emissions – Determination of mass concentration of sulphur dioxide – Reference method

NBN EN ISO 16911-1

Emissies van stationaire bronnen - Handmatige en geautomatiseerde bepaling van de stroomsnelheid en het debiet in afgaskanalen - Deel 1: Handmatige referentiemethode (ISO 16911-1:2013)

NBN EN ISO 21877: 2019

Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of ammonia – Manual method (ISO 21877: 2019)

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)

Methode WAC/VI/A/001: Prestatiekenmerken

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)

Methode WAC/VI/A/002: Meetonzekerheid

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

Monsterconservering en -bewaring

INHOUD

1	Doel en Toepassingsgebied	3
2	Afkortingen	3
3	Overzicht monsterconserveringsvereisten luchtmonsters (vnl. emissie)	4
4	Referenties	20

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Monsters kunnen ten gevolge van fysische, chemische of biologische reacties wijzigingen ondergaan, tussen het ogenblik waarop ze worden genomen en de analyse. Om dit te voorkomen moeten de nodige voorzorgsmaatregelen getroffen worden zodanig dat het monster representatief blijft en verkeerde interpretaties worden uitgesloten. De conservering en de gebruikte recipiënten zijn hiervoor van essentieel belang.

De conserveringstermijn vangt aan onmiddellijk na monsterneming en de monsternemingsdatum wordt aan het laboratorium gerapporteerd. Wanneer een monster wordt geanalyseerd na de maximale conserveringstermijn, dient dit te worden vermeld op het analyserapport.

Deze procedure geeft een overzicht van monsterconserveringsvereisten vanuit van toepassing zijnde normen voor stalen voornamelijk afkomstig van emissiemetingen die vervolgens in het laboratorium geanalyseerd worden. Indien in de betreffende normen die van toepassing zijn volgens het LUC-compendium geen specifieke vereisten zijn opgenomen, worden de conserveringsvoorwaarden van soortgelijke relevante emissienormen of technische specificaties of vanuit WAC/I/A/10 (vloeistoffen) of CMA/1/B (vaste stoffen) waar mogelijk overgenomen. Het betreft vereisten in verband met het materiaal van het recipiënt waarin het monster wordt bewaard, eventuele voorzorgen die moeten genomen worden om monsters te bewaren met het oog op het uitvoeren van analyses en de maximale bewaartermijnen die gerespecteerd moeten worden.

2 AFKORTINGEN

FEP	'Fluorinated ethylene propylene' Gefluoreerd ethyleenpropyleen (= copolymeer van hexafluorpropyleen en tetrafluorethyleen)
G	Glas
HDPE	Hoge dichtheid polyethyleen
IPA	Isopropanol
P	Plastic Volgens ISO 5667-3 bijvoorbeeld polyethyleen, PTFE (polytetrafluorethyleen), PVC (polyvinyl chloride), PET (polyethyleentereftalaat)
PE	Polyethyleen
PFA	Perfluoralkoxy
PFAS	Poly- en perfluoralkylstoffen
PP	Polypropyleen
PS	Polystyreen
PTFE	Polytetrafluorethyleen

3 OVERZICHT MONSTERCONSERVERINGSVEREISTEN LUCHTMONSTERS (VNL. EMISSIE)

Voor de verschillende parameters die momenteel in het LUC zijn opgenomen, werd in de volgens het LUC van toepassing zijnde normen nagegaan:

- In welk type van recipiënten de monsters bewaard dienen te worden;
- Wat de maximale bewaartermijn en de bewaaromstandigheden en voorzorgen voor een monster zijn.

De beschikbare informatie is in *Tabel 1* opgenomen. De in deze tabel opgenomen vereisten zijn in hiërarchische volgorde afkomstig uit:

- 1) Normen waarop de LUC-methoden gebaseerd zijn (NBN, EN, ISO, EPA, VDI, ...);
- 2) Indien in de normen uit de LUC-methoden geen voorschriften voor houdbaarheidstermijnen of monsterconservering zijn opgenomen, dan wordt nagegaan of er andere soortgelijke relevante emissienormen of technische specificaties bestaan; in de tabel is in dat geval steeds een verwijzing naar de gebruikte referentie opgenomen;
- 3) Indien vanuit 1) en 2) geen of slechts beperkt gegevens beschikbaar zijn, dan worden de conserveringsvoorwaarden van WAC/I/A/10 voor vloeistoffen of CMA/1/B voor vaste stoffen (bv op filters) overgenomen waar mogelijk (zelfde type stalen, consensus, ...).

De bewaartermijn van monsters is specifiek voor de te analyseren parameter. Monsters mogen niet langer bewaard worden dan de maximale bewaartermijn vermeld in deze procedure.

Een algemene regel is dat monsters gekoeld getransporteerd en bewaard worden tenzij uitdrukkelijk anders aangegeven in *Tabel 1* (bv voor gaszakken). Voor een aantal parameters zoals VOS of PCDD/F's is dit strenger dan de norm/technische specificatie. Gekoeld transport van monsters dient gegarandeerd te zijn door gebruik te maken van koelboxen met voldoende koelelementen of een koelinstallatie. Het is zinvol om het temperatuursverloop tijdens het transport te registreren.

Zoals blijkt uit *Tabel 1* zijn in verschillende emissienormen verschillende temperatuurbereiken voor gekoelde bewaring opgenomen. In het algemeen moet een bereik van 3 ± 2 °C gehanteerd worden voor koel bewaren en van < -18 °C voor bewaring in de diepvries.

Tabel 1: Conservering van stalen afkomstig van emissiemetingen

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
Anorganische pollutanten (natchemische bemonstering)					
Gasvormig ammoniak (NH ₃)	LUC/III/003: EN ISO 21877	Absorptievloeistof (stalen in 0,1 N H ₂ SO ₄)	G, PP, PE of andere inerte materialen	De ammoniumanalyse wordt zo snel mogelijk uitgevoerd om degradatie in het staal door biologische activiteit te vermijden en in ieder geval binnen 2 weken na de monsterneming (= vereiste vanuit EPA method CTM-027 die eerder van toepassing was.)	De stalen moeten tijdens transport en bewaring van het licht afgeschermd worden. Om degradatie in het staal door mogelijke biologische activiteit te vermijden moeten de stalen steeds bij een temperatuur lager dan 5°C bewaard/getransporteerd worden en de analyse moet zo snel mogelijk na monsterneming uitgevoerd worden.
Ammoniakrendement van luchtwassers bij stalsystemen	LUC/VII/001: EN ISO 21877	Absorptievloeistof (stalen in 0,1 N H ₂ SO ₄)	G, PP, PE of andere inerte materialen	De ammoniumanalyse wordt zo snel mogelijk uitgevoerd om degradatie in het staal door biologische activiteit te vermijden en in ieder geval binnen 2 weken na de monsterneming (= vereiste vanuit EPA method CTM-027 die eerder van toepassing was.)	De stalen moeten tijdens transport en bewaring van het licht afgeschermd worden. Om degradatie in het staal door mogelijke biologische activiteit te vermijden moeten de stalen steeds bij een temperatuur lager dan 5°C bewaard/getransporteerd worden en de analyse moet zo snel mogelijk na monsterneming uitgevoerd worden.

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
Chloor	LUC/III/002: EPA method 26	Absorptievloeistof (0,1 N NaOH)	EPA method 26: HDPE of glazen flessen met Teflon schroefdopvoering	De chloridestalen kunnen tot 4 weken bewaard worden Opm: chloor wordt tijdens de bemonstering omgezet naar chloride + HClO en na toevoegen van natriumthiosulfaat vlak na de bemonstering volledig naar chloride	Niet opgenomen in de EPA norm <u>Conform WAC/I/A/010 (chloride):</u> gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 maand in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand*
Gasvormige anorganische chloriden uitgedrukt als HCl	LUC/III/001: EN 1911	Absorptievloeistof (water)	EN 1911: wasflessen uit borosilicaatglas, PTFE of PE, materiaal staalrecipiënten niet specifiek vermeld <u>Conform WAC/I/A/010 (chloride)</u> P, G	Geen bewaartermijn/bewaringscondities in de norm EN 1911 opgenomen. <u>Conform WAC/I/A/010 (chloride):</u> gekoeld ($3 \pm 2^\circ\text{C}$), 1 maand in diepvries ($<-18^\circ\text{C}$), 1 maand*	
Gasvormige fluoriden uitgedrukt als HF	LUC/III/006: NBN T 95-501	Absorptievloeistof (0,1 N NaOH)	NBN T 95-501: / CEN/TS 17340: PE	Geen bewaartermijn of bewaringsvoorzorgen in de norm NBN T 95-501 opgenomen. CEN/TS 17340 (C.2.5): max 2 weken donker en gekoeld bij $4 \pm 3^\circ\text{C}$	
Waterstofcyanide (HCN)	LUC/III/009: EPA draft method OTM-29	Absorptievloeistof (6 N NaOH)	Alkali resistent PE flessen (niet voor aceton), 500 mL of 1000 mL. Schroefdopvoering uit PTFE of lekvrij vervaardigd en bestand	De stalen moeten binnen 30 dagen na monsterneming geanalyseerd worden. EPA draft method OTM-029 vermeldt: De stalen zijn stabiel in de basische oplossing gedurende ongeveer 4 maanden indien geen interferenten in de	Staalconservering bij $4 \pm 2^\circ\text{C}$ <ul style="list-style-type: none"> Aan het einde van de monsterneming moet de pH in de oplossing van de laatste van de 3 impingers ≥ 12 zijn

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
			<p>tegen aantasting door bijtende oplossingen. Flessen met een smalle hals worden aanbevolen (minder lekkage).</p>	<p>oplossing aanwezig zijn. Indien sulfide in de oplossing aanwezig is, dan is cyanide gedurende minder dan 1 maand stabiel. Alle stalen moeten binnen de 30 dagen na de monsterneming geanalyseerd worden aangezien altijd onzuiverheden afkomstig van de emissiematrix aanwezigheid kunnen zijn.</p>	<p>(anders is de meting ongeldig).</p> <ul style="list-style-type: none"> Als de pH van de oplossing in de eerste twee wasflessen tijdens monsterneming onder de 12 daalt, dan moet de pH van deze oplossingen na de monsterneming gelijk aan of hoger dan 12 gebracht worden. De pH van alle oplossingen moet tot de analyse ≥ 12 blijven. Oxidatiemiddelen kunnen de meeste cyaniden afbreken. Oxidatiemiddelen kunnen tijdens de staalrecovery verwijderd worden door toevoeging van ascorbinezuur. Het effect van ascorbinezuur op de IC-analyse is echter niet onderzocht. Vóór toevoeging van ascorbinezuur aan het

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
					<p>staal, moet de gebruiker eerst aantonen dat ascorbinezuur de analyse niet zal verstoren.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Neerslag van natriumcarbonaat kan optreden als het monster in ijs wordt vervoerd of bewaard wordt in een koelkast bij of onder 0°C. Het neerslag zal ervoor zorgen dat het vloeistofvolume afneemt, waardoor de cyanideconcentratie in de vloeibare fase toeneemt. Het neerslag moet terug in de vloeistoffase worden opgelost voor aanvang van de IC-analyse.
Zwavel dioxide (SO ₂)	LUC/III/008: EN 14791 (eveneens SOx)	Absorptievloeistof (0,3% of 3% H ₂ O ₂)	EN 14791: de staalnameflessen zijn vervaardigd uit een 'geschikt materiaal'	Geen bewaartermijn of bewaringscondities in de norm EN 14791 opgenomen.	

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
	NBN T 95-201 (procesgassen) NBN T 95-202 (verbrandingsgassen) EPA method 8	Absorptievloeistof (3% H ₂ O ₂) idem Absorptievloeistof (3% H ₂ O ₂)	/ / PE <u>Conform WAC/I/A/010 (sulfaat):</u> P of G	Geen bewaartermijn of bewaringscondities in de NBN-normen opgenomen. Geen bewaartermijn of bewaringscondities in de norm EPA method 8 opgenomen. <u>Conform WAC/I/A/010 (sulfaat):</u> gekoeld (3 ± 2°C), 1 maand in diepvries (<-18°C), 1 maand*	
Zwaveltrioxide (SO ₃)	LUC/III/008: NBN T 95-201 (procesgassen) NBN T 95-202 (verbrandingsgassen)	Absorptievloeistof (IPA 80%) Spoelsel condensor (IPA 80%)	/ / <u>Conform WAC/I/A/010 (sulfaat):</u> P of G	Geen bewaartermijn of bewaringscondities in de normen opgenomen. <u>Conform WAC/I/A/010 (sulfaat):</u> gekoeld (3 ± 2°C), 1 maand in diepvries (<-18°C), 1 maand*	

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
			<ul style="list-style-type: none">• Kwartsglas• PP• PE• PTFE• Titanium	Ontsluiting en analyse spoelvloeistof eveneens binnen 2 weken na monsterneming conform bovenstaande. Ontsluiting filter binnen 6 maanden na monsterneming conform CMA/1/B	

*Het invriezen van monsters ter conservering is een uitzonderingsmaatregel. In praktijk wordt als vuistregel gehanteerd dat maximaal 10% van de te analyseren monsters bij uitzondering mogen worden ingevroren.

Component	LUC/Norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
Organische pollutanten (meerfasebemonstering of natchemische bemonstering)					
Polycyclische aromatische koolwaterstoffen PAK's	LUC/VI/001 ISO 11338-1 en 2	Filter	Afgesloten glazen petrischaal	Binnen 1 week na monsterneming extraheren en bij voorkeur binnen 24 h	Koel en donker, luchtdicht verpakt (bv in PE zak) Bewaartemperatuur: 0-4°C
		Patroon met vast adsorbens (bv XAD-2, Porapak PS, polyurethaanschuim)	Niet specifiek in de normen vermeld	Bij -15°C of lager: extractie binnen de maand na de monsterneming	Koel en donker (het patroon wordt met glazen stoppen afgesloten en afgesloten van het licht) Bewaartemperatuur: 0-4°C of < -15°C
		Condensaat	Donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	14 dagen na het op pH≈2 brengen met HCl	Met HCl op pH=2 brengen Koel en donker in afgesloten recipiënten Bewaartemperatuur: 0-4°C
		Geconcentreerde extracten van condensaat, filter en adsorbens	Bruine vials	Analyse binnen 30 dagen na extractie	Temperatuur beneden 4°C, afgeschermd van het licht
Dioxines/PCB's	EN 1948-1/2/3/4	Filter	EN 1948-2: In (glazen petrischaal in) Al-folie gewikkeld	Geen houdbaarheidstermijn in de norm gedefinieerd	Koel en donker in afgesloten recipiënten
		Adsorbens (vast) Condensaat/spoelsel	EN 1948-2: In Al-folie gewikkeld Conform WAC/I/A/010: Donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage		
PFAS	Gebaseerd op OTM 45	Filter	Afgesloten filterhouder, amberkleurige glazen pot met brede mond en HDPE-gevoerde	In het labo worden de analytische fracties (oa filter, XAD-2)	Alle veldstalen worden getransporteerd op ijs (4°C; behalve de filter) en in het donker afgeschermd tegen UV licht.

Component	LUC/Norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
		Alle andere gecollecteerde stalen (water, spoelvlloeistoffen, condensaat, XAD-2)	dop of glazen petrischaal afgesloten met HDPE-tape of omhuld met een hersluitbare polyethyleen zak Gebruik geen aluminiumfolie om de filters te verpakken. HDPE flessen met PE- of PP gevoerde dop	geëxtraheerd binnen de 28 dagen na de bemonstering. De extracten kunnen vervolgens nog tot 1 jaar gekoeld (<6°C) en in het donker bewaard worden.	Bij aankomst in het labo worden alle stalen donker en gekoeld ($\leq 6^\circ\text{C}$) bewaard. Opmerkingen: <ul style="list-style-type: none"> • Contact met teflon of andere fluorhoudende polymeren dient vermeden te worden. • De concentratie van >C10 PFAS in waterstalen kan afnemen bij toenemende bewaartijd, door sorptie aan de recipiëntwand of neerslaan.
Fenol	LUC/III/005 Niet op basis van een EN-norm of andere emissienorm Analyse volgens WAC/IV/A/001	Absorptievlloeistof (water)	Conform WAC/I/A/010: donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage	Conform WAC/I/A/010: <ul style="list-style-type: none"> - Aanzuren met HCl, H₃PO₄ of H₂SO₄ tot pH ≤ 4 - Koel en donker bewaren - 21 dagen 	
Formaldehyde	LUC/III/004 Op basis van EPA methode 316 Maximum bewaartijd	Absorptievlloeistof (water)	PE (EPA method 316) Donker gekleurd glas met geslepen glazen stop of plastic stop met teflon inlage (WAC/I/A/010)	CEN/TS 17638: Maximum bewaartijd vóór analyse is 10 dagen (bij een temperatuur $\leq 5^\circ\text{C}$). Na het op kamertemperatuur brengen van de stalen	Transport en bewaring stalen: bij een temperatuur $\leq 5^\circ\text{C}$ en afgeschermd van rechtstreeks zonlicht (CEN/TS 17638). Onder bepaalde omstandigheden (bv. bij risico op contaminatie vanuit gaswassers) kan het nodig zijn om na de bemonstering

Component	LUC/Norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
	voor analyse vanuit CEN/TS 17638			voor analyse moet de analyse binnen dezelfde dag uitgevoerd worden.	een biocide (quaternaire ammoniumverbinding) toe te voegen.
Trichlooramine	LUC/VII/002 (geen normmethode)	Filtercassettes met geïmpregneerde kwartsvezelfilters (Na ₂ CO ₃ +As ₂ O ₃ +glycerol) Silicagelpatroon om chloor, waterstofhypochloriet, mono- en dichlooramine tegen te houden (wordt standaard niet geanalyseerd)	P Het gebruik van recipiënten uit glas bij de monsterneming in zwembaden moet vermeden worden.	De geïmpregneerde filters en het silicagelpatroon kunnen tot maximum 6 maanden vóór de monsterneming bewaard worden. Na de monsterneming kunnen de cassettes 30 dagen zonder verlies van te analyseren component (chloride) bewaard worden.	Gekoeld (3 ± 2°C)

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
Vluchtige organische componenten (VOC) bemonstering op patroon+solventdesorptie	LUC/IV/000 (Gebaseerd op o.a. CEN/TS 13649) LUC/IV/001 t.e.m. LUC/IV/012	Adsorptiepatroon voor solventdesorptie	Transport van afgesloten adsorptiebuisjes, luchtdicht verpakt (bv in PE zak) Geen materialen die VOS emitteren (bv hout, bepaalde plastics en afdichtingstape)	LUC/IV/001 t.e.m. LUC/IV/012:	1. De stabiliteit kan worden beïnvloed door de bemonsteringscondities en aanwezige interferenten. Het is aan te raden monsters zo kort mogelijk te stockeren en zo vlug mogelijk te desorberen. 2. De monsters dienen in een koelkast gestockeerd te worden gedurende maximum 4 weken. CEN/TS 13649: De adsorptiepatronen die vanuit de koelkast komen, moeten voor aanvang van de analyse eerst op kamertemperatuur komen. Dit voorkomt condensvorming op de koude patronen.
		Condensaat	Conform WAC/I/A/010: Donker gekleurd glas met geslepen/conische glazen stop (afdichten met PTFE film) of plastic stop met teflon inlage		Koel en donker, maximaal één week

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen	
Zeer vluchtige organische componenten (ZVOC) bemonstering via zak, canisters, ampoules	LUC/V/001	Gaszak	Gaszakken bestaan in verschillende materialen (o.a. Tedlar, gealuminiseerd Mylar), en met verschillende afsluitsystemen (stoppen, diverse kraantjes). Het gebruikte materiaal dient onderzocht te zijn op stabiliteit voor de bewaring van de monsters	Algemeen (zak/canisters of ampoules): De maximale termijn tot de analyse van de stalen dient te garanderen dat niet meer dan 10 % van elke component verloren gaat door bewaring. Niet gekoeld transporteren of bewaren omwille van risico op condensatie.		
		Canisters	Commercieel beschikbaar in roestvrij staal en inert gecoat roestvrij staal			Canisters: EPA compendium methode TO-15 <u>voor omgevingslucht</u> vermeldt dat voor de meeste VOC's bij bewaring tot maximaal 30 dagen na bemonstering concentraties in de buurt van de oorspronkelijke concentraties teruggevonden worden.
		Ampoules	Ampoules kunnen in glas of metaal zijn vervaardigd			

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
Stof					
PM10 en PM2.5 massaconcentraties	LUC/I/003 ISO 23210	Filters		Niet in de norm opgenomen Max 6 maanden (conform metalen in CMA/1/B)	De filters moeten in afgesloten en geïdentificeerde recipiënten bewaard worden. Contaminatie tijdens alle stappen waaronder transport en bewaring moet vermeden worden.
Totaal stof	LUC/I/001 EN 13284-1	Filters	EN 13284-1: Elke filter wordt voor de bemonstering bij voorkeur in het labo in de filterhouder gemonteerd en in een individuele opbergbox geplaatst. Na bemonstering wordt het filter met zijn filterhouder uit het filterhuis verwijderd en terug in de opbergdoos geplaatst voor het transport naar het laboratorium. Indien verdere analyse van het verzamelde stof moet	Niet in de EN-norm opgenomen Max 6 maanden (conform metalen in CMA/1/B)	De filters moeten in afgesloten en geïdentificeerde recipiënten bewaard worden. Contaminatie tijdens alle stappen waaronder transport en bewaring moet vermeden worden.

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
		spoelvoelstoffen	<p>worden uitgevoerd, dan moeten materialen die in contact komen met de filter geschikt zijn voor het doel zodat verontreiniging voorkomen wordt.</p> <p>EPA method 5: Petrischalen: glas, PS of PE</p> <p>Recipiënten van de juiste grootte (bv. 250 ml) voor opslag en vervoer van de spoeloplossing. Geen materiaal gedefinieerd in EN 13248-1. (opm: bij weegcontainers voor de droogprocedure van de spoelvoelstoffen wordt vermeld dat glas en keramisch materiaal geschikt zijn, maar dat plastic materialen niet aanbevolen worden.)</p>	Aceton mag niet langer dan een maand in PE-flessen bewaard worden.	

Component	LUC/norm	Type stalen	Materiaal van het recipiënt	Bewaartermijn	Bewaringscondities en -voorzorgen
			<p>EPA method 5: Glazen flessen. Chemisch resistente flessen van borosilicaatglas voor aceton spoelvoelstoffen, de schroefdopvoeringen moeten van teflon met rubberen achterkant zijn of moeten lekvrij en bestand zijn tegen chemische aantasting door aceton (flessen met een smalle hals geven minder lekkage). Als alternatief, kunnen PE-flessen worden gebruikt.</p>		

4 REFERENTIES

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

[Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht \(LUC\) | EMIS \(vito.be\)](#):

LUC/I/001

Bepaling van het stofgehalte in een gaskanaal

LUC/I/002

Bepaling van de stofvormige fractie van metalen in een gaskanaal

LUC/I/003

Bepaling van de massaconcentraties PM₁₀ en PM_{2,5} in een geleide gasstroom met behulp van tweetrapsimpactoren

LUC/III/001

Bepaling van de concentratie aan gasvormige anorganische chloriden in een afgaskanaal, uitgedrukt als HCl

LUC/III/002

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal

LUC/III/003

Bepaling van het gehalte NH₃ in een gaskanaal

LUC/III/004

Bepaling van het gehalte gasvormig formaldehyde in een gaskanaal

LUC/III/005

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal

LUC/III/006

Bepaling van de concentratie van gasvormige fluoriden in een afgaskanaal, uitgedrukt als HF

LUC/III/008

Natchemische bepaling van SOX in een gaskanaal

LUC/III/009

Bepaling van het gehalte gasvormig HCN in een gaskanaal

LUC/III/010

Bepaling van het totale gehalte (som van de stofvormige- en gasvormige fractie) aan metalen in een gaskanaal

LUC/IV/001

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde aromatische koolwaterstoffen met GC-MS

LUC/IV/002

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde alifatische halogeenkoolwaterstoffen met GC-MS

LUC/IV/003

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde glycolethers met GC-MS

LUC/IV/004

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde esters en acrylaten met GC-MS

LUC/IV/005

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde olefinische koolwaterstoffen met GC-MS

LUC/IV/006

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde paraffinische koolwaterstoffen met GC-MS

LUC/IV/007

De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde ketonen met GC-MS

LUC/IV/008

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde ethers met GC-MS

LUC/IV/009

De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde alcoholen met GC-MS

LUC/IV/010

De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde dimethylformamide met GC-MS

LUC/IV/011

Gecombineerde methode voor de kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde vluchtige organische stoffen met GC-MS

LUC/IV/012

Gecombineerde methode voor de kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde vluchtige organische stoffen met GC-MS

LUC/V/001

Bepaling van zeer vluchtige organische stoffen (ZVOS) in emissies met behulp van gaschromatografie

LUC/VI/001

Bepaling van het gehalte aan PAK's

LUC/VI/002

Bepaling van het gehalte aan PCDD's, PCDF's en dioxineachtige PCB's

LUC/VII/001

NH₃ rendementbepaling van luchtwassers bij stalsystemen

LUC/VII/002

Bepaling van trichlooramine in zwembadlucht

WAC/I/A/010

Conservering en behandeling van watermonsters

CMA/1/B

Monsterconservering en -bewaring

CEN/TS 13649

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds - Sorptive sampling method followed by solvent extraction or thermal desorption

CEN/TS 17340

Stationary source emissions – Determination of mass concentration of fluorinated compounds expressed as HF – Standard reference method

CEN/TS 17638

Stationary source emissions – Manual method for the determination of the mass concentration of formaldehyde – Reference method

Draft method EPA OTM-29

Other test method 29- Sampling and Analysis for hydrogen cyanide emissions from stationary sources

(NBN) EN 1911

Stationary source emissions - Determination of mass concentration of gaseous chlorides expressed as HCl – Standard reference method

(NBN) EN 1948-1

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs - Part 1 : Sampling of PCDDs/PCDFs

(NBN) EN 1948-2

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs - Part 2 : Extraction and clean-up of PCDDs/PCDFs

(NBN) EN 1948-4

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs - Part 4: Sampling and analysis of dioxin-like PCBs

(NBN) EN 13211

Air quality – Stationary source emissions – Manual method of determination of the concentration of total mercury

(NBN) EN 13284-1

Stationary source emissions – Determination of low range mass concentration of dust
Part 1: Manual gravimetric method

(NBN) EN 14385

Stationary source emissions – Determination of the total emission of As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl and V

(NBN) EN ISO 21877

Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of ammonia – Manual method

EPA Conditional Test method CTM-027

Procedure for collection and analysis of ammonia in stationary sources Draft 8/14/97

<http://www.epa.gov/ttn/emc/ctm.html>

EPA method 26

Determination of hydrogen halide and halogen emissions from stationary sources

EPA method 316

Sampling and analysis for formaldehyde emissions from stationary sources in the mineral wool and wool fiberglass industries

ISO 11338-1

Stationary source emissions — Determination of gas and particle-phase polycyclic aromatic hydrocarbons — Part 1: Sampling

ISO 11338-2

Stationary source emissions — Determination of gas and particle-phase polycyclic aromatic hydrocarbons — Part 2: Sample preparation, clean-up and determination

NBN T 95-201

Bepaling van de concentratie aan zwavelzuur + zwaveltrioxide en van de concentratie aan zwaveldioxide van gasemissies van chemische processen

NBN T 95-202

Bepaling van de concentratie aan zwaveltrioxide en van de concentratie aan zwaveldioxide van verbrandingsgassen

NBN T 95-501

Bepaling van de concentratie aan gasvormige fluoriden van gasemissies

Bemonstering voor afgassen en analyse van CO, CO₂, SO₂, NO_x, O₂ en TOC met monitoren

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Bemonstering	3
2.1	<i>Bemonsteringsopstellingen</i>	3
2.1.1	Monitoren kort bij het meetpunt	3
2.1.2	Monitoren in meetwagen	4
2.1.3	Bijzonder geval zuurstof	5
2.1.4	Bijzonder geval KWS-TOC met FID	5
2.2	<i>Uitrusting</i>	6
2.2.1	Sonde	6
2.2.2	Filter	7
2.2.3	Gasconditioneringssysteem	7
2.2.4	Secundaire filter	8
2.2.5	Pomp en debietsmeter	8
2.3	<i>Uitvoering</i>	8
2.4	<i>Aandachtspunten</i>	8
2.4.1	Lektest	8
2.4.2	Controle van de koelertemperatuur	9
2.4.3	Lengte van de leidingen	9
2.4.4	Dode volumes	9
2.4.5	Stabiele aanzuiging	9
2.4.6	Einde van de meting	10
3	Analyse van de afgassen	10
3.1	<i>Uitvoering</i>	11
3.1.1	Kalibratie vóór de meting	12
3.1.2	Controle	12
3.1.3	Meting	12
3.1.4	Driftcontrole na de meting	13
3.2	<i>Kwaliteit van kalibratiegassen</i>	13
3.3	<i>Onafhankelijk controlegas</i>	14
3.4	<i>Berekeningen</i>	14
3.4.1	Correcties voor drift	14
3.4.2	Omrekeningen	15
3.5	<i>Aandachtspunten</i>	18
4	Validatie	18
5	Bepaling van de meetonzekerheid	20
6	Referenties	21

1 TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure beschrijft de bemonstering van O₂, CO, CO₂, SO₂, NO_x en TOC in een gasstroom door middel van een continu monsternemingssysteem en aansluitende analyse van deze componenten met monitoren.

De Europese normen die voor de verschillende componenten van toepassing zijn, dienen te worden opgevolgd behalve waar andere of aanvullende eisen in deze compendiumprocedure worden opgelegd.

Metingen met vastopgestelde toestellen vallen onder de eisen die vastgelegd zijn in de Code van Goede Praktijk voor goedkeuring van vastopgestelde emissiemeettoestellen. Meetprincipes van vastopgestelde toestellen vallen niet onder de scope van deze procedure.

2 BEMONSTERING

Het principe van de bemonstering bestaat uit het aanzuigen van een deelmonster uit een gasstroom in een gaskanaal. Deze gasstroom kan een hoge temperatuur hebben, water en stofdeeltjes bevatten. Het beschreven systeem zorgt voor een continue stroom van gekoeld, gedroogd en stofvrij gas voor de monitoren.

Voor een afgasanalyse met monitoren worden twee mogelijkheden onderscheiden: in het eerste geval wordt het afgas gemeten met een draagbare opstelling waarbij de monitoren vlak bij de meetopening (d.i. op minder dan 3 m) geïnstalleerd worden; in het andere geval wordt het afgas bij voorkeur via een overflow-systeem tot bij de monitoren gepompt die opgesteld zijn in een meetwagen of -container. Afhankelijk van de toepassing en de meetplaats zal voor één van beide systemen gekozen worden.

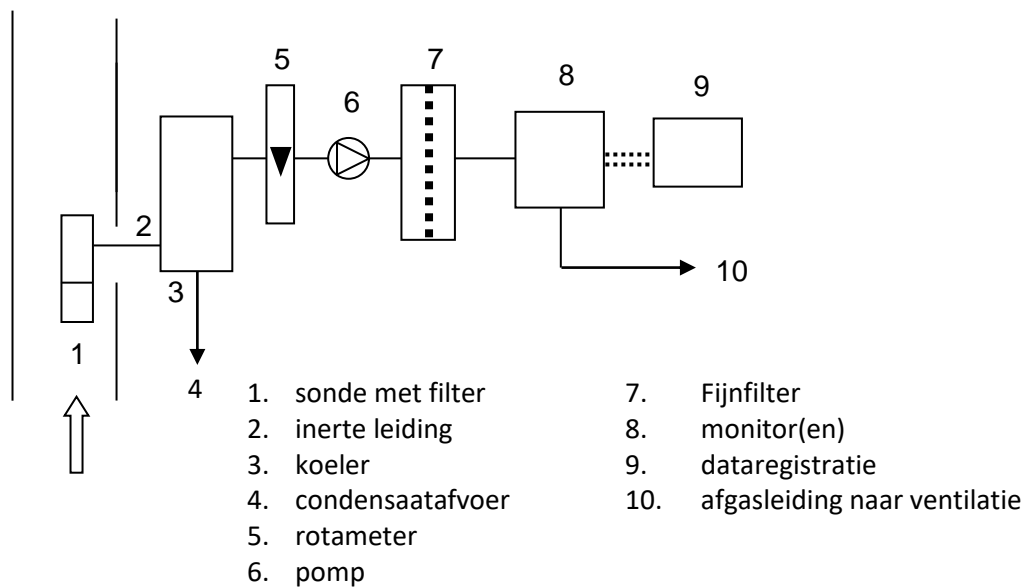
Voor gasvormige componenten kan een 1-puntsmeting, bijvoorbeeld in het midden van het gaskanaal, worden uitgevoerd indien aan bepaalde voorwaarden voldaan is. Deze voorwaarden zijn gedefinieerd in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/O/005).

2.1 BEMONSTERINGSOPSTELLINGEN

2.1.1 MONITOREN KORT BIJ HET MEETPUNT

Het afgas wordt via een inerte sonde aangezogen. Deze sonde is voorzien van een filter om het stof tegen te houden. Via een zo kort mogelijke, inerte, verwarmde leiding wordt het afgas tot aan een koeler geleid, die het gas voldoende koelt en het vocht condenseert (tot een dauwpunt van (4 ± 3) °C), zodat het aan de analysatoren kan aangeboden worden.

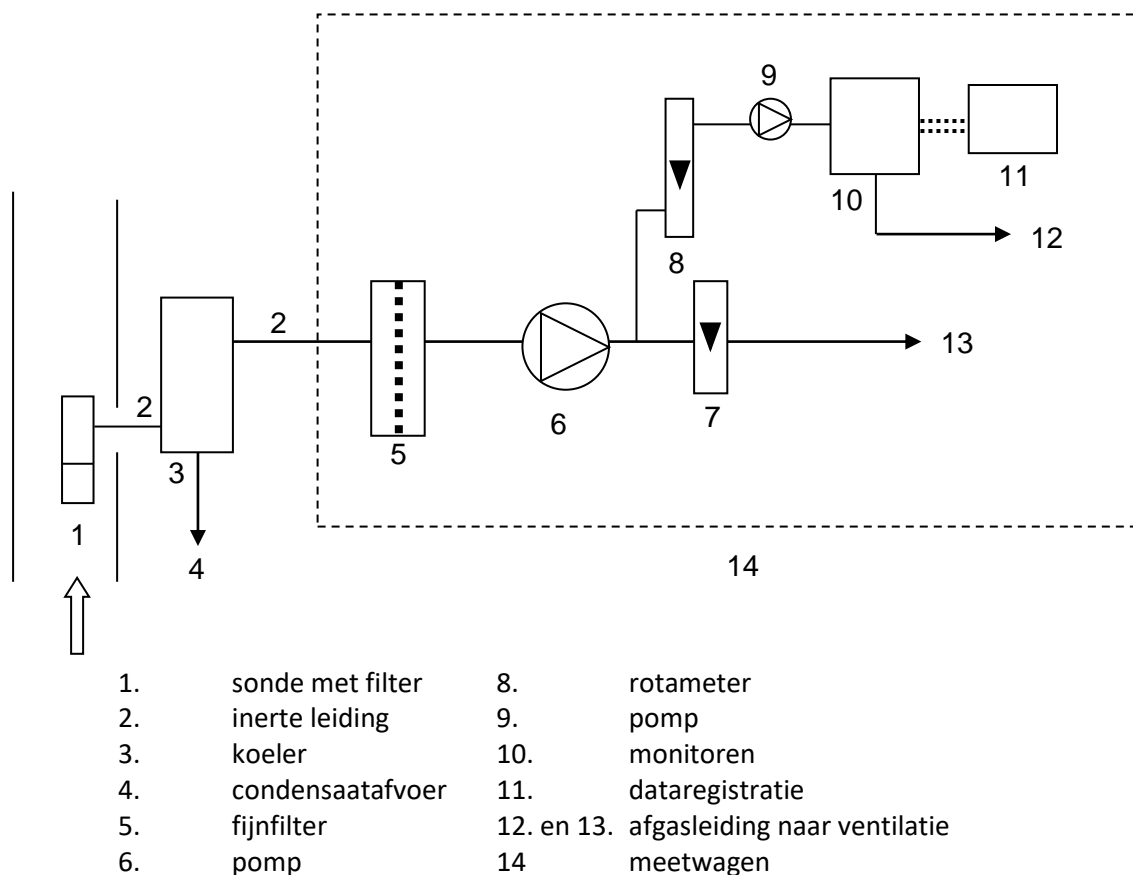
Indien de monitoren vlak bij de meetopening staan opgesteld, wordt het gekoeld, gedroogd en stofvrij afgas rechtstreeks via een rotameter en een verwarmde filter met een constant debiet over de monitoren gepompt (zie Figuur 1).



Figuur 1: Bemonstering van afgasen met monitoren kort bij het meetpunt

2.1.2 MONITOREN IN MEETWAGEN

Bij het gebruik van een opstelling in een meetwagen wordt het gekoelde en gedroogde afgas bij voorkeur in overmaat via een inerte leiding over een rotameter tot in de meetwagen gepompt. Van deze overmaat afgas wordt dan via een verwarmde filter en een rotameter met een aparte pomp een deelstroom met constant debiet over de monitoren gepompt (zie Figuur 2). De responstijd van de totale bemonsteringsopstelling moet kleiner zijn dan het performantiecriterium van de EN-normen van 200 s.



Figuur 2: Bemonstering van afgasen met monitoren in een meetwagen

Een andere mogelijkheid van afgasvoorbereiding bij gebruik van een meetwagen bestaat erin om na de sonde (1) een verwarmde leiding te gebruiken waarmee het afgas warm en zonder waterafscheiding tot bij de koeler en condensor in de meetwagen wordt geleid.

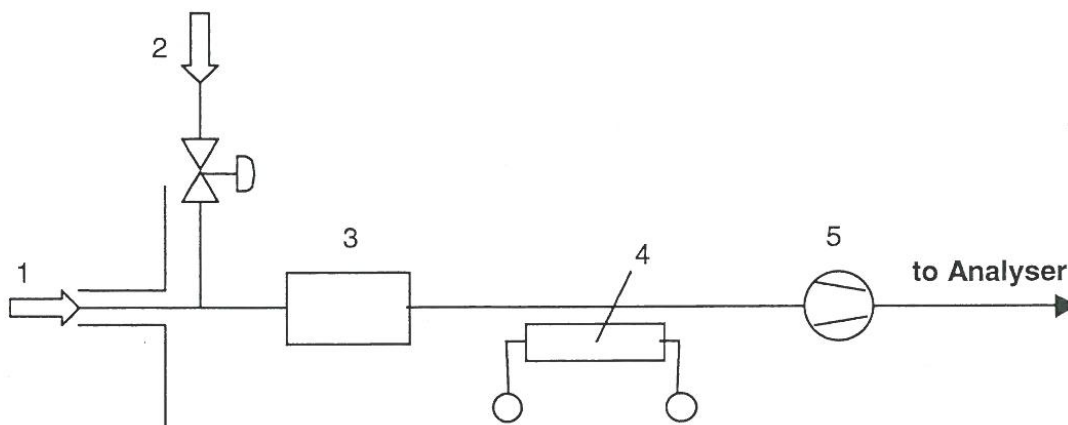
2.1.3 BIJZONDER GEVAL ZUURSTOF

Zuurstof dient met een grote nauwkeurigheid te worden gemeten, aangezien het wordt gebruikt als referentie voor de verdunning in afgasen. Bij kalibratie van de zuurstofmonitor met buitenlucht, dient het gas ofwel volledig gedroogd of gecontroleerd gekoeld te worden via de afgaskoeler. Een volledige droging van het staalgas alvorens het aan de zuurstofmonitor wordt aangeboden, verdient evenwel de voorkeur. Op deze manier wordt de meetonzekerheid door onvolledige droging uitgeschakeld. Voor zuurstof vormt absolute droging, op silicagel bijvoorbeeld, geen risico voor verandering van de concentratie, in tegenstelling tot gasen zoals SO₂ en NO₂.

2.1.4 BIJZONDER GEVAL KWS-TOC MET FID

Koolwaterstoffen als Totaal organisch koolstof (TOC) gemeten met FID, kunnen niet met de afgebeelde opstellingen worden gemeten. De norm EN 12619:2013 schrijft hierbij voor dat geen condensatie of andere vorm van droging wordt toegepast. De monsternamleiding wordt op minimum 180°C verwarmd.

Om verliezen van zwaardere componenten in de leiding verder te beperken dient de FID-monitor in de regel zo kort mogelijk bij het meetpunt opgesteld te worden (bij voorkeur 1 à 2 meter). Het toestel moet zoveel mogelijk van wind en regen afgeschermd worden. Een typische bemonsteringsopstelling met FID wordt weergegeven in Figuur 3.



1. Sonde
2. Zero en spangasvoorziening
3. Verwarmde deeltjesfilter (in- of buiten de schoorsteen schouw)
4. Verwarmde mantel/leiding
5. Verwarmde pomp

Figuur 3: Bemonsteringsopstelling voor de TOC-meting met FID

2.2 UITRUSTING

De verschillende onderdelen worden beschreven in §2.2.1 tot §2.2.5. De koppelingen tussen alle componenten moeten van een inert materiaal zijn en voldoende lekdicht zijn.

2.2.1 SONDE

De sonde moet chemisch en fysisch inert zijn voor de te analyseren componenten en een voorziening hebben om een filter aan te brengen. Voor de anorganische componenten kan deze vervaardigd zijn uit glas, roestvast staal, titanium, polytetrafluorethyleen (PTFE) of een ander inert materiaal. Voor TOC zijn roestvrij staal, PTFE en polypropyleenfluoride geschikte materialen. PTFE mag niet gebruikt worden bij temperaturen boven 200°C. Voor dergelijke hoge temperaturen zijn kwarts, titanium en keramisch materiaal bijvoorbeeld geschikt. De verblijftijd van het gas in de sonde moet minimaal zijn.

De lengte en/of diameter van de sonde dienen aangepast te zijn aan de grootte van de schoorsteen schouw zodat op alle meetpunten bemonsterd kan worden.

2.2.2 FILTER

De filter moet uit een inert materiaal vervaardigd zijn. De gebruikte filters kunnen zowel vlakfilters, hulsfilters, als filterproppen zijn van kwarts- of glasvezel of een keramische filter/gesinterde metaalfilter met een geschikte porie-grootte.

Voor temperaturen boven de 400 °C moet in ieder geval kwartswol of kwartsvezel gebruikt worden.

De filter wordt verwarmd tot boven het dauwpunt van de gasstroom en bevindt zich bij voorkeur buiten de **schoorsteen** ~~schoor~~ aangezien in dat geval een betere temperatuurscontrole mogelijk is.

2.2.3 GASCONDITIONERINGSSYSTEEM

Voor O₂ en CO wordt in de EN-normen een koeler of permatiedroger als gasconditioneringssysteem voorgeschreven (2.2.3.1 en 2.2.3.2). Voor NO_x is naast deze twee configuraties eveneens een verdunningssysteem (2.2.3.3) en een verwarmde leiding tot aan de verwarmde monitor opgenomen. Indien de verhouding NO₂/NO_x meer dan **25% ~~10%~~** bedraagt, dan moet de configuratie met koeler vermeden worden, **tenzij wordt aangetoond dat de verliezen van NO₂ in de koeler niet significant zijn.**

Voor SO₂ kan een afgaskoeler, permeatiedroger of een verdunningssysteem gebruikt worden.

In de EN 12619:2013 wordt een verwarmde leiding tot aan de monitor voorgeschreven.

2.2.3.1 KOELER

De koeler zal zo geconstrueerd zijn dat er een minimale absorptie van wateroplosbare componenten zoals NO₂ of SO₂ in het condensaat plaatsvindt. Het verlies van wateroplosbare componenten stijgt bij overdruk in het koelsysteem. Daarom moet de pomp zich tussen het koelsysteem en de monitor bevinden. Aan de uitgang van de koeler moet het dauwpunt (4 ± 3)°C zijn.

Minstens bij het begin en op het einde van elke meting moet de goede werking van de koeler gecontroleerd worden.

2.2.3.2 PERMEATIEDROGER

Permeatiedrogers gebruiken een semi-permeabel membraan waar het water doorheen diffundeert, uit het vochtige afgas naar een droog gas aan de andere zijde. Permeatiedrogers dienen te worden gecontroleerd op efficiëntie en selectiviteit.

Aan de uitgang van de permeatiedroger moet het dauwpunt (4 ± 3)°C zijn.

2.2.3.3 VERDUNNINGSSYSTEEM

Verdunningssystemen zoals beschreven in ISO 10396 worden toegepast om de afgassen te koelen en om condensatie van water te vermijden. Verdunningssystemen kunnen in bepaalde situaties nuttig zijn, maar worden niet als de meest nauwkeurige methode beschouwd om emissiegrenswaarden te toetsen (in de zin van VLAREM artikel 4.4.4.2) als gevolg van de bijkomende meetonzekerheid op de verdunningsfactor.

In de EN-norm EN 14792 voor NO_x wordt dit als mogelijke configuratie voorgeschreven om condensatie in het meetsysteem te vermijden.

2.2.4 SECUNDAIRE FILTER

De secundaire filter of fijnstoffilter zuivert het afgas van het fijnste stof met een diameter van 1 tot 2 μm en dient om het analysetoestel te beschermen. Deze filter is meestal in de monitoren zelf aanwezig.

2.2.5 POMP EN DEBIETSMETER

Voor monitoren die niet van een interne pomp voorzien zijn, is een externe pomp vereist.

Voor de opstelling met rechtstreekse meting op het meetplatform, moet de inerte pomp een constant debiet (geschikt voor de monitoren) kunnen aanhouden.

Voor de opstelling met meetwagen moet de hoofdpomp inert en van voldoende capaciteit zijn om de responstijd van de bemonsteringsopstelling te beperken. Het afzuigen van het afgas voor de monitoren gebeurt met een tweede (kleinere) inerte pomp met constant debiet die voorafgegaan wordt door een fijnstoffilter.

Het debiet van de hoofdpomp moet minstens tweemaal zo groot zijn als het debiet dat over de monitoren wordt gestuurd.

Het debiet doorheen de monitoren en het eventueel hoofddebiet worden geregeld en afgelezen op een rotameter.

2.3 UITVOERING

De koeler (indien van toepassing) wordt zo dicht mogelijk bij de meetopening geplaatst. De sonde, de filter, de aanzuigleiding tot de koeler en de leiding tussen de koeler en de pomp worden aangebracht. Het gasconditioneringssysteem, de sonde, de filter en de monitor worden op de vereiste temperatuur ingesteld en geconditioneerd/opgewarmd. De pomp wordt gestart en op de rotameter wordt gecontroleerd of de pomp voldoende aanzuigt. Nadat de monitoren voldoende opgewarmd zijn en het aanzuigdebiet constant is, kan gestart worden met kalibratie en controle volgens §3.1. Nadat de werking van de koeler gecontroleerd is, wordt de sonde in het afgaskanaal geschoven, lekvrij afgedicht en kan de meting starten.

2.4 AANDACHTSPUNTEN

2.4.1 LEKTEST

Nadat het bemonsteringssysteem opgesteld is, wordt een lektest uitgevoerd: de ingang van de gasvoorbereiding wordt afgesloten. Het lekdebiet mag maximaal 2% van het normaal aanzuigdebiet bedragen. Indien dit niet het geval is, moet het lek opgespoord en afgedicht worden.

Bij de lektest moet er op gelet worden dat de monitoren niet beschadigd kunnen worden door te grote onder- of overdruk. De lektest kan op twee manieren uitgevoerd worden:

- 1) Na het afdichten van de sonde wordt gecontroleerd of de rotameter naar nul gaat of wordt het resterende debiet gemeten. Indien een semikwantitatief criterium voor de lektest gehanteerd wordt (bv. vlotter van de rotameter naar nul) dan dient de uitvoerder aan te tonen dat dit overeenkomt met het maximale lek van 2%.

- 2) Door het aanbieden van stikstof aan de ingang van de sonde en te controleren of de zuurstofmeting naar nul gaat. Een voorwaarde om geldig te lektesten op deze manier is dat het systeem op de (maximale) onderdruk komt te staan die gedurende de metingen voorkomt.

Lektesten moeten kwantitatief geregistreerd worden dit wil zeggen dat tijdstippen, gastellerstanden en resterend lekdebiet genoteerd moeten worden.

2.4.2 CONTROLE VAN DE KOELERTEMPERATUUR

Het restwatergehalte in gassen die in een koeler worden gedroogd blijft nog steeds aanzienlijk hoger (rond 1%) dan de concentraties van de te meten verontreinigers. Aangezien veel meettoestellen werken met IR-absorptie zijn ze gevoelig aan veranderingen in het watergehalte. Door de sterke afhankelijkheid van het restwatergehalte na de koeler is het noodzakelijk de temperatuur van de koeler binnen nauwe grenzen constant te houden. Een controlesysteem voor de koelertemperatuur tijdens de meting dient aanwezig te zijn. Aan de uitgang van de koeler moet het dauwpunt (4 ± 3)°C zijn.

2.4.3 LENGTE VAN DE LEIDINGEN

De lengte van de aanzuigleidingen dient in elk geval zo kort mogelijk gehouden om een voldoende snelle respons te garanderen. Andere negatieve effecten van lange leidingen zijn verliezen door adsorptie, chemische reacties, diffusie, lekken en geheugeneffecten. Lengtes van meer dan 50 meter zijn te vermijden. Het voorkomen van condensaat of stofdeeltjes kan de verliezen in de leidingen sterk doen stijgen. Daarom mag het staalgas over grotere afstanden alleen worden getransporteerd in verwarmde leidingen en in koude leidingen enkel na droging in een koeler/condensor. Bij de TOC-meting met FID moet de monsternamleiding steeds op minimum 180°C verwarmd worden. De FID-monitor dient in de regel zo kort mogelijk bij het meetpunt (bij voorkeur maximum 1 à 2 meter) opgesteld te worden om verliezen van zwaardere componenten in de leiding te beperken. Leidingen die zichtbare sporen van afzetting vertonen moeten vervangen worden.

2.4.4 DODE VOLUMES

Onnodige dode volumes in de staalgasvoorbereiding kunnen leiden tot fouten door te langzame respons (vooral bij kalibratie) en door kruiscontaminatie van zerogas, kalibratiegassen en staalgas. Dode volumes komen soms voor in koelers/condensoren en schakelsystemen in meetwagens. Net als de lengte van leidingen dienen dode volumes tot het minimum beperkt. Detectie van te grote dode volumes is in het algemeen mogelijk door de responstijd T90 te meten bij stijgende en dalende concentraties. Een waarde beneden 2 minuten is aangewezen.

2.4.5 STABIELE AANZUIGING

Bij elke meting moet regelmatig de stand van de rotameter(s) gecontroleerd worden, o.a. in het begin en op het einde van de meting. Indien tijdens de meting afwijkingen van het normale verloop (verstopte leiding of filters) vastgesteld worden, moet onmiddellijk ingegrepen worden. Het debiet doorheen het monsternamesysteem en de monitoren moet op $\pm 10\%$ constant gehouden worden.

2.4.6 EINDE VAN DE METING

Op het einde van de meting wordt de sonde uit de **schoorsteen schouw** gehaald en losgekoppeld. De sonde, koelers en leidingen kunnen gespoeld worden met water en eventueel met zeep. Vervolgens moet grondig nagespoeld worden met water en gedroogd met olievrije perslucht. Indien de sonde en/of leidingen te erg vervuild zijn, is het aan te raden nieuwe te gebruiken. Reinigen met organische solventen moet vermeden worden omdat residu's hiervan de cuvetten en hun vensters kunnen beschadigen.

Om de koeler en de filters voldoende te spoelen zodanig dat er geen corrosie kan optreden, zuigt de hoofdpomp na elke meting nog ongeveer een kwartier omgevingslucht aan.

3 ANALYSE VAN DE AFGASSEN

In onderstaande tabel zijn de referentie- en andere toegelaten meetmethodes voor de verschillende componenten CO, NO_x, SO₂, O₂ en TOC opgenomen. Deze compendiumprocedure geldt enkel voor de continue meting met monitoren.

Component	Referentiemethode en meetprincipe	Andere toegelaten methoden
CO	EN 15058 (NDIR/GFC*)	
NO _x	EN 14792 (NO: Chemiluminescentie NO ₂ : Chemiluminescentie met gebruik convertor)	NO/NO ₂ NDUV NO-NDIR+NO ₂ tot NO convertor**
SO ₂	EN 14791 (Natchemische meetmethode)	Meting met monitoren met volgende meetprincipes (opgenomen in CEN/TS 17021)*** NDUV NDIR UV fluorescentie
O ₂	EN 14789 (paramagnetisme)	
TOC	EN 12619 (TVOC concentraties tot 1000 mg/m ³) Vlamionisatiedetectie (FID)	

* Gasfiltercorrelatie fotometer

** NO₂-NDIR is niet toegelaten omwille van waterinterferentie

*** In het geval SO₂ gemeten moet worden in een gasstroom waar eveneens methaan aanwezig is, dan mag er geen methaaninterferentie op de monitor aanwezig zijn.

De EN methoden zijn onder andere van toepassing voor installaties die vallen onder de EU richtlijn industriële emissies en voor kalibratie van vast opgestelde continue emissiemeetapparatuur. Naast de referentiemethode kunnen ook de andere toegelaten methoden zoals vermeld in bovenstaande tabel gebruikt worden. De natchemische SO₂ bepaling conform EN 14791 heeft een beperkte nauwkeurigheid (20%) en trage respons. EN 14791 kan voor de goedkeuring van vast opgestelde meettoestellen alleen worden toegepast indien via validatie of ringtesten werd aangetoond dat aan de strengere nauwkeurigheidsvereiste van ~~10%~~ 15% kan worden voldaan.

Voor de meting van SO₂ dient een continu meettoestel beschikbaar te zijn. Door deelname aan de ringtesten garandeert het referentielaboratorium de equivalentie van het bij de ringtesten gebruikte toestel met EN 14791 voor de meting van SO₂ en de goedkeuring van vast opgestelde meettoestellen. Voor dit laatste dient wel aan de nauwkeurigheidseis van 10% te worden voldaan (erkenningsvoorwaarde).

Voor stookinstallaties tot 10 MW is het gebruik van elektrochemische cellen voor het meten van CO, CO₂, NO_x, SO₂ en O₂ eveneens toegelaten.

Indien een emissiegrenswaarde voor SO_x (als SO₂) van toepassing is op de installatie waar gemeten wordt en de aanwezigheid van SO₃ ook effectief kan verondersteld worden, dan dient naast de continue bepaling van SO₂ eveneens SO₃ gemeten te worden volgens de compendiummethode LUC/III/008 (natchemisch). Het totaal aan SO₂ en SO₃ kan in dat geval eveneens natchemisch bepaald worden volgens dezelfde compendiummethode.

Koolstofdioxide (CO₂) is geen door VLAREM gereguleerde verontreiniger, maar kan ondermeer worden gemeten als alternatief referentiegas voor zuurstof om de verdunningsfactor te bepalen. CO₂ wordt volgens hetzelfde meetprincipe gemeten als CO (NDIR) en meestal zijn beide parameters in één toestel gecombineerd.

3.1 UITVOERING

De volledige procedure voor het uitvoeren van een continue meting met een monitor bestaat uit volgende stappen:

- uitvoering van een lekttest op het volledige monsternemingssysteem;
- kalibratie van de monitor met zero- en spangas (in deze volgorde) met bijregeling; de gassen worden hierbij rechtstreeks aan de monitor aangeboden;
- eerste-lijnscontrole met een onafhankelijk controlegas (zie §0); het controlegas wordt bij elke meting doorheen de volledige bemonsteringstrein gestuurd;
- meting;
- opnieuw aanbieden van het zero- en spangas zonder bijregeling (driftbepaling);

Deze handelingen moeten op de meetplaats zelf worden uitgevoerd. Alle kalibraties moeten natrekbaar zijn in de elektronische databestanden (zowel zero-, span-, als controlegas).

Bij toepassing van een lekttest met stikstof voorafgaand aan kalibratie van de monitoren, dient het lekttestcriterium afgetoetst te worden aan het verschil:

- de O₂-meetwaarde bij het rechtstreeks aanbieden van stikstof aan de monitor;
- de O₂-meetwaarde bij het aanbieden van stikstof doorheen het ganse systeem.

Alternatief kan de lekttest met stikstof ook na kalibratie van de monitoren uitgevoerd worden. Bij overschrijding van het lekttestcriterium, dient dan wel opnieuw kalibratie met zero- en spangas uitgevoerd te worden.

Het zerogas mag geen significante hoeveelheden van de te bemonsteren componenten bevatten (bijvoorbeeld stikstof of perslucht). Voor zuurstof is de O₂-concentratie in het zerogas kleiner dan 0,05 vol%.

Als spangas wordt CO, CO₂, NO, SO₂ in N₂ of een mengsel van deze componenten in N₂ gebruikt.

Voor de FID-meting wordt stikstof of lucht als zerogas en propaan in stikstof of lucht als kalibratiegas gebruikt. Het zuurstofgehalte van deze gassen benadert hierbij best zoveel mogelijk het zuurstofgehalte van de afgassen.

De spangasconcentratie dient te voldoen aan de vereisten die opgenomen zijn in de Europese normen. De concentratie van het controlegas zal bij voorkeur rond 50% van de spangasconcentratie liggen.

3.1.1 KALIBRATIE VÓÓR DE METING

De monitor moet vóór elke meting geijkt worden met een zero- en een spangas (in deze volgorde, met bijregeling). Beide kalibratiegassen worden rechtstreeks en onder dezelfde druk- en debietscondities aan de monitor aangeboden als tijdens de meting. De rotameterstand tijdens de kalibratie moet hetzelfde zijn als tijdens de meting.

Nadat een stabiel meetsignaal wordt verkregen, wordt het signaal op de juiste waarde bijgesteld. Vervolgens worden de kalibratiegegevens van minimum 5 minuten verzameld, zowel voor het zerogas als voor het spangas.

3.1.2 CONTROLE

Het controlegas wordt bij elke meting doorheen het ganse bemonsteringssysteem gestuurd. **Specifiek voor SO₂ en NO₂ wordt, bij een responstijd van meer dan 200 s tijdens het aanbieden van controlegas, eveneens toegelaten om het controlegas na kalibratie rechtstreeks aan de monitor aan te bieden. Validatie van verliezen doorheen het ganse bemonsteringssysteem en analyzer dient in dit geval voor NO₂ conform EN 14792 10.1 en voor SO₂ conform CEN/TS 17021 D.2 uitgevoerd te worden.**

De controlekaarten moeten ter plaatse beschikbaar zijn en direct worden ingevuld vooraleer met de eigenlijke meting wordt begonnen. Het invullen van de controlekaart achteraf, of het invullen op een andere plaats door een kwaliteitsverantwoordelijke die niet aanwezig is op de meetplaats is niet toegestaan, omdat dit tot verderzetten van metingen met ongecontroleerde kwaliteit kan leiden. De uitvoerder van de metingen moet het systeem en de criteria van de controlekaarten volledig begrijpen zodat bij afwijkingen direct en gepast kan worden ingegrepen. Periodieke verwerking van controlekaarten is verplicht tenzij er bijvoorbeeld minder dan 10 punten op een half jaar op staan.

Bij gebruik van vaste grenzen op controlekaarten:

- moet eveneens een periodieke evaluatie (minstens jaarlijks) gebeuren;
- moeten de grenzen kwantitatief onderbouwd zijn.

3.1.3 METING

Na aanbieding van het onafhankelijk controlegas, kan de meting gestart worden. De meetresultaten van de monitoren worden op regelmatige basis weggeschreven (minstens minuutsgemiddelde waarden). De toestellen en het data-acquisitiesysteem moeten negatieve waarden toelaten. Voor elektrochemische toestellen wordt hierop een afwijking toegestaan aangezien het met die toestellen niet mogelijk is om negatieve waarden te registreren.

Bij elke meting worden de tijdstippen van uitvoering van de lectest, kalibratie, controle, meting en na-kalibratie (zonder bijregeling) genoteerd, alsook de identificatienummers van de gebruikte gassen.

3.1.4 DRIFTCONTROLE NA DE METING

Om de drift van de monitor te controleren wordt na het einde van de meting terug zero- en spangas rechtstreeks aan de monitor aangeboden, echter zonder bijregeling van de monitor. De toegelaten criteria voor drift zijn onder §3.4.1 opgenomen. ~~In tegenstelling tot de EN-normen wordt~~ De spandrift wordt aan de monitoren zelf bepaald.

3.2 KWALITEIT VAN KALIBRATIEGASSEN

Als spangas is een gecertificeerd kalibratiegas vereist, ofwel:

- o Een gas met kalibratiecertificaat, uitgegeven onder ISO 17025 accreditatie (BELAC of gelijkwaardig) door een als kalibratie-instelling geaccrediteerde producent
- o ofwel een ISO 17025 herleidbaar kalibratiegas; hierbij geldt de analyse door een geaccrediteerd of door een erkend laboratorium als juiste waarde. In het laatste geval dienen de beschreven vereisten voor het zelf certificeren van kalibratiegassen gevolgd; deze vereisten zijn opgenomen in de compendiumprocedure ‘Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen’ (LUC/0/005);
- o een exploitant die zelfcontrolemetingen uitvoert en wiens methoden zijn goedgekeurd als conform met ISO 17025 kan onder dezelfde voorwaarden als een erkend laboratorium de kalibratiegassen voor eigen gebruik certificeren.

De toegelaten kalibratie-onzekerheid op de fles mag voor CO, CO₂, NO_x, SO₂ en propaan maximum 2% bedragen. Dit is conform de EN normen, met uitbreiding naar SO₂ en CO₂.

De gecertificeerde waarde van kalibratiegassen moet gebaseerd zijn op, of gecontroleerd zijn via een nauwkeurige verificatieanalyse.

Voor O₂ is gedroogde buitenlucht een goede keuze als kalibratiegas. Het gehalte van zuurstof in droge lucht is 20,95%. Bij kalibratie van de zuurstofmonitor met buitenlucht dient het gas ofwel volledig gedroogd te worden (bv gebruik silicagelpatroon) of gecontroleerd gekoeld te worden via de afgaskoeler. Als het restwatergehalte in de buitenlucht na de koeler tijdens kalibratie van de zuurstofmonitor en tijdens de afgasmeting hetzelfde is, dan hoeft dit niet in rekening gebracht te worden. In dat geval kan ook een zuurstofconcentratie van 20,95% voor kalibratie van de monitor toegepast worden (zoals bij kalibratie op volledig droge lucht). Indien het dauwpunt van de buitenlucht echter lager is dan de temperatuur van de koeler, dan moet het verschil in watergehalte na de koeler bij kalibratie en meting verrekend worden.

De Europese norm EN 14789 stelt voor om 20,9% te gebruiken met een onzekerheid van 0,5% relatief (= 0,1% O₂ absoluut). Voor erkenning in Vlaanderen worden zeer kritische eisen gesteld aan de nauwkeurigheid van de zuurstofmeting en is het aangewezen om de "juistere" waarde van 20,95% te gebruiken. De onzekerheid (< 0,05% relatief) is in dat geval verwaarloosbaar tegenover andere fouten.

Opmerking: het criterium van EN 14789 voor de onzekerheid op O₂ span gas van 2% relatief (k=2) is bij een concentratie van meer dan 15% O₂ te ruim om te kunnen voldoen aan het criterium voor erkenning (afwijking ≤ 0,3% absoluut)

3.3 ONAFHANKELIJK CONTROLEGAS

Na de kalibratie van de gasmeettoestellen dient een onafhankelijk controlegas voor alle componenten te worden aangeboden cfr §3.1.2. Het controlegas moet niet noodzakelijk van een geaccrediteerde leverancier of ISO 17025 gecertificeerd zijn.

Onafhankelijk: het controlegas mag geen verdund kalibratiegas zijn.

Kalibratie- en controlegas zijn bij voorkeur afkomstig van verschillende gasleveranciers. Indien dit niet het geval is, moet de gasleverancier de onafhankelijkheid van deze gassen kunnen aantonen ofwel moet het kalibratiegas ten opzichte van een gas van een andere leverancier door het laboratorium gecertificeerd zijn. Ten laatste op 1/01/2018 moet hieraan voldaan worden.

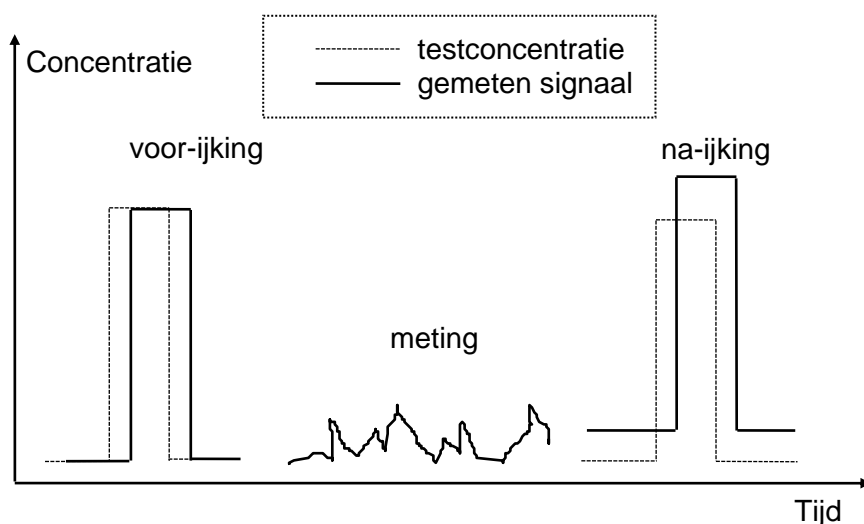
Aanbevolen wordt om de aankoop van kalibratie- en controlegas ook gecontroleerd te verschuiven in de tijd.

Concentratie controlegas: bij voorkeur rond 50% van het spangas

3.4 BEREKENINGEN

3.4.1 CORRECTIES VOOR DRIFT

Het signaal afkomstig van de monitor kan onderhevig zijn aan drift (zie Figuur 4). Dit is een geleidelijke verandering van het signaal gedurende een zekere tijdsspanne. Daarom wordt de monitor vooraf gekalibreerd en gebeurt er achteraf een na-kalibratie (zonder bijregeling). Indien deze gegevens verschillen, is het signaal voor de zero- en/of spanconcentratie gedrift.



Figuur 4: Drift van de monitor

Afhankelijk van de meetwaarden voor zero- en spangas voor en na de meting, moeten al dan niet correcties voor drift op de geregistreerde signalen toegepast worden. Indien de zero- of spandrift een bepaalde waarde overschrijdt (zie tabellen verder), dan moet de meting verworpen worden.

Volgende criteria voor zero- en spandrift zijn van toepassing voor meting met monitoren volgens de EN normen en gelden eveneens voor meting met elektrochemische toestellen:

	Toegelaten afwijking, als % van concentratie van het kalibratiegas	
	Zero	Span
Geen correctie nodig	≤ 2%	≤ 2%
Correctie van de meetwaarden	2 – 5 %	2 – 5 %
Verwerpen van de meting	> 5%	> 5%

Voor zuurstof zijn de criteria in EN 14789 §8.4.3 (identiek met bovenstaande tabel) te ruim en gelden volgende criteria:

	maximum drift, % O ₂ absoluut	
	Zero	Span
Geen correctie	≤ 0,2%	≤ 0,2%
Corrigeren	0,2 – 0,3 %	0,2 – 0,3 %
Verwerpen	> 0,3%	> 0,3%

Bij de verrekening wordt de drift (eerst voor zero, daarna voor span) lineair verdeeld over de hele meetperiode en ingerekend bij de meetwaarden.

Bij een zeer kleine NO₂-bijdrage (tot het totaal NO_x) kunnen voor NO₂ ruimere zero- en spandriften toegelaten worden indien het labo kan aantonen dat de meetonzekerheid op NO_x hierdoor niet significant toeneemt, en voor metingen volgens EN normen beneden 10% blijft.

3.4.2 OMREKENINGEN

Het CO₂-meetresultaat wordt op de monitor meestal uitgedrukt in % en moet vaak ook zo gerapporteerd worden.

De concentraties aan CO, NO_x en SO₂ moeten meestal uitgedrukt worden bij 273,15 K en 1013,25 hPa. De gebruikelijke eenheid is mg/Nm³. De omrekening van ppm naar mg/Nm³ kan voor de verschillende componenten met volgende formules gebeuren:

$$CO \left(\frac{mg}{Nm^3} \right) = \frac{CO (ppm) \times 28}{22,4}$$

$$SO_2 \left(\frac{mg}{Nm^3} \right) = \frac{SO_2 (ppm) \times 64}{22,4}$$

$$NO \left(\frac{mg}{Nm^3} \right) = \frac{NO (ppm) \times 30}{22,4}$$

$$NO_2 \left(\frac{mg}{Nm^3} \right) = \frac{NO_2 (ppm) \times 46}{22,4}$$

$$NO \text{ als } NO_2 \left(\frac{mg}{Nm^3} \right) = NO \left(\frac{mg}{Nm^3} \right) \times \frac{46}{30}$$

'NO_x' wordt gedefinieerd als de som van stikstofoxide (NO) en stikstofdioxide (NO₂), uitgedrukt als NO₂:

$$NO_x \text{ als } NO_2 \left(\frac{mg}{Nm^3} \right) = NO \text{ als } NO_2 \left(\frac{mg}{Nm^3} \right) + NO_2 \left(\frac{mg}{Nm^3} \right)$$

met

22,4 l/mol: molair volume van het ideale gas bij 273,15 K en 1013,25 hPa

28 g/mol: molaire massa van koolstofmonoxide

64 g/mol: molaire massa van zwaveldioxide

30 g/mol: molaire massa van stikstofmonoxide

46 g/mol: molaire massa van stikstofdioxide

De totale concentratie aan koolwaterstoffen (TOC) moet eveneens uitgedrukt worden bij 273,15 K en 1013,25 hPa. De gebruikelijke eenheid is mg C/Nm³ in propaanequivalenten:

$$\text{meetwaarde} \left(mg \frac{C}{Nm^3} \right) = \frac{\text{meetwaarde (in ppm)} \times n_c \times MM_c}{V_m}$$

Met

n_c: aantal koolstofatomen in het kalibratiegas (voor propaan is n_c=3)

MM_c: molaire massa aan koolstof (MM_c = 12 g/mol)

V_m: molair volume van het kalibratiegas bij 273,15 K en 1013,25 hPa (V_m = 22,4 l/mol)

In de meeste gevallen moeten de meetresultaten ook omgerekend worden naar de concentraties in het droog gas. Het restvochtgehalte in het gemeten gas is de waterinhoud van verzadigd gas bij de temperatuur waarop de koelers zijn ingesteld, gewoonlijk 4 °C, en bij de daar heersende druk. Dit restvochtgehalte (± 0,8 vol%) kan berekend worden met volgende formule:

$$\%H_2O = \frac{p_w (\text{mbar hPa}) \times 100}{p_{\text{baro}} (\text{mbar hPa})}$$

Met % H₂O: restvochtgehalte in het gas na de koeler, in vol%

p_w: de dampdruk van water bij de temperatuur in de koeler, in hPa ~~mbar~~

p_{baro}: de atmosferedruk in hPa ~~mbar~~

De dampdruk van water bij temperatuur t(°C) kan worden afgelezen uit dampdruktabelen of een Mollier diagram. De volgende vergelijking (Antoine-vergelijking) geeft een goede benadering:

$$\log[p_w (\text{mbar hPa})] = 8,19621 - \frac{1730,63}{233,426 + t(^{\circ}C)}$$

De verrekening van het restvochtgehalte gebeurt via onderstaande formule:

$$\text{Concentratie} \left(\frac{\text{mg}}{\text{Nm}^3 \text{ dr}} \right) = \text{concentratie} \left(\frac{\text{mg}}{\text{Nm}^3} \right) \times \frac{100}{100 - \%H_2O}$$

waarbij

Concentratie (mg/Nm ³ dr):	concentratie in per normaal kubieke meter droog gas
Concentratie (mg/Nm ³):	concentratie in per normaal kubieke meter nat gas
Normaal kubieke meter:	volume gas, herleid tot genormaliseerde temperatuur (273,15 K) en druk (1013,25 hPa)
%H ₂ O:	het restvochtgehalte in het gas na de koeler, in vol%

Indien uit de bepaling van het watergehalte blijkt dat geen water in de gasstroom aanwezig was, moet deze correctie ook niet gebeuren.

Ook het %CO₂ wordt met deze laatste factor vermenigvuldigd, om de concentratie in de droge gassen te bekomen.

Om de mogelijke verdunningseffecten te verrekenen, worden de meetresultaten vaak uitgedrukt bij een referentiepercentage zuurstof, in het droog gas bij normaalomstandigheden. Deze zuurstofgehalten worden in de wetgeving vastgelegd en het percentage wordt bepaald door het type installatie:

- verbrandings- en meeverbrandingsinstallaties voor afvalstoffen : 11%
- verbrandingsinstallaties voor vaste brandstoffen (bv. steenkool): 6%
- verbrandingsinstallaties voor vloeibare en gasvormige brandstoffen: 3%
- thermische naverbrandingsinstallaties: 18%
- gasturbines: 15%
- steenbakkerijen: 18%

Deze omrekening gebeurt aan de hand van volgende formule:

$$\text{Concentratie}_R = \frac{21 - OR}{21 - OM} \times \text{Concentratie}_M$$

(belangrijke opmerking: indien de kalibratie van de zuurstofmonitor op 20,95% wordt uitgevoerd, dan moet in bovenstaande formule ook met 20,95 in plaats van 21% zuurstof gerekend worden)

met

Concentratie_R = concentratie bij het referentiezuurstofgehalte in mg/Nm³ dr

Concentratie_M = gemeten concentratie in mg/Nm³ dr

OR = referentiezuurstofgehalte in %

OM = gemeten zuurstofgehalte in %

Het percentage koolstofdioxide wordt bij de gemeten zuurstofconcentratie uitgedrukt en niet omgerekend naar de referentiewaarde.

Indien de concentratie uitgedrukt moet worden bij een referentie zuurstofgehalte, wordt simultaan met deze meting een zuurstofmeting uitgevoerd.

3.5 AANDACHTSPUNTEN

Het is te vermijden om emissiegrenswaarden beneden 5% van het meetbereik van een meettoestel te controleren. Doordat een aantal bijdragen tot de meetonzekerheid evenredig zijn met het meetbereik is het niet mogelijk voldoende nauwkeurig een emissiegrenswaarde te controleren op het ondereind van de schaal.

Elke optische meettechniek is in principe niet-lineair en vertoont een gebogen kalibratiecurve. Het effect hiervan wordt gewoonlijk ernstiger naarmate de meetwaarde verder van de kalibratiepunten verwijderd is.

CO is een parameter die vaak voorkomt met pieken. Daartoe is het wenselijk over een voldoende hoog meetbereik te beschikken. De algemene regel (Vlarem) voor een meetbereik tussen 0,1 en 3 x de emissiegrenswaarde mag hier niet blindelings op het meetbereik van de toestellen worden toegepast, omdat op deze manier de pieken worden afgetopt. Het gebruik van toestellen met dubbel meetbereik (2 optische cellen) of 2 toestellen met verschillend meetbereik is aangewezen. Ook in de Europese norm voor NO_x wordt vermeld dat piekemissies gemeten moeten kunnen worden.

In het geval SO₂ gemeten moet worden in een gasstroom waar eveneens methaan aanwezig is, dan mag er geen methaaninterferentie op de monitor aanwezig zijn.

4 VALIDATIE

In het algemeen moet een meetmethode in het kader van Vlarem toepasbaar zijn tussen 0,1 keer en 3 keer de emissiegrenswaarde. Voor normmethodes moeten volgende parameters gevalideerd worden:

- (Intra-) reproduceerbaarheid, bijvoorbeeld vanuit controlekaarten;
- Juistheid, bijvoorbeeld uit ringtestgegevens;
- Werkgebied;
- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens indien relevant;
- Meetonzekerheid;

Volgens de Europese normen voor de continue meting van O₂, NO_x en CO op grote stookinstallaties en afvalverbranding, moeten een aantal bijkomende factoren opgenomen zijn in de meetonzekerheid. Alle factoren die in de meetonzekerheid inbegrepen moeten zijn, zijn onder §5 opgesomd. Deze factoren worden eveneens bepaald uit validatie, tenzij betrouwbare gegevens uit een andere bron beschikbaar zijn. Ze moeten voor alle metingen met monitoren, met uitzondering van de elektrochemische toestellen, in de meetonzekerheid opgenomen zijn.

Volgens de EN normen is een jaarlijkse lineariteitstest vereist. Voor wie deelneemt aan de LABs ringtesten voor afgassen wordt door VITO een lagere frequentie van 2 jaar aanvaard. De overige wordt door de ringtest ingevuld. Voor toestellen die niet bij de ringtest worden gebruikt moet wel een jaarlijkse lineariteitstest worden uitgevoerd, behalve voor de FID-monitoren. Voor deze laatste volstaat een tweejaarlijkse lineariteitstest.

Volgende minimale vereisten voor evaluatie van de lineariteit van monitoren gelden:

- ~~Vastleggen criterium voor de correlatiecoëfficiënt ($R \geq 0,995$);~~
- Visueel uitzetten van de ~~ijklijn~~ **regressierechte** zodat afwijkingen ten opzichte van de ~~ijklijn~~ **regressierechte** (residuen) zichtbaar worden*;
- Minimum aantal punten: 5 + zero (na eliminatie van punten moeten minimum 5 punten overblijven);
- ~~Ijklijn~~ **Regressierechte** niet door nul forceren;
- Het volstaat om iedere concentratie één keer te meten;

*Om de lineariteit van het toestel na te gaan wordt een rechte gefit door alle punten met als y-coördinaat de gemeten concentratie en als x-coördinaat de referentie-concentratie. Deze regressielijn **rechte** wordt grafisch voorgesteld ~~samen met de vergelijking en correlatiecoëfficiënt~~. Op deze manier kunnen systematische afwijkingen visueel vastgesteld worden.

Residuen:

De referentieconcentraties (x-waarden) worden met de vergelijking van de regressielijn **rechte** teruggerekend, zodat "teruggerekende gemeten concentraties (\hat{y} -waarden)" bekomen worden. Het % afwijking van deze teruggerekende concentraties t.o.v. de gemeten concentraties mag maximaal 2% van ~~het volle meetbereik~~ **de maximale waarde van elk meetbereik waarin in de praktijk ook effectief gemeten wordt**, bedragen. **Voor zuurstof bedraagt de maximum toelaatbare lineariteitsafwijking volgens de EN 14789 0,3 vol% zuurstof.**

Dus:

$$\frac{y - \hat{y}}{MB} \times 100\% \leq 2\% \text{ (of } \leq 0,3 \text{ vol\% O}_2\text{)}$$

met y = gemeten concentratie

\hat{y} = met de ijklijn teruggerekende concentraties (worden bekomen door de referentieconcentraties x in te vullen in de vergelijking van de ijklijn)

MB= ~~volle~~ **elk meetbereik waarin in de praktijk ook effectief gemeten wordt**

De residuen $y - \hat{y}$ worden vervolgens uitgezet ten opzichte van de aangemaakte concentraties. Uit de visuele inspectie van de residuen kan de lineariteitsafwijking herkend worden aan een duidelijk patroon in de residuen.

Voor de TOC-meting met FID moeten de relatieve responsfactoren (RRF) en het zuurstofsynergisme bijkomend gevalideerd zijn, ~~eventueel door regelmatige deelname aan de ringtest~~. Een validatie van deze parameters per type toestel volstaat.

Er dient voldaan te zijn aan de performantiecriteriën die in de van toepassing zijnde norm zijn opgenomen.

Volgens EN 14792 moet de NO₂/NO convertor-efficiëntie bij meting van NO_x met de chemiluminescentie monitor minimum 95% bedragen. In deze compendiummethode worden volgende als goede praktijk geldende criteria gegeven:

	Convertor-efficiëntie
Geen correctie	≥ 95%
Correctie	80 – 95 %
Resultaten verwerpen	< 80%

De convertor-efficiëntie moet getest worden bij de hoogste in de praktijk voorkomende NO₂-concentraties. Als richtlijn - voor metingen op verbrandingsprocessen – volstaat voor de test een NO₂-concentratie van $\pm 10\%$ van het hoogste NO_x-meetbereik of van de emissiegrenswaarde. Sommige convertoren blijken minder efficiënt te werken bij hoge NO₂ concentraties. Bij gebruik van een convertor voor metingen op processen met hogere NO₂ concentraties dient de efficiëntie bewezen te zijn bij de voorkomende NO₂ concentratie.

Hervalidatie is vereist bij:

- een aanpassing van de methode die essentieel is;
- wijziging van het toesteltype;
- meetbereik dat door de wet werd aangepast;

Validatie per type instrument is toegelaten, bij aankoop van een vergelijkbaar type apparaat volstaat een ingangscntrole (vast te leggen in procedure bv lineariteitscontrole). De aantoonbaarheids- en bepalinglimiet moeten wel voor elk toestel afzonderlijk bepaald worden.

5 BEPALING VAN DE MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient voor de metingen met monitoren te beschikken over een evaluatie van de meetonzekerheid. Indien in de van toepassing zijnde normen een criterium voor de meetonzekerheid opgenomen is, dan moet hieraan voldaan zijn. Voor de zuurstofmeting moet de meetonzekerheid binnen het erkenningscriterium van 0,3% absoluut liggen.

De meetonzekerheid moet rond de emissiegrenswaarde worden bepaald maar een berekening ervan moet kunnen worden uitgevoerd bij elke gemeten concentratie. Een aantal van de meetonzekerheidsbijdragen zijn evenredig met het meetbereik of constant (constante absolute fout), andere zijn evenredig met de gemeten concentratie (constante relatieve fout). In de berekening van de meetonzekerheid dienen deze termen duidelijk te worden onderscheiden.

De berekening van de meetonzekerheid voor metingen met monitoren op grote stookinstallaties en afvalverbranding moet conform de Europese normen EN 14789 voor zuurstof, EN 14792 voor NO_x en EN 15058 voor CO gebeuren.

Let op: de normatieve vereisten gelden. In de niet-normatieve uitgewerkte voorbeelden die als illustratie in deze normen staan, kunnen termen vergeten zijn. Dit is geen argument om deze termen niet in rekening te brengen. Volgende parameters moeten zeker inbegrepen zijn in de evaluatie van de meetonzekerheid voor monitoren:

- Lekverlies;
- Verliezen in de leiding en het conditioneringssysteem, verlies/omzetting op de filter;
- Restwatergehalte (indien niet gecorrigeerd);
- Niet gecorrigeerde zero- en spandrift;
- Lineariteitsafwijking (“Lack of fit”);
- Herhaalbaarheid op spanniveau;
- Interferenties;
- Onzekerheid van het kalibratiegas;
- Bijdragen van volgende gevoeligheidsfactoren: netspanning, druk, staaldebiet, temperatuur
- Convertor-efficiëntie voor NO₂ indien van toepassing;

Voor de bijdragen van de gevoeligheidsfactoren (netspanning, druk, staaldebiet, temperatuur) zijn in de EN normen vrij hoge specificaties opgenomen. Indien men niet beschikt over de exacte waarde voor oudere toestellen mag met de helft van de toegelaten specificatie worden gerekend. Bij de aankoop van nieuwe meettoestellen dient aan de leverancier gevraagd naar de specificaties van gevoeligheidsfactoren volgens EN norm (bijvb. EN 15267-3 Table 1), die nodig zijn als bijdrage in de meetonzekerheid. Bij voorkeur worden gegevens gebruikt die werden bepaald door een onafhankelijk instituut.

Deze factoren moeten ook inbegrepen zijn in de meetonzekerheid bij gebruik van andere monitoren (bv SO₂ en FID) en bij metingen op andere installaties zoals procesinstallaties, middelgrote stookinstallaties of op naverbrandingsinstallaties.

6 REFERENTIES

ISO 10396: 1993

Stationary source emissions-Sampling for the automated determination of gas concentrations

EN 14789: 2017

Stationary source emissions-Determination of volume concentration of oxygen (O₂) – Reference method-Paramagnetism

EN 14791: 2017

Stationary source emissions-Determination of mass concentration of sulphur dioxide –Reference method

EN 14792: 2017

Stationary source emissions-Determination of mass concentration of nitrogen oxides (NO_x)-Reference method: Chemiluminescence

EN 15058: 2017

Stationary source emissions-Determination of the mass concentration of carbon monoxide (CO)-Reference method: Non-dispersive infrared spectrometry

EN 15267-3: 2007

Air quality - Certification of automated measuring systems – Part 3: Performance criteria and test procedures for automated measuring systems for monitoring emissions from stationary sources

NEN-EN 12619: 2013

Stationary source emissions-Determination of the mass concentration of total gaseous organic carbon -Continuous flame ionisation detector method

CEN/TS 17021: 2017

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of sulphur dioxide by instrumental techniques

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen (LUC/0/005)

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>

W. Swaans, R. De Fré, R. Brabers

Equivalentie van CO-meting met de referentiemethode en bepaling van de meetonzekerheid volgens prEN 15058

VITO-rapport 2006/MIM/R/022, april 2006

https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2006_validatierapport_CO.pdf

W. Swaans, R. De Fré, R. Brabers, E. Damen

Equivalentietesten van NO/NO₂-meting met NDIR/NDUV met de referentiemethode volgens EN 14792 met chemiluminescentie

VITO-rapport 2006/MIM/R/088, juni 2006

https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2006_validatierapport_NOX.pdf

F. Maes, R. De Fré, D. Poelmans, W.Swaans

Equivalentietesten van de SO₂-meting in emissies (NDUV) met de referentiemethode EN 14791

VITO-rapport 2006/MIM/R/120, 2006

https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2006_validatierapport_SO2.pdf

Bepaling van het gehalte gasvormig of totaal NH₃ in een gaskanaal

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Principe	4
3	Bemonsteringsprocedure	4
3.1	<i>Vorbereiding</i>	5
3.2	<i>Controles</i>	5
3.3	<i>Bemonstering</i>	5
3.4	<i>Andere te registreren parameters</i>	6
3.5	<i>Combinatie met stof</i>	6
4	Uitrusting	7
4.1	<i>Bemonsteringsapparatuur voor isokinetische bemonstering</i>	7
4.1.1	Sonde	7
4.1.2	Filter en filterhouder	8
4.1.3	Te gebruiken materialen	8
4.1.4	Eenheid met pomp en gasmeter	8
4.1.5	Wasflessen/impingers	9
4.1.6	Barometer	9
4.2	<i>Bemonsteringsapparatuur voor niet-isokinetische bemonstering</i>	10
5	Reagentia	12
5.1	<i>Absorptievloeistof</i>	12
5.2	<i>Water</i>	12
6	Analyseprocedure	12
7	Berekeningen	13
7.1	<i>Aangezogen gasvolume onder normaalomstandigheden</i>	13
7.2	<i>NH₃-concentratie in de gasstroom</i>	13
7.2.1	Gasvormig NH ₃ eventueel samen met totaal NH ₃ +NH ₄ ⁺ in beide fasen	13
7.2.2	Totaal NH ₃ +NH ₄ ⁺ in beide fasen (zonder noodzaak tot toetsing van enkel gasvormig NH ₃ binnen een wettelijk kader)	14
7.2.3	Concentratie gasvormig NH ₃ of totaal NH ₃ +NH ₄ ⁺ bij een referentie-zuurstofgehalte	14
8	Aandachtspunten	15
9	Validatie	16
10	Performantiecriteriën en meetonzekerheid	17
11	Referenties	18

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de methodes voor de bepaling van gasvormig ammoniak en totaal NH₃+NH₄⁺ in een gasstroom en werd door het referentielaboratorium gevalideerd van 0,5 tot 5000 mg/m³ gasvormig NH₃ onder normale druk- en temperatuurscondities.

Tijdens validatie werden eveneens parallelmetingen verricht met een tuneable laser monitor, die enkel gasvormig ammoniak meet en werd onderzoek uitgevoerd naar vervluchtiging van de ammoniumzouten NH₄Cl, NH₄NO₃ en (NH₄)₂SO₄ op verwarmde filters. Daarbij werd vastgesteld dat bij stijgende temperatuur een toenemende fractie van de ammoniumzouten vervluchtigt en dat deze niet als gasvormig ammoniak door het toestel worden gemeten behalve bij (NH₄)₂SO₄. In de praktijk zal de meetmethode dienen te worden afgestemd op de te meten grootte, waarbij onderscheid kan worden gemaakt tussen:

- (1) gasvormig NH₃
- (2) totaal NH₃ + NH₄⁺ (als NH₃ in gasfase + deeltjes), uitgedrukt als NH₃

Voor het totaal ammoniak+ammonium (2) is geen definitie van de filtertemperatuur nodig waarbij de scheiding tussen de fases plaatsvindt. Wel dient erop gelet dat geen vluchtig NH₄⁺ wordt verloren bij het conditioneren van de filter, indien dit nodig zou zijn voor weging.

Voor het meten van gasvormig NH₃ (1) is de norm NBN EN ISO 21877 van toepassing. Alle verbindingen die vluchtig zijn bij de bemonsteringstemperatuur en die tijdens de bemonstering door dissociatie ammoniumionen in de absorptieoplossing produceren worden met deze methode gemeten. De methode geeft dus het gehalte aan vluchtig ammoniak in het afgas. Speciale aandacht moet besteed worden bij het bemonsteren van met waterdamp verzadigde gassen. Druppels kunnen een hoog gehalte aan ammoniak bevatten en de mate waarin ze mee bemonsterd worden, kan de resultaten beïnvloeden. Daarom moet in dergelijk geval isokinetisch bemonsterd worden en dient een rastermeting uitgevoerd te worden.

2 PRINCIPE

Meting gasvormig NH₃ (1):

Voor het meten van gasvormig ammoniak is de norm NBN EN ISO 21877 van toepassing. Gasvormig ammoniak wordt opgevangen in 0,1 N H₂SO₄ (0,05 M) absorptievloeistof en vervolgens geanalyseerd met ionchromatografie of spectrofotometrie.

Meting totaal NH₃+NH₄⁺ (2): Voor de bepaling van totaal NH₃+NH₄⁺ moet naast de analyse van ammonium in de absorptievloeistof eveneens de filter afzonderlijk geanalyseerd worden door desorptie met water. De filtertemperatuur moet minimaal gelijk zijn aan de temperatuur tijdens een eventuele naconditionering van de filter bijvoorbeeld indien de meting gecombineerd wordt met een stofmeting volgens EN 13284-1 zal deze 160°C (=naconditioneerstemperatuur filter conform EN 13284-1 §8.4) **of een andere conventionele temperatuur (desgevallend bij massaverlies door vervluchtiging van ammoniumzouten)** bedragen; NH₄⁺ op de filter en NH₃+NH₄⁺ in de vluchtige fractie (= in impingers) wordt geanalyseerd. Ammoniumzouten die van de filter vervluchtigen worden in de wasflessen gemeten.

Het meten van totaal NH₃+NH₄⁺ kan bijvoorbeeld nodig zijn na een Denox-installatie of voor het opstellen van een nutriëntenbalans bij mestverwerkingsinstallaties.

Indien gasvormig ammoniak is opgenomen in de te meten parameters, dan zijn de bepalingen uit (1) van toepassing.

3 BEMONSTERINGSPROCEDURE

De bemonstering moet standaard op een minimum aantal punten van de meetdoorsnede worden uitgevoerd, afhankelijk van de vorm en de afmetingen van het gaskanaal. De keuze van het aantal punten en meetduur gebeurt volgens de EN 15259. Voor gasvormige componenten is een 1-puntsmeting in niet verzadigde gasstromen toegestaan indien voldaan is aan één de voorwaarden voor homogeniteit die gespecificeerd zijn in de procedure "Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen" (LUC/0/005). Bij aanwezigheid van druppels in de gasstroom, bijvoorbeeld na een natte scrubber, moet altijd een isokinetische bemonstering worden toegepast en moet er een rastermeting worden uitgevoerd. Bij afwezigheid van druppels mag de bemonstering van gasvormig NH₃ niet-isokinetisch met een sonde zonder nozzle worden uitgevoerd waarbij een constant aanzuigdebiet wordt ingesteld.

Een schema voor selectie van de bemonsteringsmethode en -apparatuur is weergegeven in figuur 2. Indien bijvoorbeeld gasvormig ammoniak gemeten dient te worden bij aanwezigheid van druppels en stof - dat vaste ammoniumzouten kan bevatten - in het afgas, dan moet steeds met een verwarmde sonde en een verwarmde deeltjesfilter buiten het afgaskanaal ('out-stack') isokinetisch bemonsterd worden waarbij in deze LUC-methode aanvullend aan de norm een gecontroleerde temperatuur van 105°C voorgeschreven wordt. Bij deze temperatuur wordt condensatie of nat worden van de filter vermeden, terwijl de verdamping van ammoniumzouten minimaal is. Bij toename van de temperatuur van het filterhuis tot 160°C worden NH₄Cl en NH₄NO₃ in belangrijke mate van de filter vervluchtigd.

Bij afwezigheid van druppels in het afgas mag een niet-isokinetische bemonstering voor de bepaling van gasvormig ammoniak uitgevoerd worden en heeft het gebruik van een deeltjesfilter in het afgaskanaal ('in-stack') de voorkeur omdat dit geen aparte verwarming vereist. Alternatief kan met out-stack filter op 105°C bemonsterd worden.

In het bemonsteringsschema van Figuur 2 zijn onder bepaalde omstandigheden enkele vereenvoudigingen ten opzichte van de norm NBN EN 21877 toegelaten. Bij afwezigheid van stof kan zonder filter worden gewerkt en bij niet gesplitste gasstromen eventueel ook een niet verwarmde sonde worden gebruikt die na de bemonstering wordt uitgespoeld.

3.1 VOORBEREIDING

- Reinig de sonde en de filterhouder vóór elke reeks metingen en installeer een nieuwe filter (indien van toepassing).
- Gebruik een zuivere en droge aanzuigleiding en wasflessen (of spoel de wasflessen vóór elke bemonstering zorgvuldig met absorptievloeistof (0,1 N H₂SO₄)). Vul de wasflessen daarna met het vereiste volume absorptievloeistof; 2 wasflessen worden na mekaar geplaatst. Bij bemonstering van hete rookgassen met een hoog watergehalte kan de temperatuur van de absorptievloeistof in de wasflessen oplopen en is koeling aangewezen.

3.2 CONTROLES

- Controleer de gassnelheden in de monsternamespunten en bereken de bemonsteringsparameters die in elk punt moeten ingesteld worden (debiet, bemonsteringsduur, ...) indien een isokinetische monsterneming vereist is.
- Controleer de bemonsteringstrein vóór elke bemonstering op lektheid (voorwaarden zie procedure 'Essentiële kwaliteitvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005)).
- Voor elke meetreeks en tenminste 1 keer per dag moet een blanco van de uitrusting genomen worden (zie 8).
- Installeer de sonde in het gaskanaal en conditioneer het bemonsteringssysteem gedurende minstens 10 minuten, zodat de gehele bemonsteringstrein op de werkingscondities komt te staan en controleer de goede werking van de sonde.

3.3 BEMONSTERING

Als de bemonsteringsopstelling van Figuur 1 gebruikt wordt, geldt volgende procedure:

- Verwarm de sonde en het filterhuis voor.
- Registreer de gastellerstanden.
- Start de pompen en stel de vereiste aanzuigdebieten in; zie 4.1.5 voor het aanzuigdebiet van de bemonsteringstrein voor ammoniak. De nodige aandacht moet besteed worden om te vermijden dat de inhoud van de wasflessen teruggezogen wordt ten gevolge van een onderdruk in het gaskanaal of ten gevolge van drukvariaties in de monsternemingslijn bij het opstarten van de pompen (zie 8).
- Controleer de aanzuigdebieten regelmatig en regel deze indien nodig bij. Registreer de druk, temperatuur, debieten en gastellerstanden. Als de bemonstering op verschillende punten uitgevoerd moet worden, verplaats de monsternamesonde dan van punt tot punt zonder de pompen te stoppen en stel de bemonsteringsparameters in afhankelijk van een isokinetische bemonstering (debieten regelen) of een niet-isokinetische bemonstering (debieten of bemonsteringsduur); bij verandering van de meetopening, moet de pomp worden uitgeschakeld.
- Aan het eind van de bemonstering wordt de hoofdpomp eerst gestopt, daarna de secundaire pomp. Registreer de gastellerstanden opnieuw. Haal de sonde uit het gaskanaal.

- Koppel de wasflessen met aanzuigleiding los van de sonde; zie 4.1.1 voor het eventueel spoelen van niet verwarmde delen.
- Sluit de wasflessen af en giet de inhoud ervan later onder zuivere omstandigheden over in recipiënten voor analyse in het laboratorium. Spoel de wasflessen na het overbrengen van de absorptievloeistof nog goed na met absorptievloeistof en voeg dit spoelsel eveneens bij de absorptievloeistof. Bepaal de totale hoeveelheid absorptievloeistof (volumetrisch of gravimetrisch minstens tot op 1 g of 1 ml nauwkeurig).

Het te bemonsteren gasvolume en de bemonsteringsduur worden bepaald door de verwachte NH₃-concentratie en de detectielimiet van de analysemethode en door de vereiste uitmiddelingsperiode. Indien een rastermeting vereist is, dan zal de bemonsteringsduur in overeenstemming zijn met de EN 15259. In elk geval dient de bemonsteringsduur minimaal 30 minuten te bedragen.

3.4 ANDERE TE REGISTREREN PARAMETERS

Afhankelijk van het doel van het testprogramma, kan het noodzakelijk zijn om andere parameters te meten gedurende de bemonsteringsperiode:

- Snelheden en temperatuur van de geëmitteerde gassen, samen met een continue meting van deze parameters op een referentiepunt indien het debiet niet constant is.
- Watergehalte omdat dit vaak nodig is om de NH₃-concentratie onder standaardomstandigheden uit te drukken.
- De CO₂- of O₂-concentratie.

3.5 COMBINATIE MET STOF

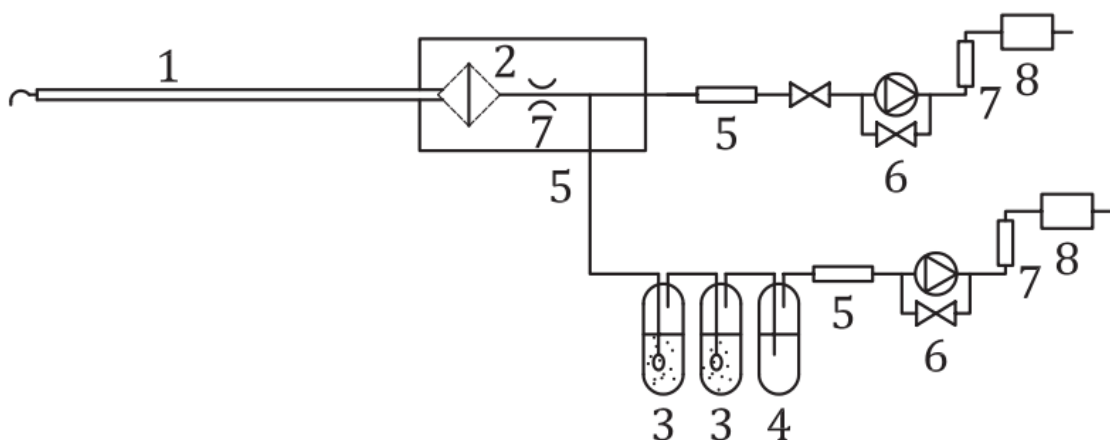
Er zijn twee mogelijkheden voor combinatie van de NH₃-meting met stof:

- Indien enkel gasvormig NH₃ bepaald dient te worden: bij afwezigheid van druppels verwarming van de filter tijdens de meting bij voorkeur in de schoorsteen ('in-stack') of alternatief buiten de schoorsteen ('out-stack') op 105°C; bij aanwezigheid van druppels en ammoniumstof out-stack op 105°C; in beide gevallen met een naconditionering van de filter op 160°C of andere conventionele temperatuur (desgevallend bij massaverlies door vervluchtiging van ammoniumzouten) conform de EN 13284-1; de filter moet in dit geval niet geanalyseerd worden en wordt enkel nagewogen voor stof.
- Meting van totaal NH₃+NH₄⁺: verwarming van de filter tijdens de meting en bij naconditionering op 160°C of andere conventionele temperatuur (desgevallend bij massaverlies door vervluchtiging van ammoniumzouten). De filtertemperatuur moet minimaal gelijk zijn aan de temperatuur tijdens een eventuele naconditionering van de filter. Na de meting wordt eerst een na-weging van de filter uitgevoerd. Daarna wordt de filter met water gedesorbeerd en wordt deze vloeistof zoals de absorptievloeistof(fen) uit de impingers op ammonium geanalyseerd. In de uitgevoerde validatiestudie (Swaans et al., 2007) werden de kwartsvezel vlakfilters (Munktell MK360 diameter 50 mm) één keer met 20 ml gedesorbeerd. Na bezinking van de filterfragmenten in de vial, werd de bovenstaande vloeistoffase voor analyse gebruikt.
- De 'andere conventionele temperatuur' waarvan hierboven sprake kan opgelegd zijn als bijzondere voorwaarde in de omgevingsvergunning.

4 UITRUSTING

4.1 BEMONSTERINGSAPPARATUUR VOOR ISOKINETISCHE BEMONSTERING

Figuur 1 geeft een voorbeeld van de bemonsteringsapparatuur voor de isokinetische bemonstering van ammoniak met zijstroom conform de norm NBN EN ISO 21877. De isokinetische bemonstering vereist dikwijls aanzuigdebieten die hoger zijn dan toegelaten voor de wasflessen die bij de NH₃-bemonstering gebruikt worden. Daarom wordt bij deze opstelling na de filter slechts een deel van de gassen doorheen de wasflessen gezogen via een secundaire bemonsteringslijn. In zowel de hoofdlijn als de secundaire bemonsteringslijn is een gasmeter en pomp opgenomen. Een bemonsteringssysteem zonder zijstroom kan eveneens toegepast worden voor de isokinetische bemonstering indien voldaan is aan de vereisten voor de absorptie-efficiëntie.



- | | |
|------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| 1 verwarmde sonde met nozzle | 5 droogtoren
(enkel voor een droge gasvolumemeter) |
| 2 verwarmde deeltjesfilter | 6 pomp |
| 3 wasflessen/impingers gevuld met 0,1 N H ₂ SO ₄ | 7 debietmeter na de filter of voor de
gasvolumemeter |
| 4 veiligheidswasfles (optioneel) | 8 gasvolumemeter |

Figuur 1: Isokinetische bemonsteringsuitrusting met zijstroom (bron: NBN EN ISO 21877)

4.1.1 SONDE

De bemonsteringssonde is een buis met een inlaat van titanium, kwartsglas, borosilicaatglas of PTFE die verwarmd wordt:

- bij aanwezigheid van druppels in het afgas, op 105°C voor de bepaling van enkel gasvormig ammoniak in aanwezigheid van ammoniumstof;
- indien totaal ammoniak gemeten wordt en een naconditionering vereist is: op een temperatuur die minimum gelijk is aan de temperatuur tijdens naconditionering van de filter.

Indien de totaalmeting van NH₃+NH₄⁺ niet met een andere parameter gecombineerd wordt, dan is gebruik van een niet verwarmde sonde toegelaten. De sonde dient in dat geval na de bemonstering

gespoeld te worden. Dit kan enkel toegepast worden indien met niet gesplitste gasstromen gewerkt wordt.

Koude punten tussen filterhuis en wasflessen moeten vermeden worden aangezien hierin ammoniak door condensatie kan achterblijven. Indien de leiding naar de wasflessen niet verwarmde delen bevat, dan dient die na de bemonstering gespoeld te worden en moet dit spoelsel mee geanalyseerd en verrekend worden. Bij gebruik van een opstelling met zijstroom dient alles voor het T-stuk en het T-stuk steeds verwarmd te worden om condensatie te vermijden. In de EN 15259 zijn meer details betreffende de isokinetische bemonstering opgenomen.

4.1.2 FILTER EN FILTERHOUDER

Als filter moet een kwartsvezel vlakfilter toegepast worden. Indien alleen totaal $\text{NH}_3+\text{NH}_4^+$ (zonder combinatie met stof) gemeten wordt, dan kan de filter eventueel weggelaten worden. Bij gasstromen met hoge stofgehaltenes, is gebruik van hulsfilters aangewezen.

Filter en filterhuis moeten temperatuurgecontroleerd zijn:

- bij aanwezigheid van druppels in het afgas op 105°C voor de bepaling van gasvormig ammoniak alleen in aanwezigheid van ammoniumstof;
- op een temperatuur die minimum gelijk is aan de temperatuur tijdens een eventuele naconditionering van de filter indien totaal $\text{NH}_3+\text{NH}_4^+$ gemeten wordt.

4.1.3 TE GEBRUIKEN MATERIALEN

Alle delen van de uitrusting vóór de wasflessen die in contact komen met de gassen, met inbegrip van de nozzle, dichtingen en flexibele verbindingstukken moeten tegen corrosie en hoge temperatuur bestand zijn. Het materiaal van de uitrusting mag geen NH_3 of andere in het gas te bepalen componenten adsorberen of ermee reageren.

Kwartsglas, borosilicaatglas en titanium zijn geschikt, PTFE (polytetrafluoreen) mag ook gebruikt worden bijvoorbeeld voor dichtingen of flexibele verbindingstukken.

De vereisten voor het materiaal zijn minder streng voor de delen van het bemonsteringssysteem na de wasflessen (pompen, gasmeter), maar ook hier wordt materiaal aanbevolen dat bestand is tegen corrosie.

Door een T-stuk na de filter te plaatsen kunnen lagere gasdebieten in de aftakking naar de wasflessen voor NH_3 ingesteld worden. Het gasdebiet in de hoofdstroom dat afhankelijk is van de isokinetische instelling, ligt gewoonlijk hoger. Het bemonsteringssysteem moet zodanig ontwikkeld worden dat er geen condensatie tussen de filter en het T-stuk kan optreden. Dit kan verwezenlijkt worden door deze delen in dezelfde behuizing te verwarmen.

4.1.4 EENHEID MET POMP EN GASMETER

De eenheid met pomp en gasmeter in de hoofdstroom moet een regeling/kraan en debietsmeter hebben om te kunnen voldoen aan de isokinetische criteria. De eenheid met pomp en gasmeter in de NH_3 -bemonsteringslijn moet instelbaar zijn op het vereiste aanzuigdebiet (zie onder 4.1.5 voor het debiet tijdens validatie ingesteld door het referentielaboratorium). Vóór de pompen wordt een

toestel om water te verwijderen geplaatst, een condensor of droger bijvoorbeeld. De pomp zelf moet lekdicht zijn.

De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter en van de temperatuur- en drukmeting ter hoogte van de gasmeter is opgenomen in procedure LUC/0/005.

4.1.5 WASFLESSEN/IMPINGERS

In de door VITO uitgevoerde validatiestudie (Swaans et al, 2007) werd gebruik gemaakt van 2 impingers uit borosilicaatglas in serie elk met een volume van 250 ml per impinger. Een schets van de impingers is in het validatieverslag opgenomen. Beide impingers werden met ongeveer 100 ml absorptievloeistof gevuld. Bij de hoogst gegenereerde concentratie van $\approx 5000 \text{ mg NH}_3/\text{Nm}^3$ werden drie impingers in serie geplaatst en werd de laatste impinger afzonderlijk geanalyseerd om eventuele doorbraak te controleren. In de derde impinger werd maximum 0,08% van de totaal bemonsterde hoeveelheid ammoniak gemeten. Tot een NH_3 -concentratie van 5000 mg/m^3 is gebruik van twee impingers dus voldoende bij het geteste aanzuigdebiet van 5 l/min en een gebruikte hoeveelheid absorptievloeistof in de eerste 2 impingers na spoelen van $\approx 300 \text{ ml}$.

De norm NBN EN ISO 21877 laat zowel het gebruik toe van wasflessen met frit (frit porositeit D1 of fijner) voor laag debiet als impingers voor hoog debiet. De absorptie-efficiëntie moet gecontroleerd worden door twee of meer wasflessen/impingers na mekaar te plaatsen en de laatste wasfles/impinger na de monsterneming afzonderlijk te analyseren. De absorptie-efficiëntie moet tenminste 95% bedragen. Indien het criterium voor de absorptie-efficiëntie in de eerste wasfles/impinger niet gehaald kan worden bij zeer lage concentraties, dan dient de concentratie in de tweede wasfles/impinger beneden de bepalinglimiet te liggen.

Bij bemonstering van hete rookgassen met een hoog watergehalte kan de temperatuur van de absorptievloeistof in de wasflessen/impingers oplopen en is koeling aangewezen.

Bij gebruik van wasflessen met frit in aanwezigheid van stof mag de filter nooit weggelaten worden omwille van verstoppingsgevaar.

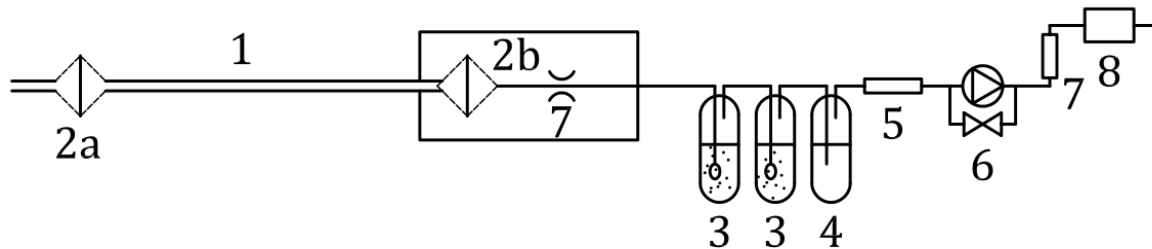
4.1.6 BAROMETER

De atmosferedruk moet gekend zijn om het aangezogen gasvolume om te rekenen naar normaalomstandigheden. Indien de gasmeter het laatste onderdeel van de bemonsteringsopstelling is, dan kan de druk ten opzichte van de atmosferedruk verwaarloosd worden en de absolute druk in de gasmeter aan de atmosferedruk gelijkgesteld worden. De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de drukmeting ter hoogte van de gasmeter is opgenomen in procedure LUC/0/005.

4.2 BEMONSTERINGSAPPARATUUR VOOR NIET-ISOKINETISCHE BEMONSTERING

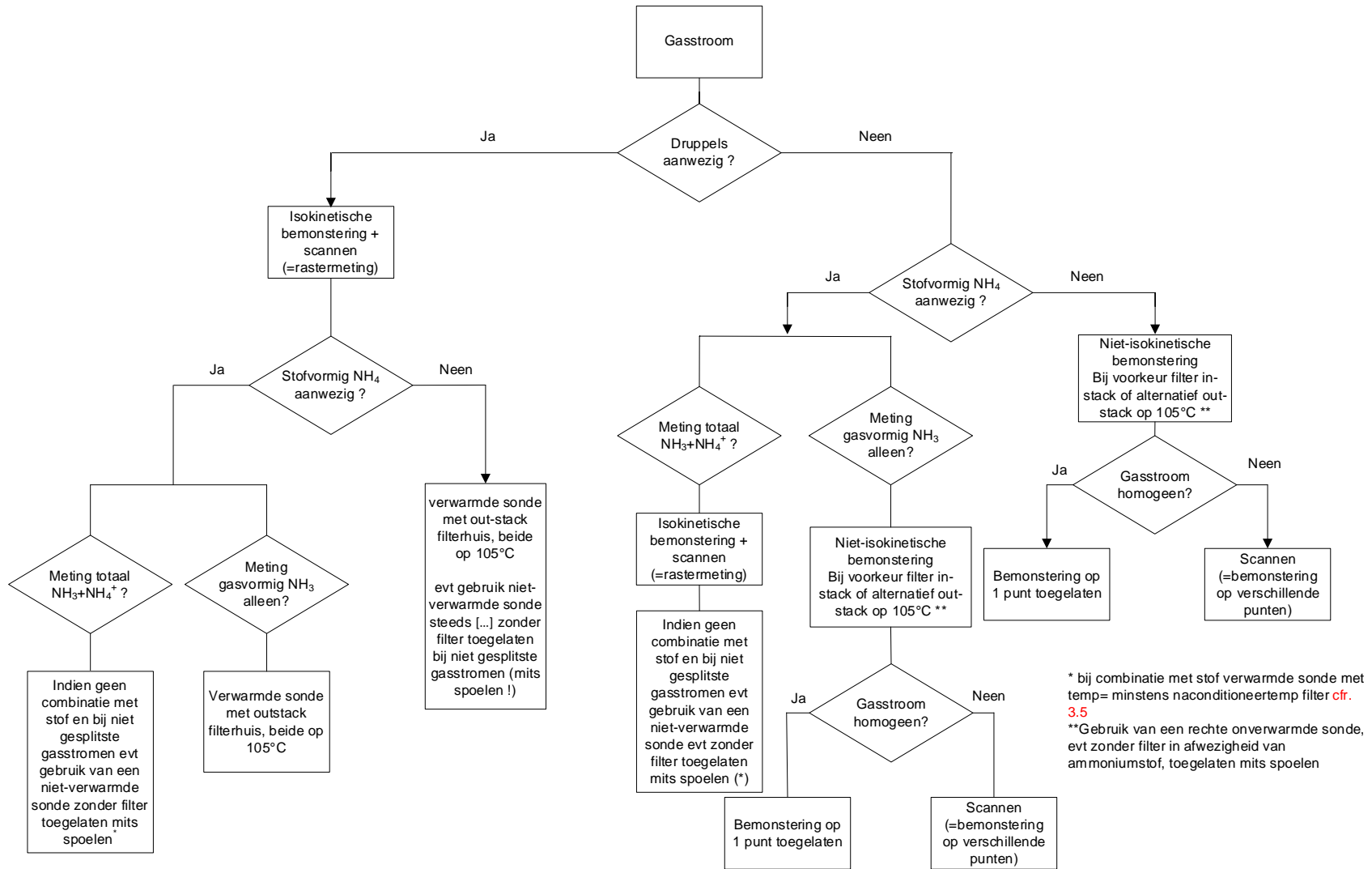
Als de te bemonsteren gasstroom geen druppels en geen ammoniumstof bevat of indien enkel gasvormig NH₃ gemeten moet worden in een gasstroom zonder druppels maar met ammoniumstof, dan mag een niet-isokinetische bemonstering worden uitgevoerd.

Figuur 2 geeft een voorbeeld van een niet-isokinetisch bemonsteringssysteem volgens de norm NBN EN ISO 21877. De monsterneming mag alternatief uitgevoerd worden met een rechte onverwarmde sonde zonder nozzle mits spoelen.



- | | | | |
|----|----------------------------------------------------------------------|---|-------------------------------------------------------|
| 1 | verwarmde sonde | 5 | droogtoren
(enkel voor een droge gasvolumemeter) |
| 2a | in-stack deeltjesfilter | 6 | pomp |
| 2b | verwarmde deeltjesfilter | 7 | debietmeter na de filter of voor de
gasvolumemeter |
| 3 | wasflessen/impingers gevuld met 0,1 N H ₂ SO ₄ | 8 | gasvolumemeter |
| 4 | veiligheidswasfles (optioneel) | | |

Figuur 2: Niet-isokinetische bemonsteringsuitrusting (bron: NBN EN ISO 21877)



Figuur 3: Schema voor selectie van bemonsteringsmethode en -apparatuur

5 REAGENTIA

5.1 ABSORPTIEVLOEISTOF

Als absorptievloeistof wordt 0,1 N H₂SO₄ (analytische kwaliteit) voorgeschreven. Voeg al roerend langzaam 2,8 ml 96% zwavelzuur geconcentreerd toe aan een 1 l-maatkolf gevuld met ongeveer 900 ml water en leng vervolgens met water aan tot 1 liter. Alternatief kunnen eveneens geconcentreerde volumetrische oplossingen in ampoulevorm voor de bereiding van de absorptievloeistof 0,1 N H₂SO₄ door verdunning gebruikt worden. Bij hoge ammoniakconcentraties kan de concentratie verhoogd worden om aan de minimum absorptie-efficiëntie te voldoen.

In een validatie-onderzoek (Swaans et al, 2007) werd in het geteste gebied, dit wil zeggen tot een ammoniakconcentratie van 50 mg/Nm³, geen significant verschil vastgesteld tussen de gemiddelde terugvindingen ten opzichte van de gegenereerde ammoniakconcentratie bij gebruik van 0,1 of 0,01 N H₂SO₄ als absorptievloeistof. Tot een ammoniakconcentratie van 50 mg/Nm³ kan dus eveneens 0,01 N H₂SO₄ als absorptievloeistof gebruikt worden.

5.2 WATER

Voor de bereiding van de absorptievloeistof moet gedeïoniseerd ammoniumvrij water gebruikt worden.

6 ANALYSEPROCEDURE

Volgende methoden voor analyse van ammonium of ammonium-stikstof in de absorptie-oplossing kunnen toegepast worden:

- fotometrische bepaling van ammonium volgens WAC/III/E/020/ISO 7150
- bepaling van ammonium met ionchromatografie (EPA CTM-027, ISO 14911)
- bepaling van ammonium-stikstof met doorstroomanalyse (CFA en FIA) en spectrofotometrische detectie (WAC/III/E/021, ISO 11732)
- bepaling van ammonium met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie (WAC/III/C/002, ISO/DIS 15923-1)

De kalibratiestandaarden bij de analyse moeten steeds worden aangemaakt in eenzelfde medium als waarin de stalen gemeten worden, tenzij kan aangetoond worden dat het medium geen invloed heeft. In ieder geval dient bij iedere analysereeks steeds een controlestandaard in het medium van de stalen meegenomen te worden.

Bij toepassing van een discreet analysesysteem, dient per meetplaats minstens éénmalig en bij elke belangrijke proceswijziging aangetoond te worden dat er geen matrixinterferentie is door:

- analyse van het staal met minimum 1 dopering waarvan de bias t.o.v. de theoretische waarde max. 10% mag bedragen;
- het uitvoeren van minstens 2 verdunningen van hetzelfde monster waarvan de verdunningsfactor minstens een factor 2 verschilt, resulterend in 2 meetresultaten binnen het meetgebied die max. 10% van elkaar verschillen.

Het meetbereik van een meetmethode voor lucht moet volgens Vlarem II een gebied bestrijken van 0,1 tot 3 keer de emissiegrenswaarde (art. 4.4.4.2). Op basis van de detectielimiet van de

analysemethode, de hoeveelheid absorptievloeistof en het aangezogen gasvolume moet in functie van de geldende emissiegrenswaarde gecontroleerd worden of de ondergrens gehaald kan worden.

[...]

7 BEREKENINGEN

7.1 AANGEZOGEN GASVOLUME ONDER NORMAALOMSTANDIGHEDEN

Droge gasmeter met voorafgaande droging van de gasstroom over een silicagelpatroon

$$V_n = V_{T,p} \cdot \frac{273,15}{T} \cdot \frac{p}{1013,25}$$

met V_n : volume onder normaalcondities ($p_n = 1013,25$ mbar, $T_n = 273,15$ K) in Nm^3 , droog
 $V_{T,p}$: volume onder actuele condities van temperatuur en druk in de gasmeter in m^3 , droog
 T : temperatuur in de gasmeter in K
 p : druk in de gasmeter, in mbar (=atmosfeerdruk in de opstelling van Figuur 1)

7.2 NH₃-CONCENTRATIE IN DE GASSTROOM

7.2.1 GASVORMIG NH₃ EVENTUEEL SAMEN MET TOTAAL NH₃+NH₄⁺ IN BEIDE FASEN

De berekening van de concentratie aan gasvormig ammoniak binnen een wettelijk kader wordt gegeven door:

$$C_{\text{NH}_3(\text{gas})} = \frac{C(\text{impingers}) \times a \times \frac{17}{18}}{Vn}$$

met:
 $C_{\text{NH}_3(\text{gas})}$: de concentratie aan gasvormig ammoniak in de gasstroom bij normaaldruk en -temperatuur (resp. 1013,25 mbar en 273,15 K), in mg per Nm^3 (droog)
 $C_{(\text{impingers})}$: de gemeten NH_4^+ -concentratie in de absorptieoplossing uit de impingers (of wasflessen met frit) in mg/ml bij de filtertemperatuur tijdens de bemonstering (afhankelijk van de situatie (zie Figuur 3) kan dit de afgastemperatuur zijn of een out-stack temperatuur van 105°C.
 a : het totale volume van de absorptievloeistof in ml

Indien men naast bovenstaande concentratie aan gasvormig NH₃ eveneens de totale hoeveelheid NH₃+NH₄⁺ in gasfase + deeltjes wil kennen, dan wordt de filter gedesorbeerd en eveneens op ammonium geanalyseerd:

$$C_{\text{NH}_3}(\text{stof}) = \frac{C(\text{filter}) \times b \times \frac{17}{18}}{V_n}$$

- $C_{\text{NH}_3(\text{stof})}$: de concentratie ammonium in de deeltjesfase, uitgedrukt als NH₃ bij normaaldruk en temperatuur (resp. 1013,25 mbar en 273,15 K), in mg per m³ (droog)
- $C_{(\text{filter})}$: de NH₄⁺-concentratie in de desorptieoplossing van de filter in mg/ml bij een filtertemperatuur tijdens bemonstering (afhankelijk van de situatie (zie Figuur 3) kan dit de afgastemperatuur zijn of een out-stack temperatuur van 105°C.
- b: volume vloeistof in ml voor desorptie van de filter
- V_n : het aangezogen gasvolume, in Nm³ (droog)

7.2.2 TOTAAL NH₃+NH₄⁺ IN BEIDE FASEN (ZONDER NOODZAAK TOT TOETSING VAN ENKEL GASVORMIG NH₃ BINNEN EEN WETTELIJK KADER)

$$C(\text{NH}_3 + \text{NH}_4^+) \text{ totaal, uitgedrukt als NH}_3 = \frac{C(\text{impingers}) \times a \times \frac{17}{18}}{V_n} + \frac{C(\text{filter}) \times b \times \frac{17}{18}}{V_n}$$

Met:

- $C(\text{NH}_3+\text{NH}_4^+)$ totaal, uitgedrukt als NH₃: de totale concentratie NH₃+NH₄⁺ in beide fasen (gas+deeltjes) in de gasstroom bij normaaldruk en -temperatuur (resp. 1013,25 mbar en 273,15 K), uitgedrukt als mg NH₃ per Nm³ (droog)
- $C_{(\text{impingers})}$: de gemeten NH₄⁺-concentratie in de absorptieoplossing uit de impingers (of wasflessen met frit) in mg/ml; afhankelijk van de filtertemperatuur tijdens de bemonstering (bv. niet-verwarmde bemonstering of bv. 160°C bij combinatie met stofmeting) zal gasvormig ammoniak + vluchtig NH₄⁺ (bv. zouten die bij de filtertemperatuur afdampen) in de impingers bemonsterd worden
- a: het totale volume van de absorptievloeistof in ml
- $C_{(\text{filter})}$: de gemeten NH₄⁺-concentratie in de desorptieoplossing van de filter in mg/ml; afhankelijk van de temperatuur tijdens de bemonstering zal de vluchtige fractie van de filter verdwenen zijn
- b: volume vloeistof in ml voor desorptie van de filter
- V_n : het aangezogen gasvolume, in Nm³ (droog)

7.2.3 CONCENTRATIE GASVORMIG NH₃ OF TOTAAL NH₃+NH₄⁺ BIJ EEN REFERENTIE-ZUURSTOFGEHALTE

Indien de concentratie gasvormig NH₃ of de totale concentratie NH₃+NH₄⁺ moet uitgedrukt worden bij een referentie-zuurstofgehalte om te corrigeren voor verdunning dan moet de resp. concentratie vermenigvuldigd worden met de factor:

$$\frac{21 - O_2 \text{ ref}}{21 - O_2 \text{ gemeten}}$$

(belangrijke opmerking: indien de kalibratie van de zuurstofmonitor op 20,95% wordt uitgevoerd, dan moet in bovenstaande formule ook met 20,95% in plaats van 21% zuurstof gerekend worden)

met O_{2ref} : het zuurstofpercentage bij de referentiecondities voor het droog gas
 $O_{2gemeten}$: het gemeten zuurstofpercentage in het droog gas

8 AANDACHTSPUNTEN

De meeste kritische punten werden reeds in voorgaande tekst aangehaald, maar worden hier nog eens samengevat:

- Indien enkel gasvormig ammoniak bepaald moet worden, dan is de norm NBN EN ISO 21877 van toepassing. Bij een niet isokinetische monsterneming wordt bij voorkeur met filter in het afgaskanaal gemeten of alternatief met verwarmde filter op 105°C buiten het afgaskanaal; bij een isokinetische bemonstering bij aanwezigheid van druppels en stofvormig ammonium in de schoorsteen moet een verwarmde sonde met filter buiten het afgaskanaal gebruikt worden. Aanvullend aan de norm wordt in dat geval per definitie de filtertemperatuur 105°C gekozen. Bij deze temperatuur wordt condensatie of nat worden van de filter vermeden, terwijl de verdamping van ammoniumzouten minimaal is.
- Tijdens de bemonstering moet een meting en registratie van de temperatuur aan de filter uitgevoerd worden. De temperatuur moet in het rapport vermeld worden.
- Bij aanwezigheid van druppeltjes is altijd een isokinetische bemonstering en een rastermeting vereist.
- Bij afwezigheid van ammoniumstof kan bij een meting met een opstelling zonder zijstroom een niet-verwarmde sonde zonder filter worden gebruikt die na de monsterneming gespoeld wordt.
- Bij gebruik van wasflessen met frit in aanwezigheid van stof mag de filter nooit weggelaten worden omwille van verstoppingsgevaar.
- Koude punten tussen het filterhuis en de wasflessen/impingers moeten vermeden worden. Delen tussen de filter en de wasflessen/impingers die niet verwarmd zijn, moeten na de bemonstering gespoeld worden en deze spoelvloeistof moet dan mee geanalyseerd worden. Bij gebruik van een opstelling met zijstroom dient alles voor het T-stuk en het T-stuk steeds verwarmd te worden om condensatie te vermijden.
- Als er onderdruk in het gaskanaal aanwezig is of drukvariaties in de monsternamelijs bij het opstarten van de pompen, moet vermeden worden dat de inhoud van de impingers teruggezogen wordt; indien met gesplitste gasstromen gewerkt wordt, dan wordt bij het opstarten eerst de pomp in de secundaire NH₃-bemonsteringslijn aangeschakeld en pas daarna de hoofdpomp (hoger aanzuigdebiet). Op het einde van de bemonstering wordt de hoofdpomp eerst gestopt, daarna de pomp in de secundaire lijn voor de NH₃-bemonstering.
- De voorwaarden waarbij de gasvormige componenten in niet-verzadigde gasstromen op 1 punt gemeten mogen worden, zijn in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005) opgenomen. Indien hieraan niet voldaan is, dan moet een rastermeting volgens EN 15259 worden uitgevoerd.
- Een veldblanco moet steeds genomen, geanalyseerd en gerapporteerd worden. Dit dient te gebeuren volgens de procedure die in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten bij emissiemetingen' (LUC/0/005) is vastgelegd. De concentratie in de blanco moet kleiner zijn dan 10% van de EGW.

- De voorwaarden voor uitvoering van de lekttest staan beschreven in de procedure ‘Essentiële kwaliteitsvereisten bij emissiemetingen’ (LUC/0/005).
- De efficiëntie van de wasflessen/impingers moet minstens bij de gekozen bemonsteringsuitrusting en bemonsteringscondities (aanzuigdebiet, tijd) bepaald worden door afzonderlijke analyse van de absorptie-oplossing uit de laatste wasfles. Het gasdebiet, vulling met vloeistof, de vorm en diameter van de tip, en afstand tot de bodem zijn kritische parameters. De absorptie-efficiëntie moet tenminste 95% bedragen. Indien het criterium voor de absorptie-efficiëntie in de eerste wasfles niet gehaald kan worden bij zeer lage concentraties, dan dient de concentratie in de tweede wasfles beneden de bepalingslimiet te liggen.
- De stalen moeten bewaard worden bij een temperatuur lager dan 5°C en de analyse moet zo snel mogelijk uitgevoerd worden om degradatie in het staal door biologische activiteit te vermijden.
- De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter en van de temperatuur- en drukmeting ter hoogte van de gasmeter is opgenomen in procedure LUC/0/005.

9 VALIDATIE

In het algemeen moet een meetmethode in het kader van VlareM toepasbaar zijn tussen 0,1 keer en 3 keer de emissiegrenswaarde. Voor normmethodes moeten volgende parameters gevalideerd worden:

- (Intra-) reproduceerbaarheid;
- Juistheid, bijvoorbeeld uit ringtestgegevens;
- Werkgebied;
- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens ;
- Meetonzekerheid;

Indien mogelijk dienen deze prestatiekenmerken gevalideerd te worden voor de combinatie van bemonstering en aansluitende analyse. Indien niet mogelijk dient de validatie minimaal op de analysemethode uitgevoerd te worden en dit conform de procedure WAC/VI/A/001. In deze procedure zijn eveneens definities voor de verschillende prestatiekenmerken opgenomen.

De bepalingslimiet van de meetmethode dient minimaal overeen te komen met een tiende van de emissiegrenswaarde. Indien een sectorale emissiegrenswaarde van 10 mg NH₃/Nm³ van toepassing is, moet de gebruiker kunnen aantonen dat de bepalingsgrens 1 mg/Nm³ of lager is. Een bepalingsgrens van 1 mg NH₃/Nm³ in de gasfase, komt overeen met een bepalingsgrens beneden 0,5 mg/l in de onverdunde absorptievloeistof, in de veronderstelling van een staalvolume van 150 liter en een finaal vloeistofvolume van 300 ml of meer.

10 PERFORMANTIECRITERIA EN MEETONZEKERHEID

In de NBN EN ISO 21877 zijn performantiecriteriën voor het monsternemingsstelsel en voor de analyse opgenomen waaraan voldaan dient te worden.

Elk erkend laboratorium dient voor de bepaling van NH₃ in een gaskanaal te beschikken over een evaluatie van de meetonzekerheid waarbij rekening moet gehouden worden met de bijdragen van de bemonstering enerzijds en van de analyse anderzijds. De meetonzekerheid kan berekend worden volgens de "Guide to the expression of uncertainty of measurement" of kortweg GUM of via de alternatieve "top-down" methode die in procedure WAC/VI/A/002 beschreven wordt. De relatieve uitgebreide meetonzekerheid voor deze methode bedraagt maximum 20% van de toepasselijke beoordelingsnorm (bijvoorbeeld de dagelijkse emissiegrenswaarde) of maximum 20% van de laagste grenswaarde die door de autoriteiten aan de installatie is opgelegd. Deze onzekerheid wordt berekend op droge basis en vóór omrekening naar een zuurstofreferentieconcentratie.

De meetonzekerheid dient rond de emissiegrenswaarde te worden bepaald maar een berekening ervan moet kunnen worden uitgevoerd bij elke gemeten concentratie.

Een voorbeeld voor de berekening van de meetonzekerheid is opgenomen onder Annex E van de norm NBN EN ISO 21877.

Experimenteel vastgestelde meetonzekerheid vanuit het validatie-onderzoek van 2007

In 2007 werd een uitgebreide validatie van de natchemische monsterneming van gasvormig NH₃ uitgevoerd (Swaans et al, 2007). Uit deze validatietesten werd voor alle geteste concentratieniveaus een uitgebreide meetonzekerheid volgens de bias+2s methode berekend. De resultaten zijn in tabel 2 weergegeven.

Gemiddeld wordt volgens deze methode een uitgebreide meetonzekerheid van 8,1% bekomen.

Tabel 2 : Meetonzekerheid op de bepaling van NH₃ in een gasstroom volgende de bias+2s-methode

Gegenereerde NH ₃ -concentratie mg/Nm ³	% recovery tov aanmaak	% bias= 100-% recovery	% rsd	Meetonzekerheid= Abs(bias) (%) + 2rsd (%)
0,52	97,2	-2,8	3,8	10,4
47,0	93,3	-6,7	1,9	10,5
47,0	98,0	-2,0	4,3	10,6
48,1	100	0	1,8	3,6
48,1	98,7	-1,3	5,1	11,5
48,1	97,4	-2,6	2,3	7,2
48,1	98,9	-1,1	2,7	6,5
49,8	99,4	-0,6	1,9	4,4
52,9	94,0	-6,0	1,2	8,4
15,0	100,7	+0,7	4,9	10,5
4819	99,1	-0,9	2,1	5,1
			gem	8,1

Abs= absolute waarde

Indien totaal $\text{NH}_3 + \text{NH}_4^+$ gemeten wordt, dan moet de onzekerheid op de bepaling van de hoeveelheid ammonium op de filter eveneens in rekening worden gebracht. Deze onzekerheid bestaat uit:

- Onzekerheid op de analysemethode;
- Onzekerheid op de bepaling van de hoeveelheid desorptievloeistof;
- Desorptie-efficiëntie;

11 REFERENTIES

Validatie van een meetmethode voor NH_3 in emissies

W. Swaans, R. De Fré, G. Otten, E. Damen, J. Daems, W. Aerts en N. Moonen
VITO verslag 2007/MIM/R/81, augustus 2007

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/onderzoeksrapporten>

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen (LUC/O/005)

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>

NBN EN ISO 21877: 2019

Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of ammonia – Manual method (ISO 21877:2019)

NEN 2826: 1999

Luchtkwaliteit - Uitworp door stationaire puntbronnen

Monsterneming en bepaling van het gehalte aan gasvormig ammoniak

EPA Conditional Test method CTM-027

Procedure for collection and analysis of ammonia in stationary sources

Draft 8/14/97

<http://www.epa.gov/>

ISO 7150-1:1984

Water quality – Determination of ammonium – Part 1:

Manual spectrometric method

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)

Methode WAC/III/E/020

Bepaling van ammonium stikstof door manuele spectrofotometrie

<http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-water>

ISO 11732:2005

Water quality – Determination of ammonium nitrogen –

Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)

Methode WAC/III/E/021

Bepaling van het gehalte aan ammonium stikstof met behulp van doorstroomanalyse

<http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-water>

Bepaling van ionen met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie – ammonium, chloride, nitraat, nitriet, orthofosfaat en sulfaat

WAC/III/C/002

<http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-water>

ISO 14911:1998

Water quality – Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography –Method for water and waste water

ISO/DIS 15923-1:2011

Water quality - Determination of ions by a discrete analysis system and spectrophotometric detection - Part 1: Ammonium, chloride, nitrate, nitrite, orthophosphate, silicate and sulfate

EN 1911:2010

Stationary source emissions - Determination of mass concentration of gaseous chlorides expressed as HCl - Reference method

EN 15259: 2007

Luchtkwaliteit- Meting van emissies van stationaire bronnen – Eisen voor meetvlakken en meetlocaties en voor doelstelling, meetplan en rapportage van de meting

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)

Procedure WAC/VI/A/001 Prestatiekenmerken

Procedure WAC/VI/A/002 Meetonzekerheid

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

NBN ENV 13005: 2003

Leidraad voor de bepaling en aanduiding van de meetonzekerheid

Guide to the expression of uncertainty in measurement

Bepaling van het gehalte gasvormig formaldehyde in een geleide gasstroom

INHOUD

1	Toepassingsgebied	4
2	Principe	4
3	Bemonsteringsprocedure	4
3.1	<i>Vorbereiding</i>	5
3.2	<i>Controles</i>	5
3.3	<i>Bemonstering</i>	5
3.4	<i>Andere te registreren parameters</i>	6
4	Uitrusting	6
4.1	<i>Bemonsteringsapparatuur voor isokinetische bemonstering met zijstroom</i>	6
4.1.1	Sonde	7
4.1.2	Filter en filterhouder	8
4.1.3	Te gebruiken materialen	8
4.1.4	Eenheid met pomp en gasmeter	8
4.1.5	Impingers/wasflessen	9
4.1.6	Barometer	10
4.2	<i>Bemonsteringsapparatuur voor niet-isokinetische bemonstering</i>	10
4.2.1	Sonde	10
4.2.2	Deeltjesfilter	10
4.2.3	Verbindingsstuk tussen de verwarmde deeltjesafscheider en de impingers/wasflessen	11
4.2.4	Materialen	11
5	Analyseprocedure	11
5.1	<i>Reagentia en verdunningen</i>	11
5.1.1	Pararosaniline-oplossing	11
5.1.2	Formaldehyde 37% in water, gestabiliseerd met 10-15% methanol	11
5.1.3	Bereiding reagentia voor de titratie van de formaldehyde 37% oplossing	12
5.1.4	Formaldehyde-stockoplossing	13
5.1.5	Werkoplossing voor aanmaak van de kalibratielijns	13
5.1.6	Formaldehyde-verdunningen voor bereiding van de kalibratielijns	13
5.2	<i>Bereiding kalibratielijns voor spectrofotometrie</i>	14
5.3	<i>Onafhankelijke controlestandaard</i>	14
5.4	<i>Bereiding van de stalen</i>	14
6	Berekeningen	15
6.1	<i>Aangezogen gasvolume onder normaalomstandigheden</i>	15
6.2	<i>Hoeveelheid formaldehyde in de absorptievloeistof</i>	15
6.3	<i>Formaldehyde-concentratie in de gasstroom</i>	15
7	Aandachtspunten	16

8	Interferenties	17
9	Validatie	21
9.1	<i>Juistheid en precisie</i>	21
9.2	<i>Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens</i>	23
10	Meetonzekerheid	24
11	Referenties	25

1 TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure beschrijft de methode voor bemonstering en analyse van gasvormig formaldehyde (CH_2O) in emissies en is afgeleid van de EPA-methode 316 voor formaldehyde-emissies van stationaire bronnen in de minerale wolindustrieën en wol-glasvezelindustrieën.

De methode werd voor gasvormig formaldehyde door het referentielaboratorium gevalideerd van 2 tot 60 $\text{mg}/\text{Nm}^3\text{dr}$.

2 PRINCIPE

Met behulp van een verwarmde sonde wordt vanuit het afgaskanaal een representatief staal genomen. In tegenstelling tot de EPA methode 316 waarbij gas en eventueel aanwezige deeltjes samen in de impingers/wasflessen worden bemonsterd, worden deeltjes en stof uit de bemonsterde gasstroom verwijderd door filtratie bij een gecontroleerde temperatuur (120°C). De aanwezigheid van deeltjes in de absorptievloeistof kan namelijk interfereren op de analysemethode. Daarna passeert het gas doorheen minstens twee impingers/wasflessen met ultrapuur water. Het stof dat op de filter achterblijft wordt niet geanalyseerd. Formaldehyde is bij omgevingstemperatuur een gas dat sterk oplosbaar is in water. Door de keuze van de filtertemperatuur op 120°C wordt alle formaldehyde naar de gasfase verplaatst.

Sommige vaste deeltjesvormige stoffen kunnen door verwarming bij hogere temperatuur dan 120°C of door chemische reactie formaldehyde vrijstellen. Volgens deze methode worden deze stoffen niet als een emissie van formaldehyde meegerekend.

Indien de gasstroom verzadigd is aan waterdamp of indien er waterdruppels in de gasstroom voorkomen zoals bijvoorbeeld het geval kan zijn na een natte gaswasser, dan moet isokinetisch bemonsterd worden. In het andere geval mag niet-isokinetisch bemonsterd worden.

Bij afwezigheid van stof kan zonder filter worden gewerkt. Bij niet gesplitste gasstromen kan in dat geval een niet verwarmde sonde worden gebruikt die na de bemonstering wordt uitgespoeld.

Bij aanwezigheid van SO_2 in de gasstroom kan de formaldehyde-concentratie omwille van SO_2 -interferentie bij de methode onderschat zijn. Per meetlocatie dient de SO_2 -concentratie minstens éénmalig en bij iedere proceswijziging gemeten te worden. Deze gemeten SO_2 -concentratie dient per locatie in ieder meetrapport opgenomen te worden. Bij een gemeten SO_2 -concentratie boven de bepalingsgrens van de meetmethode moet bijkomend in het meetrapport vermeld worden dat de formaldehydeconcentratie omwille van SO_2 -interferentie bij de methode onderschat kan zijn. Bij een gemeten SO_2 -concentratie lager dan de bepalingsgrens, moet de bepalingsgrens eveneens vermeld worden.

3 BEMONSTERINGSPROCEDURE

De bemonstering moet standaard op een minimum aantal punten van de meetdoorsnede worden uitgevoerd, afhankelijk van de vorm en de afmetingen van het afgaskanaal. De keuze van het aantal punten en meetduur gebeurt volgens de EN 15259. Voor gasvormige componenten is een 1-

puntsmeting in niet verzadigde gasstromen toegestaan indien voldaan is aan één de voorwaarden voor homogeniteit die gespecificeerd zijn in de procedure “Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen” (LUC/0/005). Bij aanwezigheid van druppels in de gasstroom, bijvoorbeeld na een natte scrubber, moet altijd een isokinetische bemonstering worden toegepast en moet er een rastermeting worden uitgevoerd. In het andere geval mag de bemonstering niet-isokinetisch met een rechte verwarmde sonde zonder nozzle worden uitgevoerd waarbij een constant aanzuigdebiet wordt ingesteld.

3.1 VOORBEREIDING

- Reinig de sonde en de filterhouder vóór elke reeks metingen en installeer een nieuwe filter;
- Gebruik een zuivere en droge aanzuigleiding en impingers/wasflessen (of spoel de impingers/wasflessen vóór elke bemonstering zorgvuldig met absorptievloeistof (ultrapuur water)). Vul de impingers/wasflessen daarna met het vereiste volume absorptievloeistof; tenminste minstens 2 impingers/wasflessen worden na mekaar in een ijsbad geplaatst.

3.2 CONTROLES

- Controleer de gassnelheden in de monsternamespunten en bereken de bemonsteringsparameters die in elk punt moeten ingesteld worden (debiet, bemonsteringsduur, ...) indien nodig;
- Controleer de bemonsteringstrein vóór elke bemonstering op lektheid (voorwaarden zie ook procedure ‘Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen’ (LUC/0/005);
- Voor elke meetreeks en tenminste 1 keer per dag moet een blanco van de uitrusting genomen worden (zie 7);
- Installeer de sonde in het afgaskanaal en conditioneer het bemonsteringssysteem gedurende minstens 10 minuten, zodat de gehele bemonsteringstrein op de werkingscondities komt te staan en controleer de goede werking van de sonde.

3.3 BEMONSTERING

Als de bemonsteringsopstelling van Figuur 1 gebruikt wordt, geldt volgende procedure:

- Verwarm de sonde en het filterhuis voor;
- Registreer de gasmeterstanden;
- Start de pompen en stel de vereiste aanzuigdebieten in; zie 4.1.5 voor het aanzuigdebiet van de bemonsteringstrein.

De nodige aandacht moet besteed worden om te vermijden dat de inhoud van de impingers/wasflessen terug gezogen wordt ten gevolge van een onderdruk in het gaskanaal of ten gevolge van drukvariaties in de monsternemingslijn bij het opstarten van de pompen (zie 7).

- Controleer de aanzuigdebieten regelmatig en regel deze indien nodig bij. Registreer de druk, temperatuur, debieten en gasmeterstanden. Als de bemonstering op verschillende punten uitgevoerd moet worden, verplaats de monsternamesonde dan van punt tot punt zonder de pompen te stoppen en stel de bemonsteringsparameters in afhankelijk van een isokinetische bemonstering (debieten regelen) of een niet-isokinetische bemonstering (debieten of

bemonsteringsduur); bij verandering van de meetopening moet de pomp worden uitgeschakeld;

- Aan het eind van de bemonstering wordt de hoofdpomp eerst gestopt, daarna de secundaire pomp. Registreer de gasmeterstanden opnieuw. Haal de sonde uit het afgaskanaal;
- Koppel de impingers/wasflessen met aanzuigleiding los van de sonde;
- Koppel de impingers/wasflessen met aanzuigleiding los van de sonde; indien de leiding naar de impingers/wasflessen onverwarmd is of onverwarmde delen bevat, dan moet deze met absorptievloeistof gespoeld worden en deze spoelvloeistof moet dan mee geanalyseerd worden;
- Sluit de impingers/wasflessen af en giet de inhoud ervan later onder zuivere omstandigheden over in recipiënten voor analyse in het laboratorium. Spoel de impingers/wasflessen na het overbrengen van de absorptievloeistof nog goed na met ultrapuur water en voeg dit spoelsel eveneens bij de absorptievloeistof. Bepaal de totale hoeveelheid absorptievloeistof (volumetrisch of gravimetrisch minstens tot op 1 g of 1 ml nauwkeurig);

De niet-isokinetische methode zonder aanzuigsonde werd onder laboratoriumomstandigheden getest bij een aanzuigdebiet rond 5 l/min en een bemonsteringsduur van 30 minuten (zie 9). Er werd dus telkens ongeveer 150 liter bemonsterd. Wanneer zeer lage formaldehyde-concentraties in de gasstroom verwacht worden, wordt aangeraden om de bemonsteringsduur tot 1 uur te verlengen. Naar aanleiding van de publicatie van de technische specificatie CEN/TS 17638 werden door het referentielaboratorium herhaalde validaties met eenzelfde type impinger maar bij het lager aanzuigdebiet van 2 l/min zoals opgenomen in de technische specificatie uitgevoerd.

3.4 ANDERE TE REGISTREREN PARAMETERS

Afhankelijk van het doel van het testprogramma, kan het noodzakelijk zijn om andere parameters te meten gedurende de bemonsteringsperiode:

- Snelheden en temperatuur van de geëmitteerde gassen, samen met een continue meting van deze parameters op een referentiepunt indien het debiet niet constant is.
- Watergehalte omdat dit vaak nodig is om de formaldehyde-concentratie onder standaardomstandigheden uit te drukken.
- de CO₂- of O₂-concentratie.

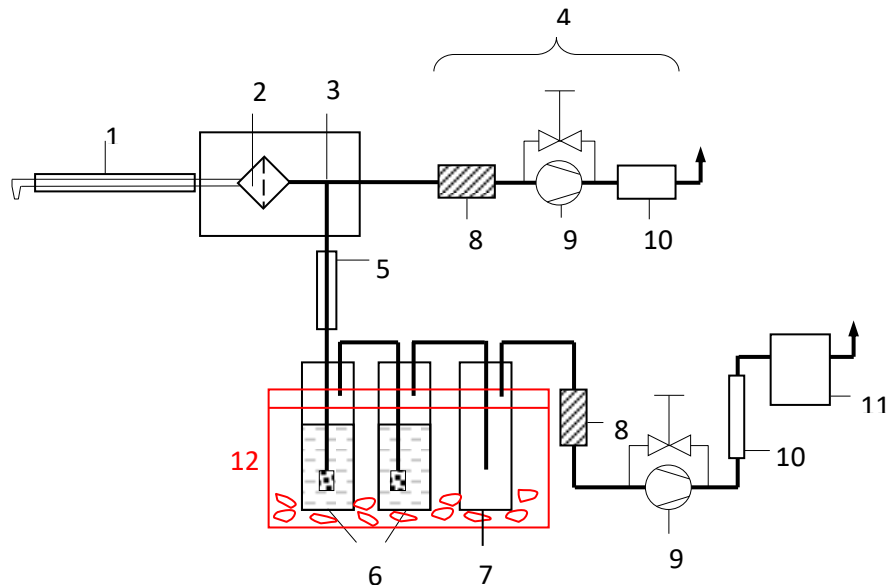
4 UITRUSTING

4.1 BEMONSTERINGSAPPARATUUR VOOR ISOKINETISCHE BEMONSTERING MET ZIJSTROOM

Figuur 1 geeft een voorbeeld van de bemonsteringsapparatuur voor de isokinetische bemonstering van formaldehyde met zijstroom. De isokinetische bemonstering ~~volgens EN 13284-1~~ vereist dikwijls aanzuigdebieten die hoger zijn dan toegelaten voor de impingers/wasflessen die bij de formaldehyde-bemonstering gebruikt worden. Daarom wordt bij deze opstelling na de filter slechts een deel van de gassen doorheen de impingers/wasflessen gezogen. Een bemonsteringssysteem zonder zijstroom kan eveneens toegepast worden voor de isokinetische bemonstering indien voldaan is aan de vereisten voor de absorptie-efficiëntie; zie 4.1.5.

De verwarmde sonde en nozzle moeten voldoen aan de vereisten van de EN 13284-1, maar aangezien deze delen dikwijls uit borosilicaatglas vervaardigd zijn en dit moeilijk te bewerken valt

binnen de kleine toleranties die volgens deze norm opgelegd worden, zijn de vereisten betreffende de rand van de nozzle minder streng.



- | | |
|--------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|
| 1 verwarmde sonde | 7 veiligheidswasfles (optioneel) |
| 2 verwarmde deeltjesfilter | 8 droger |
| 3 verwarmd T-stuk | 9 pomp |
| 4 hoofdstroom | 10 debietmeter |
| 5 verwarmde leiding | 11 gasmeter |
| 6 Minstens 2 impingers/wasflessen gevuld met 75 à 100 ml ultrapuur water | 12 ijsbad |

Figuur 1: Isokinetische bemonsteringsuitrusting

4.1.1 SONDE

De sonde moet temperatuurgecontroleerd zijn en ingesteld worden op $120 \pm 14^\circ\text{C}$ zodat geen condensatie kan optreden. Koude punten tussen filterhuis en impingers/wasflessen moeten vermeden worden.

De inwendige nozzle diameter bij de isokinetische bemonstering dient bij voorkeur minimum 8 mm te bedragen.

Bij de bemonstering van stofvrije gassen mag bij niet gesplitste gasstromen een niet-verwarmde sonde zonder filter worden gebruikt, die na de bemonstering wordt gespoeld.

4.1.2 FILTER EN FILTERHOUDER

In gasstromen die stofdeeltjes bevatten dient een verwarmde filter en verwarmde sonde te worden toegepast. De EPA-methode 316 zonder filter kan worden toegepast voor gasstromen die geen stof bevatten.

De deeltjesafscheider moet een filtermateriaal bevatten met een efficiëntie >99,5% bij een testaërosol met een mediane diameter van 0,3 µm (of 99,9% bij een testaërosol met een mediane diameter van 0,6 µm) bij het maximaal toelaatbaar debiet over de filter om te voorkomen dat meetfouten ontstaan doordat kleine deeltjes in de impingers/wasflessen terechtkomen en mee geanalyseerd worden. Filters met de meest geschikte eigenschappen voor dit doel zijn vlakfilters: borosilicaat glasvezelfilters of kwartsvezelfilters zijn geschikt.

De filterhouder moet eveneens verwarmd worden op 120 °C.

4.1.3 TE GEBRUIKEN MATERIALEN

Alle delen van de uitrusting vóór de impingers/wasflessen die in contact komen met de gassen, met inbegrip van de nozzle, dichtingen en flexibele verbindingstukken moeten tegen corrosie en hoge temperaturen bestand zijn. Het materiaal van de uitrusting mag geen formaldehyde of andere in het gas te bepalen componenten adsorberen of ermee reageren.

Toegelaten materialen voor de nozzle zijn borosilicaatglas of kwarts en voor de liner in de sonde kan borosilicaatglas, kwartsglas of titanium gebruikt worden. PTFE, PFA, Viton® mag ook gebruikt worden bijvoorbeeld voor dichtingen of flexibele verbindingstukken.

De vereisten voor het materiaal zijn minder streng voor de delen van het bemonsteringssysteem na de impingers/wasflessen (pompen, gasmeter), maar ook hier wordt materiaal aanbevolen dat bestand is tegen corrosie.

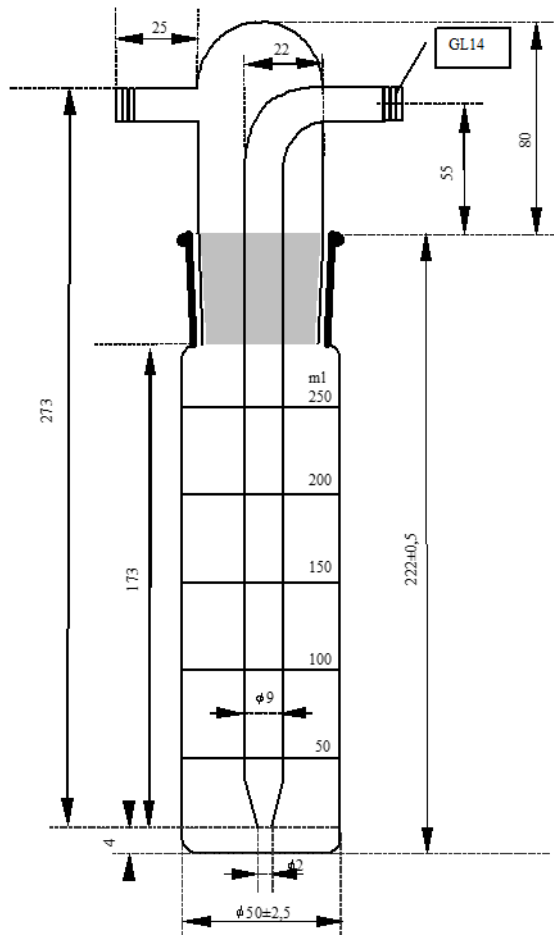
Door een T-stuk na de filter te plaatsen kunnen lagere gasdebieten ~~rond 5 l/min~~ in de aftakking naar de impingers/wasflessen voor formaldehyde ingesteld worden. Het gasdebiet in de hoofdstroom, dat afhankelijk is van de isokinetische instelling, ligt gewoonlijk hoger. Het bemonsteringssysteem moet zodanig ontwikkeld worden dat er geen condensatie tussen de filter en het T-stuk kan optreden. Dit kan verwezenlijkt worden door deze delen in dezelfde behuizing te verwarmen. Indien de leiding naar de impingers/wasflessen niet verwarmde delen bevat, dan dient deze na de bemonstering gespoeld te worden en moet dit spoelsel mee geanalyseerd en verrekend worden.

4.1.4 EENHEID MET POMP EN GASMETER

De eenheid met pomp en gasmeter in de hoofdstroom moet een regeling/kraan en debietmeter hebben om te kunnen voldoen aan de isokinetische criteria. De eenheid met pomp en gasmeter in de formaldehyde-bemonsteringslijn moet instelbaar zijn op het vereiste aanzuigdebiet (zie onder 4.1.5 voor het debiet tijdens validatie ingesteld door het referentielaboratorium). Vóór de pompen wordt een toestel om water te verwijderen geplaatst, een condensor of droger bijvoorbeeld. De pomp zelf moet lekdicht zijn.

De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter en van de temperatuur- en drukmeting ter hoogte van de gasmeter is opgenomen in procedure LUC/0/005.

4.1.5 IMPINGERS/WASFLESSEN



materiaal: borosilicaatglas
volume: ± 250 ml per impinger
absorptie-efficiëntie: groter dan 95 %

Figuur 2: Afmetingen gebruikte standaard impinger tijdens validaties door het referentielaboratorium

Figuur 2 geeft de afmetingen van de standaard-impinger die door het referentielaboratorium gebruikt werd ter validatie van de methode onder laboratorium-omstandigheden. Tijdens de initiële validaties werd bemonsterd met een aanzuigdebiet van 5 l/min en tijdens bijkomende recentere validaties werd het aanzuigdebiet naar 2 l/min verlaagd overeenkomstig de technische specificatie CEN/TS 17638 die in 2021 gepubliceerd werd.

De absorptie-efficiëntie moet kan gecontroleerd worden door twee of meer impingers/wasflessen na mekaar te plaatsen en de laatste impinger/wasfles na de monsterneming afzonderlijk te analyseren:

- Ofwel mag er maximum 5% gasvormig formaldehyde in de laatste wasfles/impinger aanwezig zijn;
- Ofwel komt de inhoud van de laatste wasfles/impinger overeen met een concentratie die lager is dan de bepalingsgrens van de meting. Dit laatste criterium wordt overgenomen vanuit de CEN/TS 17638.

Bij de bemonstering van formaldehyde neemt de absorptie-efficiëntie toe bij dalende temperatuur van de absorptie-vloeistof.

4.1.6 BAROMETER

De atmosferedruk moet gekend zijn om het aangezogen gasvolume om te rekenen naar normaalomstandigheden. Indien de gasmeter het laatste onderdeel van de bemonsteringsopstelling is, dan kan de druk ten opzichte van de atmosferedruk verwaarloosd worden en de absolute druk in de gasmeter aan de atmosferedruk gelijkgesteld worden. De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de drukmeting ter hoogte van de gasmeter is opgenomen in procedure LUC/0/005.

4.2 BEMONSTERINGSAPPARATUUR VOOR NIET-ISOKINETISCHE BEMONSTERING

Als de te bemonsteren gasstroom geen druppels bevat dan mag een niet-isokinetische bemonstering worden uitgevoerd.

Voor de niet-isokinetische bemonstering kan dezelfde opstelling van Figuur 1 gebruikt worden, maar is onderdeel 4 optioneel. De monsterneming mag uitgevoerd worden met een rechte verwarmde sonde zonder nozzle.

4.2.1 SONDE

Als sonde mag een rechte glazen buis met een inwendige diameter van 4 tot 8 mm gebruikt worden zonder speciale vereisten voor de nozzle. De sonde moet verwarmd worden en de temperatuur dient gecontroleerd te worden. Onverwarmde zones in de buurt van de verbinding naar het filterhuis moeten vermeden worden. Bij de bemonstering van stofvrije gassen mag bij niet gesplitste gasstromen een niet-verwarmde sonde zonder filter worden gebruikt, die na de bemonstering wordt gespoeld.

4.2.2 DEELTJEFILTER

Zie de isokinetische bemonstering

4.2.3 VERBINDINGSSTUK TUSSEN DE VERWARMDE DEELTJESAFSCHEIDER EN DE IMPINGERS/WASFLESSEN

De verbindingsleiding tussen de deeltjesfilter en de impingers/wasflessen werd reeds besproken bij de isokinetische bemonstering. Om condensatie te vermijden, worden alle delen van het verbindingsstuk die achteraf niet gespoeld worden verwarmd.

4.2.4 MATERIALEN

Zie de isokinetische bemonstering.

5 ANALYSEPROCEDURE

Als analysemethode wordt de gemodificeerde pararosanilinemethode gebruikt die beschreven wordt in EPA methode 316: het formaldehyde in het staal reageert met zure pararosaniline en natriumsulfiet tot vorming van een purper chromofoor. De intensiteit van de purpere kleur wordt spectrofotometrisch gemeten en is een precieze en accurate maat voor de formaldehydeconcentratie in het staal.

Alle verdunningen voor bereiding van de formaldehyde-kalibratielijnen worden in deze procedure gravimetrisch aangemaakt maar er kan eveneens volumetrisch gewerkt worden mits afdoende kalibratie van het volumetrisch materiaal.

5.1 REAGENTIA EN VERDUNNINGEN

5.1.1 PARAROSANILINE-OPLOSSING

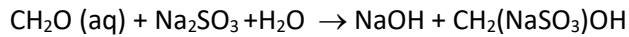
- 0,1800 g pararosanilinechloride ($C_{19}H_{18}Cl N_3$) rechtstreeks in een 100 ml-kolfje afwegen. De wanden van het kolfje spoelen met ± 20 ml ultrapuur water*; 0,1800 g van dit chloride bevat 0,16 g vrije base;
- 20 ml HCl 37% (dichtheid= 1,19 kg/l) toevoegen
- de maatkolf met roerder gedurende 4 u op een roerplaat plaatsen
- de oplossing aanlengen tot 100 ml met ultrapuur water

* ultrapuur water: water met een geleidbaarheid van maximum 0,055 mS/cm of een resistiviteit van minstens 18 M Ω .cm.

Deze oplossing is gedurende enkele maanden stabiel als ze goed afgesloten bij kamertemperatuur bewaard wordt.

5.1.2 FORMALDEHYDE 37% IN WATER, GESTABILISEERD MET 10-15% METHANOL

Als formaldehyde-standaard wordt een oplossing van 37 gewichtspersent formaldehyde in water gestabiliseerd met 10-15% methanol gebruikt. De juiste concentratie van de fles dient eerst bepaald te worden volgens de Na₂SO₃-methode beschreven door Walker J. F. Deze methode is gebaseerd op de kwantitatieve vrijstelling van NaOH als formaldehyde met Na₂SO₃ reageert tot vorming van het formaldehyde-bisulfiet additieproduct:



Het gevormde NaOH wordt vervolgens getitreerd met HCl volgens 5.1.3.1. De bereiding van de reagentia gebeurt volgens.

Alternatief kan voor de bereiding van de kalibratielijn (5.1.4 t.e.m. 5.1.6) een aangekochte gecertificeerde formaldehydestandaard gebruikt worden in plaats van de 37% formaldehyde standaardoplossing die vooraf gesteld wordt.

5.1.3 BEREIDING REAGENTIA VOOR DE TITRATIE VAN DE FORMALDEHYDE 37% OPLOSSING

1M Na₂SO₃

los 126 g watervrij zout in voldoende ultrapuur water op en leng aan tot 1l

Ethanol 50%

Breng 62,5 ml ethanol 96% in een beker en voeg 57,5 ultrapuur water toe.

Thymolphthaleïne-indicator

Los 0,1 g indicator op in ethanol 50% (aanlengen tot 100 ml).

HCl-1M

Bijvoorbeeld bereid vanuit een aangekochte titrisol-oplossing

5.1.3.1 *Titratie-procedure*

- Breng 50 ml van de 1M Na₂SO₃-oplossing in een 500 ml-erlenmeyer; voeg enkele druppels thymolphthaleïne-indicator toe totdat de oplossing blauw kleurt; voeg zorgvuldig enkele druppels van de HCl 1M oplossing toe totdat de oplossing terug ontkleurt.
- Maak een verdunning van de 37% formaldehyde-oplossing: weeg nauwkeurig ±6 g oplossing af in een 100 ml-maatkolf en leng aan tot de maatstreep met ultrapuur water.
- Voeg nauwkeurig 25 ml van de verdunde formaldehyde-oplossing toe aan de Na₂SO₃-oplossing.
- Titreer het resulterende mengsel met de HCl 1M-oplossing. 1 ml zuur komt overeen met 0,03003 g formaldehyde in het mengsel.

Herhaal deze procedure minstens 3 keer.

5.1.3.2 *Berekening van het gewichtspercentage formaldehyde in de oplossing*

Het werkelijk percentage van de ± 37% formaldehydeoplossing wordt berekend:

$$\% \text{ formaldehyde} = \frac{\text{Molariteit HCl} \times \text{ml HCl} \times \text{MM formaldehyde}}{1000 \times m}$$

MM formaldehyde: Molecuulmassa formaldehyde (30,02 g/mol)

ml HCl: aantal ml van de HCl 1M-oplossing gebruikt ter titratie van het staal

m: gewicht (g) van de ±37% oplossing aanwezig in het getitreerde deelstaal

De massa m van de 37% oplossing aanwezig in het deelstaal is gelijk aan:

$$m = \frac{m1 \times 25}{100}$$

met m1: gewicht in g van de 37% formaldehyde-oplossing in de 100 ml-kolf gebracht voor aanmaak van de verdunde oplossing

5.1.4 FORMALDEHYDE-STOCKOPLOSSING

2,7 g formaldehyde 37wt% (Bijvoorbeeld Acros, dichtheid=1,08 kg/l; MW=30,02) in een 1l-kolf toevoegen die reeds met ± 500 ml UPW gevuld is en dan aanlengen tot de maatstreep (totale hoeveelheid oplossing afwegen);

Deze stockoplossing bevat 1000 mg formaldehyde per 1000 g oplossing. De oplossing is gedurende één jaar stabiel als ze goed wordt afgesloten met parafilm en bij kamertemperatuur bewaard wordt.

5.1.5 WERKOPLOSSING VOOR AANMAAK VAN DE KALIBRATIELIJN

Vanuit de formaldehyde-stockoplossing wordt gravimetrisch een verdunning 1/10 aangemaakt. Deze oplossing bevat 100 mg formaldehyde per 1000 g oplossing.

5.1.6 FORMALDEHYDE-VERDUNNINGEN VOOR BEREIDING VAN DE KALIBRATIELIJN

Alle verdunningen vanuit de werkoplossing van 100 mg/1000 g worden aangemaakt in ultrapuur water en worden bij iedere analysereeks vers bereid:

- | | |
|----------------------|-------------------------------|
| 1) 250 µl in 100 ml | = 0,25 mg/1000 g formaldehyde |
| 2) 500 µl in 100 ml | = 0,50 |
| 3) 1000 µl in 100 ml | = 1,0 |
| 4) 2000 µl in 100 ml | = 2,0 |
| 5) 1500 µl in 50 ml | = 3,0 |

De gepipetteerde hoeveelheden formaldehyde-werkoplossing en de totale gewichten oplossing worden gewogen voor de berekeningen van de werkelijke concentraties.

Na₂SO₃-oplossing

0,1 g Na₂SO₃ watervrij afwegen in een 100 ml-maatkolfje en aanlengen met ultrapuur water tot 100 ml (eveneens wegen).

De Na₂SO₃-oplossing moet op dezelfde dag van de analyses bereid worden.

5.2 BEREIDING KALIBRATIELIJN VOOR SPECTROFOTOMETRIE

De aanmaak van de kalibratielijns voor de spectrofotometer gebeurt als volgt:

2,5 ml van de standaardoplossingen 1) tem 5) of van blanco ultrapuur water in een 10 ml-proefbuis pipetteren

+ 250 µl van de pararosaniline-oplossing

30 seconden mengen met vortex*-toestel

+250 µl van de Na₂SO₃-oplossing (zie 5.1.6)

30 seconden mengen met vortex*-toestel

60 minuten laten staan

*vortex = een fenomeen met de structuur van een wervelende beweging

De metingen met de spectrofotometer worden uitgevoerd bij een golflengte van 570 nm. De spectrofotometer werd bij de validatietesten op nul geregeld met 2 cuvetten (1 cm padlengte) gevuld met ultrapuur water. Een andere mogelijkheid bestaat erin om de spectrometer op nul te regelen met twee blanco's van de kalibratielijns. In het laatste geval gaat de kalibratielijns door nul. Er moeten dan wel twee blanco's simultaan met de kalibratiestandaarden worden aangemaakt.

5.3 ONAFHANKELIJKE CONTROLESTANDAARD

In procedure WAC/VI/A/003 zijn de algemene kwaliteitsvereisten voor de analysemethoden voor waterstalen opgenomen.

Voor de spectrofotometrische bepaling van formaldehyde in water gelden hier de kwaliteitsvereisten van WAC/VI/A/003 hoofdstuk 2 (en niet hoofdstuk 3). Een onafhankelijke controlestandaard dient steeds meegenomen te worden.

Een aangekochte gecertificeerde formaldehydestandaard kan gebruikt worden voor ofwel kalibratie of controle (QC).

5.4 BEREIDING VAN DE STALEN

De stalen worden eventueel voorverdund en vervolgens simultaan met de kalibratielijns geprepareerd volgens 5.2.

6 BEREKENINGEN

6.1 AANGEZOGEN GASVOLUME ONDER NORMAALOMSTANDIGHEDEN

Droge gasmeter met voorafgaande droging van de gasstroom over een silicagelpatroon:

$$V_n = V_{T,p} \cdot \frac{273,15}{T} \cdot \frac{p}{1013,25}$$

met V_n : volume onder normaalcondities ($p_n = 1013,25$ mbar, $T_n = 273,15$ K) in Nm^3 , droog
 $V_{T,p}$: volume onder actuele condities van temperatuur en druk gasmeter in m^3 , droog
 T : temperatuur in de gasmeter in K
 p : druk in de gasmeter in mbar
 (=atmosfeerdruk in de opstelling van Figuur 1)

6.2 HOEVEELHEID FORMALDEHYDE IN DE ABSORPTIEVLOEISTOF

$$m_{\text{formaldehyde}} = C \cdot a$$

met $m_{\text{formaldehyde}}$: massa formaldehyde in het staal in mg
 C : de formaldehyde-concentratie van de absorptieoplossing in mg/1000 g
 a : het gewicht van de absorptievloeistof in g

6.3 FORMALDEHYDE-CONCENTRATIE IN DE GASSTROOM

$$C_{\text{formaldehyde}} = \frac{m_{\text{formaldehyde}}}{V_n}$$

met $C_{\text{formaldehyde}}$: de formaldehyde-concentratie in de gasstroom bij normaaldruk en temperatuur, in mg per Nm^3 (droog)
 $m_{\text{formaldehyde}}$: massa formaldehyde in het staal in mg
 V_n : het aangezogen gasvolume, in Nm^3 (droog)

Indien de formaldehyde-concentratie moet uitgedrukt worden bij een referentie-zuurstofgehalte om te corrigeren voor verdunning moet de bovenstaande concentratie vermenigvuldigd worden met de factor:

$$\frac{21 - O_{2\text{ref}}}{21 - O_{2\text{gemeten}}}$$

(belangrijke opmerking: indien de kalibratie van de zuurstofmonitor op 20,95% wordt uitgevoerd, dan moet in bovenstaande formule ook met 20,95 in plaats van 21% zuurstof gerekend worden)

met $O_{2\text{ref}}$: het zuurstofpercentage bij de referentiecondities voor het droog gas
 $O_{2\text{gemeten}}$: het gemeten zuurstofpercentage in het droog gas

7 AANDACHTSPUNTEN

De kritische punten werden reeds in voorgaande punten aangehaald, maar worden hier nog eens samengevat:

- Formaldehyde lost zeer goed op in water; bij aanwezigheid van waterdruppeltjes in de gasstroom moet daarom de isokinetische bemonsteringsmethode en rastermeting worden toegepast.
- De absorptievloeistof dient afgekoeld te worden vóór de start van de bemonstering;
- De sonde en filter dienen op 120°C verwarmd te zijn;
- Koude punten tussen het filterhuis en de impingers/wasflessen moeten vermeden worden. Delen tussen de filter en de impingers/wasflessen die niet verwarmd zijn, moeten na de bemonstering gespoeld worden en deze spoelvloeistof moet dan mee geanalyseerd worden. Bij gebruik van een opstelling met zijstroom dient alles voor het T-stuk en het T-stuk steeds verwarmd te worden om condensatie te vermijden.
- Bij de bemonstering van stofvrije gassen mag bij niet gesplitste gasstromen een niet-verwarmde sonde zonder filter worden gebruikt, die na de bemonstering wordt gespoeld.
- Als er onderdruk in het gaskanaal aanwezig is of drukvariaties in de monsternamelijs bij het opstarten van de pompen, moet vermeden worden dat de inhoud van de impingers/wasflessen teruggezogen wordt; indien met gesplitste gasstromen gewerkt wordt, dan wordt bij het opstarten eerst de pomp van de secundaire formaldehyde-bemonsteringslijn aangeschakeld en pas daarna de hoofdpomp. Op het einde van de bemonstering wordt de hoofdpomp eerst gestopt, daarna de pomp van de secundaire lijn voor de formaldehyde-bemonstering.
- De voorwaarden waarbij de gasvormige componenten in niet-verzadigde gasstromen op 1 punt gemeten mogen worden, zijn in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005) opgenomen. Indien hieraan niet voldaan is, dan moet een rastermeting volgens EN 15259 worden uitgevoerd.
- Een veldblanco moet steeds genomen, geanalyseerd en gerapporteerd worden. Dit dient te gebeuren volgens de procedure die in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten bij emissiemetingen' (LUC/0/005) voor HCl en andere parameters is vastgelegd. De concentratie in de blanco moet kleiner zijn dan 10% van de EGW.
- De voorwaarden voor uitvoering van de lekttest staan beschreven in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten bij emissiemetingen' (LUC/0/005).
- De efficiëntie van de wasflessen/impingers moet minstens bij de gekozen bemonsteringsuitrusting en bemonsteringscondities (aanzuigdebiet, tijd) bepaald worden door afzonderlijke analyse van de absorptie-oplossing uit de laatste wasfles/impinger. Het gasdebiet, vulling met vloeistof, de vorm en diameter van de tip, en afstand tot de bodem zijn kritische parameters.
- De absorptie-efficiëntie moet voldoen aan:
 - Ofwel mag er maximum 5% gasvormig formaldehyde in de laatste wasfles/impinger aanwezig zijn;
 - Ofwel komt de inhoud van de laatste wasfles/impinger overeen met een concentratie die lager is dan de bepalingsgrens van de meting. Dit laatste criterium wordt overgenomen vanuit de CEN/TS 17638.
- De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter en van de temperatuur- en drukmeting ter hoogte van de gasmeter is opgenomen in procedure LUC/0/005.
- **Transport en bewaring van stalen: bij een temperatuur $\leq 5^{\circ}\text{C}$ en afgeschermd van rechtstreeks zonlicht. De stalen moeten binnen maximum toegelaten bewaartermijn van de stalen voor**

analyse is ~~14~~ 10 dagen bij 5°C of minder na de bemonstering geanalyseerd worden. (vereiste overgenomen vanuit de CEN/TS 17638).

- ~~Voor de behandeling en bewaring van de stalen wordt naar punt 8.7 van de norm EPA 316 verwezen.~~ Onder bepaalde omstandigheden (bv. bij risico op contaminatie vanuit gaswassers) kan het nodig zijn om na de bemonstering een biocide (quaternaire ammoniumverbinding) toe te voegen.
- Per meetlocatie dient de SO₂-concentratie éénmalig en bij iedere proceswijziging gemeten te worden om de afwezigheid van SO₂ aan te tonen. De gemeten SO₂-concentratie moet per meetlocatie in ieder meetrapport opgenomen worden. Bij aanwezigheid van SO₂ in de gasstroom, dit wil zeggen bij een gemeten SO₂-concentratie groter dan de bepalingsgrens van de meetmethode, moet eveneens in het meetverslag vermeld worden dat de formaldehydeconcentratie omwille van SO₂-interferentie (zie 8) bij de methode onderschat kan zijn. Bij een gemeten SO₂-concentratie beneden de bepalingsgrens van de meetmethode, moet in ieder geval ook de bepalingsgrens in het meetverslag opgenomen worden.

8 INTERFERENTIES

Sulfiet en cyanide in oplossing interfereren op de pararosaniline analysemethode. Bijkomend werd de interferentie van een aantal aldehydes, van hexamethyleentetramine, van methanol en fenol op de analysemethode nagegaan. Hexamethyleentetramine ((CH₂)₆N₄) wordt commercieel onder meer gebruikt bij de productie van synthetische harsen. Bij verwarming van hexamethyleentetramine met sterke zuren in waterige oplossingen vindt hydrolyse plaats met vrijstelling van formaldehyde en vorming van ammoniumzouten.

De resultaten van de interferentietesten zijn in Tabel 1 opgenomen. De interferentie van elk van de geteste aldehyden op de analysemethode was kleiner dan 2% bij een concentratie in oplossing die bij de in deze methode beschreven bemonsteringsparameters uit tabel 2 overeenkomt met een concentratie in de gasstroom van maximum ±20 mg/Nm³dr.

Methanol wordt gebruikt om de formaldehyde-oplossing te stabiliseren maar de interferentie op de analysemethode is verwaarloosbaar.

Hexamethyleentetramine vertoont wel een grote interferentie aangezien deze stof door hydrolyse formaldehyde vrijstelt.

Tabel 1: Interferentie van enkele componenten bij de analysemethode

Component	Aangemaakte concentratie mg/1000 g oplossing	Respons uitgedrukt als mg/1000g formaldehyde	% van de component dat als formaldehyde gemeten wordt (= % interferentie)	Overeenkomstige concentratie van de component in mg/Nm ³ dr (*)
Acetaldehyde	15,3	0,21	1,4	20,4
Acetaldehyde	3,1	0,06	1,8	4,1
Furfural	11,8	0,01	0,05	15,7
Furfural	3,0	0,02	0,70	3,9
Acroleïne	16,4	0,17	1,1	21,9
Acroleïne	3,3	0,01	0,34	4,3
Gluteraldehyde	16,0	0,23	1,5	21,3
Gluteraldehyde	3,2	0,02	0,58	4,3
Hexamethyleen-tetramine	53,5	Onmiddellijk verkleuring buiten de kalibratielijn	-	-
Hexamethyleen-tetramine	3,2	1,2	38	4,3
Methanol (**)	280	0,08	0,03	71
Fenol	5	0	0	6,7
Fenol	50	0	0	67
Fenol	500	0	0	667

(*) de concentratie in oplossing wordt met een fictief aangezogen volume van 0,150 Nm³dr en een fictieve hoeveelheid absorptievloeistof van 200 g (100 ml per impinger) omgerekend naar een overeenkomstige concentratie in de gasstroom uitgedrukt in mg/Nm³dr. Het aangezogen volume komt overeen met een bemonsteringsduur van 30 minuten aan een bemonsteringsdebiet van ongeveer 5 l/min.

(**) methanol pa bevat ook sporen van formaldehyde

Tijdens recente labovalidatiestudies werden bijkomende interferentietesten vanuit een gasstroom uitgevoerd. In een eerste fase werd een gasstroom met 20 mg/Nm³ formaldehyde met resp. 20 ppm SO₂, NO₂, NH₃ en acetaldehyde bemonsterd en geanalyseerd volgens deze LUC-methode. Het aanzuigdebiet werd voor het gebruikte type impinger (zie Figuur 2) tijdens deze testen naar 2 l/min verlaagd overeenkomstig CEN/TS 17638. Bij een stap zonder interferenten werd een formaldehyde-terugvinding ten opzichte van aanmaak van 100% bekomen. Er is dus geen effect waarneembaar ten gevolge van een verlaging van het aanzuigdebiet van 5 l/min naar 2 l/min. De resultaten zijn weergegeven in Tabel 2. Bij resp. 20 ppm NO₂, NH₃ of acetaldehyde ligt de terugvinding van formaldehyde nabij 100%; bij 20 ppm SO₂ in de gasstroom wordt slechts 7% van het in de gasstroom aanwezige formaldehyde gemeten. Er wordt dus geen significante interferentie van NO₂, NH₃ en acetaldehyde maar wel van SO₂ op de formaldehydemeting vastgesteld.

Tabel 2: Testen van de aanwezigheid van interferenties in de gasstroom bij een formaldehydeconcentratie rond 20 mg/Nm³ (aanzuigdebiet 2 l/min i.p.v 5 l/min)

Formaldehydeconcentratie mg/Nm ³ gegenereerd	Geteste potentiële interferent	% formaldehyde t.o.v. generatie
≈ 20 mg/Nm ³	Stap zonder interferenten	(100 ± 2) % 2% rsd
≈ 20 mg/Nm ³	≈ 20 ppm SO ₂	Max. 7% Hoeveelheid in WF praktisch overal < RG* analyse
≈ 20 mg/Nm ³	≈ 20 ppm NO ₂	(98 ± 2)% 2% rsd
≈ 20 mg/Nm ³	≈ 20 ppm NH ₃	(96 ± 2)% 2%rsd
≈ 20 mg/Nm ³	≈ 20 ppm acetaldehyde	(100 ± 2)% 2%rsd

* RG: rapporteergrens

In een tweede fase werd de invloed van de SO₂-concentratie op de mate van interferentie bij de LUC-methode voor formaldehyde verder onderzocht. Een gasstroom met 20 mg/Nm³ formaldehyde in combinatie met verschillende SO₂-concentraties werd volgens de LUC-methode bemonsterd en geanalyseerd weliswaar eveneens met een verlaging van het aanzuigdebiet van 5 l/min naar 2 l/min volgens de CEN/TS 17638. Deze resultaten zijn opgenomen in Tabel 3.

Tabel 3: Testen van de invloed van de SO₂-concentratie op de mate van interferentie bij de LUC-methode bij 20 en 60 mg/Nm³ formaldehyde (aanzuigdebiet 2 l/min)

Formaldehydeconcentratie mg/Nm ³ in de gasstroom (generatie)	SO ₂ -concentratie in de gasstroom (generatie)	% H ₂ O in gasstroom	% formaldehyde gemeten t.o.v. generatie
Generatie vanuit een stockfles 23,5% low methanol			
21,7 mg/Nm ³	Stap zonder SO ₂	0	107%
22,0 mg/Nm ³	8 ppm	0	64%
22,1 mg/Nm ³	20 ppm	0	<7%
59,2 mg/Nm ³	8 ppm	0	92%
60,6 mg/Nm ³	8 ppm	25%	91%
Generatie vanuit een stockfles 37% CH ₂ O gestabiliseerd met 10% methanol			
21,9 mg/Nm ³	Stap zonder SO ₂	0	102%

Bij beide gegenereerde formaldehydeconcentraties (20 en 60 mg/Nm³dr) worden bij aanwezigheid van 8 en 20 ppm SO₂ in de gasstroom met LUC/III/004 lagere terugvindingen t.o.v. de stap zonder SO₂ vastgesteld. De SO₂-interferentie is functie van zowel de formaldehyde- als de SO₂-concentratie. Eenzelfde SO₂-concentratie geeft meer interferentie bij een lagere formaldehydeconcentratie. Bij eenzelfde formaldehydeconcentratie neemt de interferentie toe bij een stijgende SO₂-concentratie.

9 VALIDATIE

Een methode moet volgens Vlareem toepasbaar zijn tussen 0,1 keer en 3 keer de emissiegrenswaarde van de te meten verontreinigende component. Volgende parameters moeten gevalideerd worden:

- (Intra)-reproduceerbaarheid;
- Juistheid, bijvoorbeeld uit ringtestgegevens;
- Werkgebied;
- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens;
- Meetonzekerheid;

Indien mogelijk dienen deze prestatiekenmerken gevalideerd te worden voor de combinatie van bemonstering en aansluitende analyse. Indien niet mogelijk dient de validatie minimaal op de analysemethode uitgevoerd te worden en dit conform de procedure WAC/VI/A/001. In deze procedure zijn eveneens definities voor de verschillende prestatiekenmerken opgenomen.

Onder 9.1 en 9.2 zijn de resultaten van een door het referentielaboratorium uitgevoerde validatiestudie weergegeven.

9.1 JUISTHEID EN PRECISIE

Voor bepaling van de juistheid (recovery) en de precisie bij herhaalmetingen werden onder laboratoriumcondities 3 verschillende gasconcentraties aangemaakt:

- $\pm 2 \text{ mg/Nm}^3\text{dr}$ (=0,1 x algemene emissiegrenswaarde voor formaldehyde)
- $\pm 20 \text{ mg/Nm}^3\text{dr}$ (=algemene emissiegrenswaarde voor formaldehyde)
- $\pm 60 \text{ mg/Nm}^3\text{dr}$ (=3 x algemene emissiegrenswaarde voor formaldehyde)

Voor de bepaling van de precisie op de herhaalmetingen werden alle omstandigheden (uitvoerder, apparatuur, reagentia,...) hetzelfde gehouden maar werd wel de factor tijd gevarieerd. Door de spreiding in de tijd bij de uitvoering wordt de precisie hier als reproduceerbaarheid beschouwd.

De bemonsteringsparameters bij de uitgevoerde validatie-experimenten zijn in Tabel 4 opgenomen.

Tabel 4: Bemonsteringsparameters bij de validatie-experimenten

Gebruik van sonde	Neen (rechtstreekse koppeling aan glazen verdeelleiding)
Aanzuigdebiet naar de bemonsteringstrein	$\pm 5 \text{ l/min}$ en $\pm 2 \text{ l/min}$ tijdens herhaalde validaties naar aanleiding van het uitbrengen van de technische specificatie CEN/TS 17638
Bemonsteringsduur	30 minuten
Aangezogen volume	$\pm 150 \text{ l}$ en $\pm 60 \text{ l}$
Afmetingen impingers	Zie Figuur 2

De resultaten voor juistheid en precisie van deze bemonsteringsmethode met aansluitende spectrofotometrische analysemethode zijn in Tabel 5 opgenomen.

Tabel 5: Juistheid en precisie van de bemonsteringsmethode (2 standaard impingers en een aanzuigdebiet van 5 l/min)

Concentratie		EPA methode 316	
	Aanmaakwaarde mg formaldehyde/ Nm ³ dr	Precisie % rsd	Juistheid % recovery
± 0,1 x algemene EGW*	2,12	2,4	104,2
± algemene EGW*	21,0	2,1	100,0
	18,1	2,6	95,5
± 3x algemene EGW*	59,9	4,9	99,8

*EGW: emissiegrenswaarde

Tijdens een recentere validatiestudie werden deze testen herhaald bij een verlaagd aanzuigdebiet van 2 l/min in plaats van 5 l/min in overeenstemming met de CEN/TS 17638 bij gebruik van standaard impingers met een volume van 250 ml (zie Figuur 2). Zoals blijkt uit Tabel 6 heeft de verlaging van het aanzuigdebiet naar 2 l/min geen invloed op de juistheid of precisie (reproduceerbaarheid) van de meetmethode.

Tabel 6: Juistheid en precisie van de bemonsteringsmethode (2 standaard impingers en een aanzuigdebiet van 2 l/min)

Concentratie		EPA methode 316	
	Aanmaakwaarde mg formaldehyde/ Nm ³ dr	Precisie % rsd	Juistheid % recovery
± 0,1 x algemene EGW*	2,2 – 2,3	7	94
± algemene EGW*	20,7 – 21,4	2	100
	58,8 – 57,9	2	101

*EGW: emissiegrenswaarde

Bij gebruik van twee standaard impingers volgens Figuur 2 wordt meer dan 5% van de gegenereerde formaldehydeconcentratie in de tweede impinger teruggevonden en wordt niet voldaan aan een absorptie-efficiëntie van meer dan 95% in de eerste impinger/wasfles die in veel normen voorgeschreven wordt. Tijdens bijkomende validatietesten om de interferentie van SO₂ op de meetmethode te onderzoeken, werd gebruik gemaakt van 3 standaard impingers en werd de laatste impinger afzonderlijk geanalyseerd en de inhoud van de eerste twee impingers

samen gevoegd. In deze derde impinger werd minder dan 5% van de totale hoeveelheid formaldehyde gemeten.

9.2 AANTOONBAARHEIDS- EN BEPALINGSGRENS

Voor bepaling van de aantoonbaarheids- en bepalingsgrens bij een aanzuigdebiet van 5 l/min werden blanco-bemonsteringen van stikstof uitgevoerd met de opstelling voor formaldehyde. In eerste instantie werden 6 blanco stalen gedurende telkens 30 minuten bemonsterd wat de standaardprocedure in de praktijk weerspiegelt. Daarna werden bijkomend nog 3 blanco stalen gedurende 60 minuten bemonsterd. Indien zeer lage concentraties aan formaldehyde verwacht worden, kan de bemonsteringsduur namelijk verlengd worden om de aantoonbaarheids- en bepalingsgrens te verlagen.

De gemeten absorpties lagen allemaal beneden de aantoonbaarheids- en bepalingsgrens van de analysemethode die resp. gelijk zijn aan 0,02 en 0,04 mg formaldehyde/1000 g oplossing. In tabel 4 werden deze blanco-resultaten aan de hand van de hoeveelheid absorptievloeistof en het bemonsterde gasvolume omgerekend naar een bepalingsgrens van de bemonsteringsmethode met aansluitende analysemethode. De aantoonbaarheidsgrens van bemonstering+analyse werd op dezelfde manier berekend vertrekkend vanuit de aantoonbaarheidsgrens van de analysemethode.

Tabel 7: Resultaten blanco-metingen ter bepaling van aantoonbaarheids- en bepalingsgrens van de bemonsteringsmethode

Blanco	Absorptantie (x1000)	mg/1000 g formaldehyde in oplossing	Volume bemonsterd (Nm ³ dr)	g absorptievloeistof	mg/Nm ³ dr formaldehyde gemeten
1	1	<0,04*	0,1340	193,5	0,058
2	1	<0,04*	0,1354	168,3	0,050
3	4	<0,04*	0,1331	186,1	0,056
4	-2	<0,04*	0,1322	175,3	0,053
5	-2	<0,04*	0,1301	199,7	0,061
6	6	<0,04*	0,1331	187,4	0,056
				Gemiddelde	0,056
7	5	<0,04*	0,2508	81,8	0,0131
8	-2	<0,04*	0,2557	100,1	0,0157
9	-3	<0,04*	0,2483	98,4	0,0159
					0,015

* onder de bepalingsgrens van de analysemethode

De uit de blanco's bepaalde aantoonbaarheids- (AG) en bepalingsgrenzen (BG) zijn gelijk aan:

- Bij een bemonsteringsperiode van 30 minuten, een aanzuigdebiet van ± 5 l/min (= $\pm 0,150$ Nm³dr gas bemonsterd) en ± 200 g absorptievloeistof na bemonstering: AG_R = 0,03 mg/Nm³dr en BG_R = 0,06 mg/Nm³dr
- Bij een bemonsteringsperiode van 60 minuten, een aanzuigdebiet van ± 5 l/min (= $\pm 0,300$ Nm³dr gas bemonsterd) en ± 100 g absorptievloeistof na bemonstering: AG_R = 0,01 mg/Nm³dr en BG_R = 0,02 mg/Nm³dr

10 MEETONZEKERHEID

Voor de bepaling van de meetonzekerheid op natchemische bepalingen dient vooreerst de onzekerheid op de analyse te worden geëvalueerd. Voor de bemonstering is de meetonzekerheid samengesteld uit de volgende factoren:

- Afwijking isokinetisme
- Absorptie in sonde en leidingen
- Toegelaten lek (lektestcriterium)
- Beperkte efficiëntie impingers/wasflessen
- Onzekerheid op het aangezogen volume
- Onzekerheid temperatuur gasmeter
- Onzekerheid druk gasmeter
- Onvolledige droging gasstaal

Deze termen kunnen kwantitatief ingeschat worden op basis van de specificaties van de gebruikte instrumentatie van het laboratorium en uit kalibratie- en validatiegegevens. Combinatie van alle standaardonzekerheden (ook op de analyse) volgens GUM leidt dan tot de uiteindelijke onzekerheid op de gemeten formaldehyde-concentratie. Deze werkwijze wordt ook wel de 'bottom-up' benadering genoemd.

Een alternatieve methode voor berekening van de meetonzekerheid is de "top-down" methode die in procedure WAC/VI/A/002 van het 'Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)' beschreven wordt. Deze werkwijze maakt gebruik van de vastgestelde prestatiekenmerken en kwaliteitscontrolegegevens om een redelijke schatting van de totale meetonzekerheid te maken. Deze benadering werd hier toegepast. Met uitzondering van eventuele afwijkingen van het isokinetisme en factoren die typisch aan de meetplaats gerelateerd zijn (niet homogeniteit bv), zijn al de bovenstaande onzekerheden bij de bemonstering vervat in de totaal berekende meetonzekerheid.

De meetonzekerheid wordt uit de resultaten van validatie-experimenten berekend als:

$$U = |b| + 2u_{tot}$$

$$CV_{tot} = \sqrt{(CV_{Rw})^2 + \sum (u_{sup,j})^2}$$

met:

U	gecombineerde meetonzekerheid op het resultaat (op ca. 95% betrouwbaarheidsniveau, via dekkingsfactor $k=2$), in %
b	bias, in %
u_{tot}	standaardonzekerheid, in %
CV_{Rw}	intra-reproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt, in %
$u_{sup,i}$	supplementaire onzekerheidsfactoren, in %

Een uitgebreidere toelichting van deze begrippen is terug te vinden in de procedure WAC/VI/A/002 van het 'Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)'.

Op basis van de validatiegegevens uit Tabel 5 werd een inschatting gemaakt van de meetonzekerheid bij de 3 verschillende concentratieniveaus.

Tabel 8: Meetonzekerheid op de meting van formaldehyde in een gasstroom

Formaldehyde-concentratie in mg/Nm ³ dr	Bias b %	u _{tot} %	U %
2,12	4,2	2,4	9,0
21,0 18,1	0 4,5	2,1 2,6	4,2 10
59,9	0,2	4,9	10

11 REFERENTIES

EPA method 316 - 5/24/99

Sampling and Analysis for formaldehyde Emissions from Stationary Sources in the Mineral Wool and Wool Fiberglass industries

<http://www.epa.gov/ttn/emc/promgate.html>

EPA publication SW-846 "Test methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical methods"

Method 0011- Sampling for selected aldehyde and Ketone emissions from stationary sources

Revision 0-december 1996

<https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/0011.pdf>

EN 13284-1:2017

Stationary source emissions – Determination of low range mass concentration of dust – part 1: Manual gravimetric method

EN 15259: 2007

Luchtkwaliteit- Meting van emissies van stationaire bronnen – Eisen voor meetvlakken en meetlocaties en voor doelstelling, meetplan en rapportage van de meting

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen (LUC/0/005)

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>

Validatie van de bemonstering en spectrofotometrische analysemethode van formaldehyde volgens EPA methode 316

W. Swaans, R. Brabers, W. Aerts

Vito-rapport 2003/MIM/R/137, November 2003

https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2003_validatierapport_formaldehyde_EPA-methode.pdf

Formaldehyde

J. Frederic Walker

Third edition, 1964

Reinhold Publishing Corporation

ISO 9096: 2003

Stationary source emissions – Manual determination of mass concentration of particulate matter

EN 1911: 2010

Stationary source emissions – Determination of mass concentration of gaseous chlorides expressed as HCl – Standard reference method

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)

Methode WAC/VI/A/001

Prestatiekenmerken

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)

Methode WAC/VI/A/002

Meetonzekerheid

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)

Methode WAC/VI/A/003

Kwaliteitseisen voor de analysemethoden

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

CEN/TS 17638: 2021

Stationary source emissions – Manual method for the determination of the mass concentration of formaldehyde – Reference method

Bemonstering van individuele vluchtige organische stoffen in een gasstroom

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Principe	3
2.1	<i>Keuze van de bemonsteringstechniek en eventuele voorbehandeling(en)</i>	3
2.2	<i>Toelichting bij de beslissingscriteria</i>	9
3	Uitrusting, uitvoering en aandachtspunten	11
3.1	<i>Eerste voorbehandeling afgas door voorverwarming (methode 1)</i>	12
3.1.1	Uitrusting en uitvoering	12
3.1.2	Aandachtspunten	12
3.2	<i>Voorbehandeling afgas door koeling (methode 2)</i>	13
3.2.1	Uitrusting en uitvoering	13
3.2.2	Aandachtspunten	13
3.3	<i>Directe bemonstering afgas (methode 3)</i>	14
3.3.1	Uitrusting en uitvoering	14
3.3.2	Aandachtspunten	14
3.4	<i>Dynamische verdunning afgas met een statische menger (methode 4)</i>	15
3.4.1	Uitrusting en uitvoering	15
3.4.2	Aandachtspunten	15
3.4.3	Kwaliteitscontrole verdunningsfactor	16
3.5	<i>Dynamische verdunning afgas volgens EPA methode 18 (methode 5)</i>	16
3.5.1	Uitrusting en uitvoering	16
3.5.2	Aandachtspunten	17
3.5.3	Kwaliteitscontrole verdunningsfactor	17
3.6	<i>Dynamische verdunning afgas via een verdunningssonde (methode 6)</i>	18
3.6.1	Uitrusting en uitvoering	18
3.6.2	Aandachtspunten	18
3.6.3	Kwaliteitscontrole verdunningsfactor	19
3.7	<i>Statische verdunning afgas via een gaszak (methode 7)</i>	20
3.7.1	Uitrusting en uitvoering	20
3.7.2	Aandachtspunten	20
3.7.3	Kwaliteitsvereiste	21
3.8	<i>Verwijdering van water via condensatie in een gekoelde wasfles (methode 8)</i>	21
3.8.1	Uitrusting en uitvoering	21
3.8.2	Aandachtspunten	22
4	Analyse	22
5	Bepaling van meetonzekerheid	22
6	Andere methodes	23
6.1	<i>Grab sampling (zie referentie 4: EPA methode 18)</i>	23
6.2	<i>Directe analyse met GC (zie referentie 4: EPA methode 18)</i>	23
7	Referenties	23

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de bemonstering van individuele vluchtige organische stoffen (VOS) in een gasstroom via de adsorptiemethode. Er worden verschillende bemonsteringsmethodes en voorbehandelingsstappen beschreven voor diverse meetomstandigheden (of combinaties ervan) die zich kunnen voordoen in het afgas, met name:

- aanwezigheid van druppels
- hoge temperatuur
- hoog vochtgehalte
- lage of hoge verwachte VOS - concentraties
- aanwezigheid van stof

De adsorptiemethode is in het algemeen toepasbaar voor de kwantitatieve bepaling van individuele VOS in het afgas. Ze is minder geschikt voor metingen na verbranding van VOS in bv. een naverbrandingsinstallatie. Referentie 1 beschrijft de te volgen methodiek indien in deze omstandigheden gemeten moet worden. Samenvattend dient in deze omstandigheden verdunning toegepast te worden, gevolgd door grab-sampling of adsorptie met een geschikt adsorbens.

Voor de keuze van de adsorptiepatronen (adsorbens) en de analysetechniek (desorptie en analyse geadsorbeerd VOS via bv. GC-MS of GC-FID) ervan wordt verwezen naar referentie 2 7. Vereist is dat de VOS adsorbeerbaar zijn op de gekozen adsorptiepatronen en dat het adsorptie-desorptierendement *ten minste 80 % bedraagt*.

De hier beschreven methodes zijn gebaseerd op EPA methode 18 en de Europese Technical Specification CEN/TS 13649, zie referenties 3 en 4.

2 PRINCIPE

2.1 KEUZE VAN DE BEMONSTERINGSTECHNIEK EN EVENTUELE VOORBEHANDELING(EN)

Voor een geldige bemonstering met adsorptiepatronen moeten de condities zodanig worden ingesteld dat de *back-up sectie van het adsorptiepatroon maximaal 5 %* van de totaal geadsorbeerde hoeveelheid VOS bevat, zie referentie 3. De adsorptiepatronen mogen niet blootgesteld worden aan te hoge afgastemperaturen of vochtgehaltes omdat het adsorptierendement dan sterk afneemt.

Er is een beslissingsboom voorgesteld voor de keuze van de geschikte bemonsteringstechniek in combinatie met eventuele voorbehandeling(en). De beslissingsboom wordt onderverdeeld in schema A, schema B, schema C en schema D.

Schema A is het startpunt van de beslissingsboom. Indien er niet - wateroplosbare VOS bemonsterd worden, volgt schema B. Voor wateroplosbare VOS wordt een eerste voorbehandeling van het afgas door voorverwarming voorgesteld indien er gevaar bestaat voor de aanwezigheid van druppels in het afgas (nat afgas). Nadien wordt er een onderscheid gemaakt naargelang het al dan niet voorverwarmd afgas een temperatuur heeft boven of onder 40°C.

In schema B wordt een verdere indeling gemaakt op basis van de temperatuur en het dauwpunt van het afgas.

Indien het afgas een temperatuur onder 40°C heeft en er geen gevaar is voor condensatie dan is geen verdere voorbehandeling nodig en kan gekozen worden voor directe bemonstering van het afgas.

Indien het afgas een temperatuur groter of gelijk aan 40°C heeft, of er gevaar is voor condensatie dan is voorbehandeling nodig en worden twee mogelijkheden gegeven:

- eerste mogelijkheid: koeling door toevoeging van koud inert gas via statische of dynamische verdunning waarbij de gekozen verdunningsfactor kleiner is dan 10.
- tweede mogelijkheid: gebruik maken van een glazen koelspiraal.

Indien bij de bemonstering van wateroplosbare VOS het al dan niet voorverwarmd afgas een temperatuur onder 40°C heeft dan wordt verwezen naar schema C. In schema C wordt dan een verdere onderverdeling gemaakt op basis van het dauwpunt van het afgas.

Wanneer er geen gevaar bestaat voor condensatie van water in het afgas bij afkoeling naar de omgevingstemperatuur dan is geen verdere voorbehandeling nodig en kan gekozen worden voor directe bemonstering van het afgas.

Bij gevaar van condensatie worden 2 mogelijkheden gegeven met de respectievelijke criteria:

- eerste mogelijkheid is een voorbehandeling van het afgas door statische of dynamische verdunning waarbij de gekozen verdunningsfactor kleiner is dan 10. Na verdunning mag er geen gevaar meer zijn voor condensatie, zo niet dient het afgas onverdund bemonsterd te worden waarbij het aanwezige water verwijderd wordt door condensatie (=tweede mogelijkheid).
- tweede mogelijkheid is een voorbehandeling door verwijdering van water via condensatie in een gekoelde wasfles. Na de bemonstering moeten de onverwarmde delen van de bemonsteringstrein voldoende nagespoeld worden, zodat alle condensaat verzameld wordt. Hierbij moet de hoeveelheid condensaat en spoelvloeistof groot genoeg zijn om nog analyseerbaar te zijn. Wanneer dit niet het geval is, dient een statische of dynamische verdunning (=eerste mogelijkheid) toegepast te worden. De verzamelde hoeveelheid condensaat en spoelvloeistof dienen geanalyseerd te worden met een gevalideerde methode. De minimale prestatiekenmerken van deze methode zijn vermeld in CMA/6/A (referentie 5).

Bij de bemonstering van de patronen, al dan niet voorafgegaan door een voorbehandeling, wordt in functie van de te verwachten concentraties VOS aangegeven welk volume afgas dient aangezogen te worden evenals het staalnamedebiet waarmee dit dient te gebeuren en dit met de bedoeling om doorbraak te voorkomen.

Heeft bij de bemonstering van wateroplosbare VOS het al dan niet voorverwarmd afgas uit schema A een temperatuur groter of gelijk aan 40°C dan wordt verwezen naar schema D.

Wanneer bij afkoeling naar de omgevingstemperatuur geen gevaar bestaat voor condensatie van water in het afgas dan kan gekozen worden uit 2 voorbehandelingen om het afgas af te koelen:

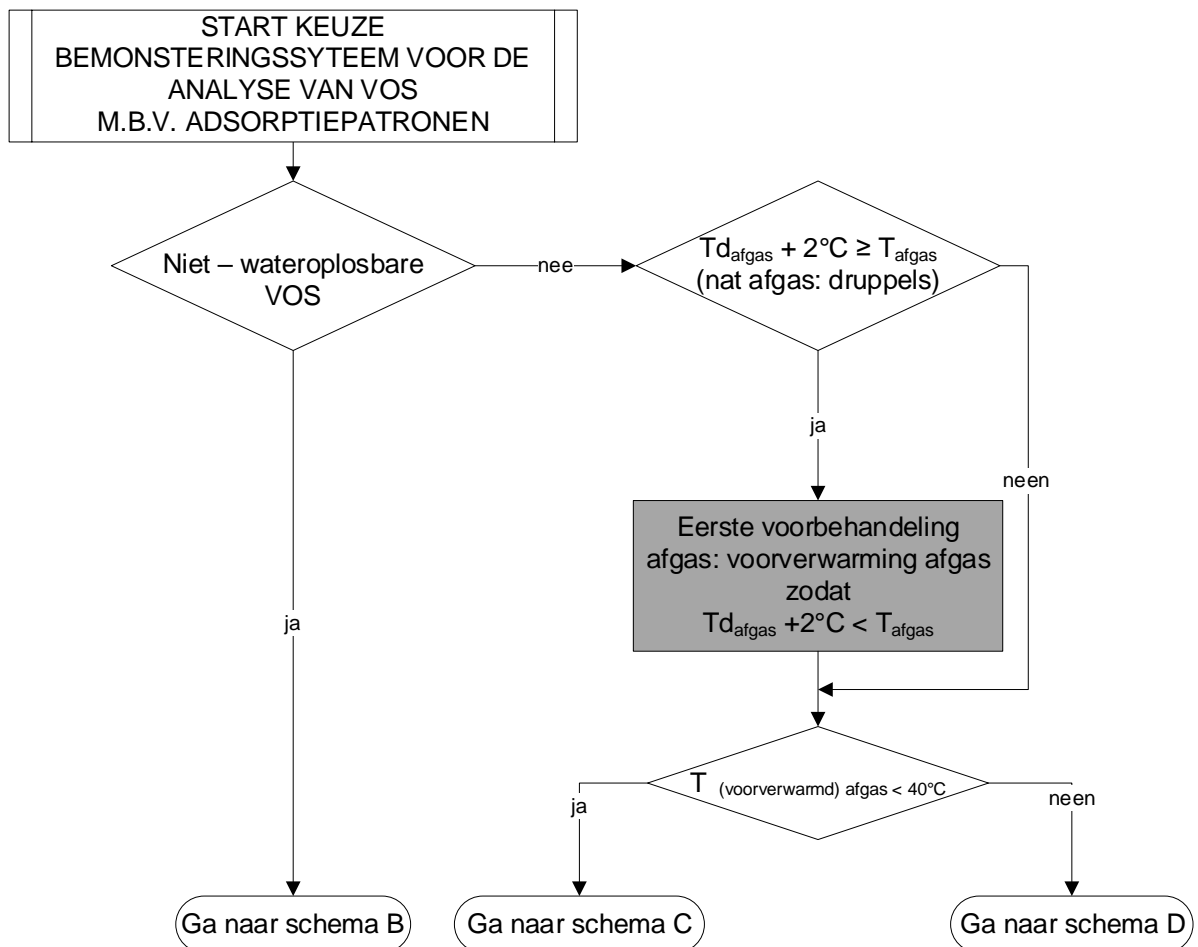
- eerste mogelijkheid: koeling door toevoeging van koud inert gas via statische of dynamische verdunning waarbij de gekozen verdunningsfactor kleiner is dan 10.
- tweede mogelijkheid: gebruik maken van een glazen koelspiraal.

Bij gevaar van condensatie van water worden 2 mogelijkheden gegeven met de respectievelijke criteria:

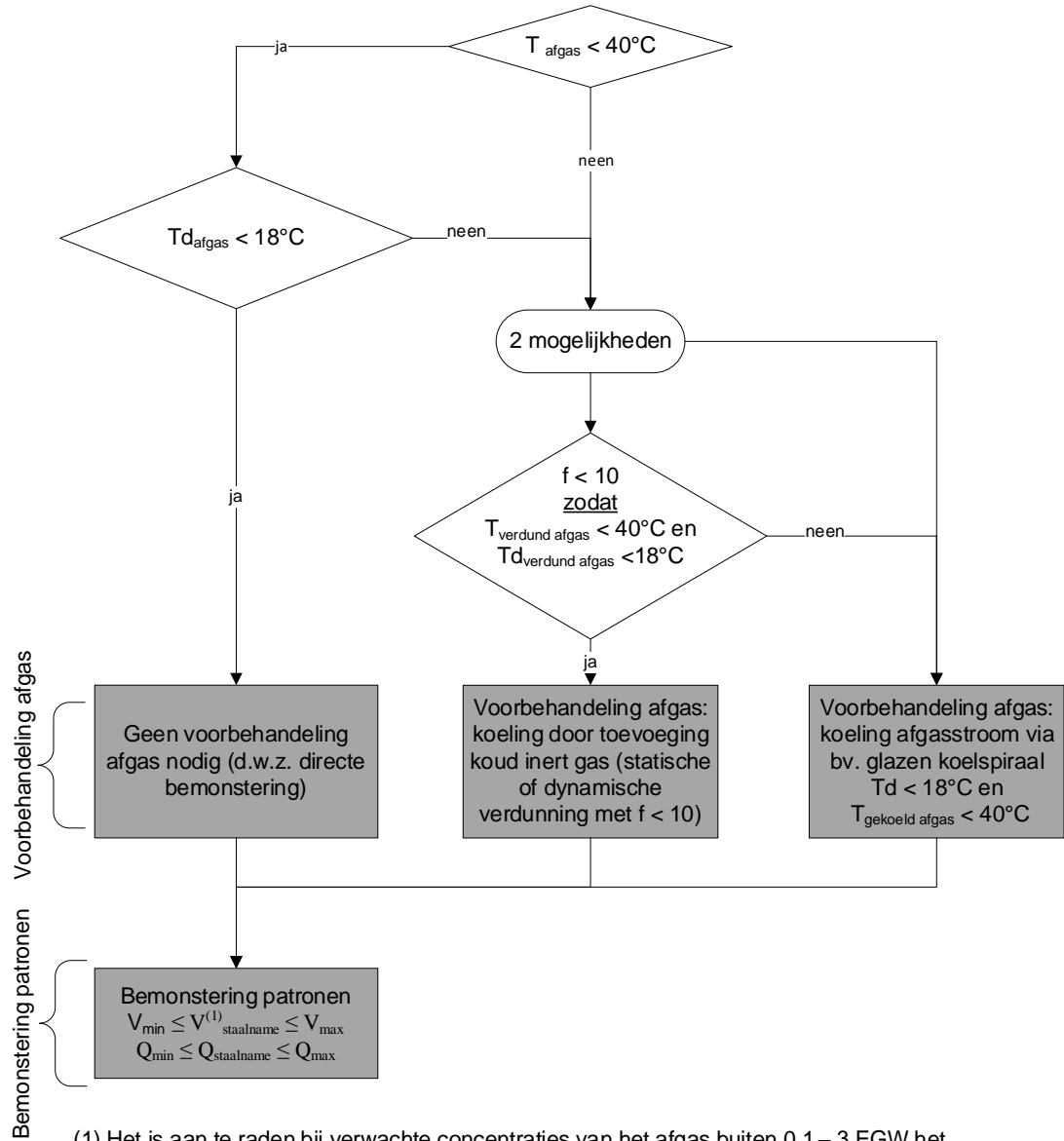
- eerste mogelijkheid: statische of dynamische verdunning waarbij de gekozen verdunningsfactor kleiner is dan 10. De tweede mogelijkheid (verwijdering water door condensatie) wordt impliciet van toepassing indien het afgas meer dan 10 keer dient verdund te worden om condensatie te vermijden.
- tweede mogelijkheid: voorbehandeling door verwijdering van water via condensatie in een gekoelde wasfles. Na de bemonstering moeten de onverwarmde delen van de bemonsteringstrein voldoende nagespoeld worden, zodat alle condensaat verzameld wordt. Hierbij moeten de te bepalen stoffen in de verzamelde hoeveelheid condensaat en spoelvoeistof boven bepalingsgrens analyseerbaar zijn. Wanneer dit niet het geval is, dient een statische of dynamische verdunning (=eerste mogelijkheid) toegepast te worden. De verzamelde hoeveelheid condensaat en spoelvoeistof dienen geanalyseerd te worden met een gevalideerde methode. De minimale prestatiekenmerken van deze methode zijn vermeld in CMA/6/A (referentie 5).

Bij de bemonstering van de patronen, al dan niet voorafgegaan door een voorbehandeling, wordt in functie van de te verwachten concentraties VOS aangegeven welk volume afgas dient aangezogen te worden evenals het staalnamedebiet waarmee dit dient te gebeuren en dit met de bedoeling om doorbraak te voorkomen.

Schema A: Beslissingsboom bemonstering



Schema B: Beslissingsboom bemonstering

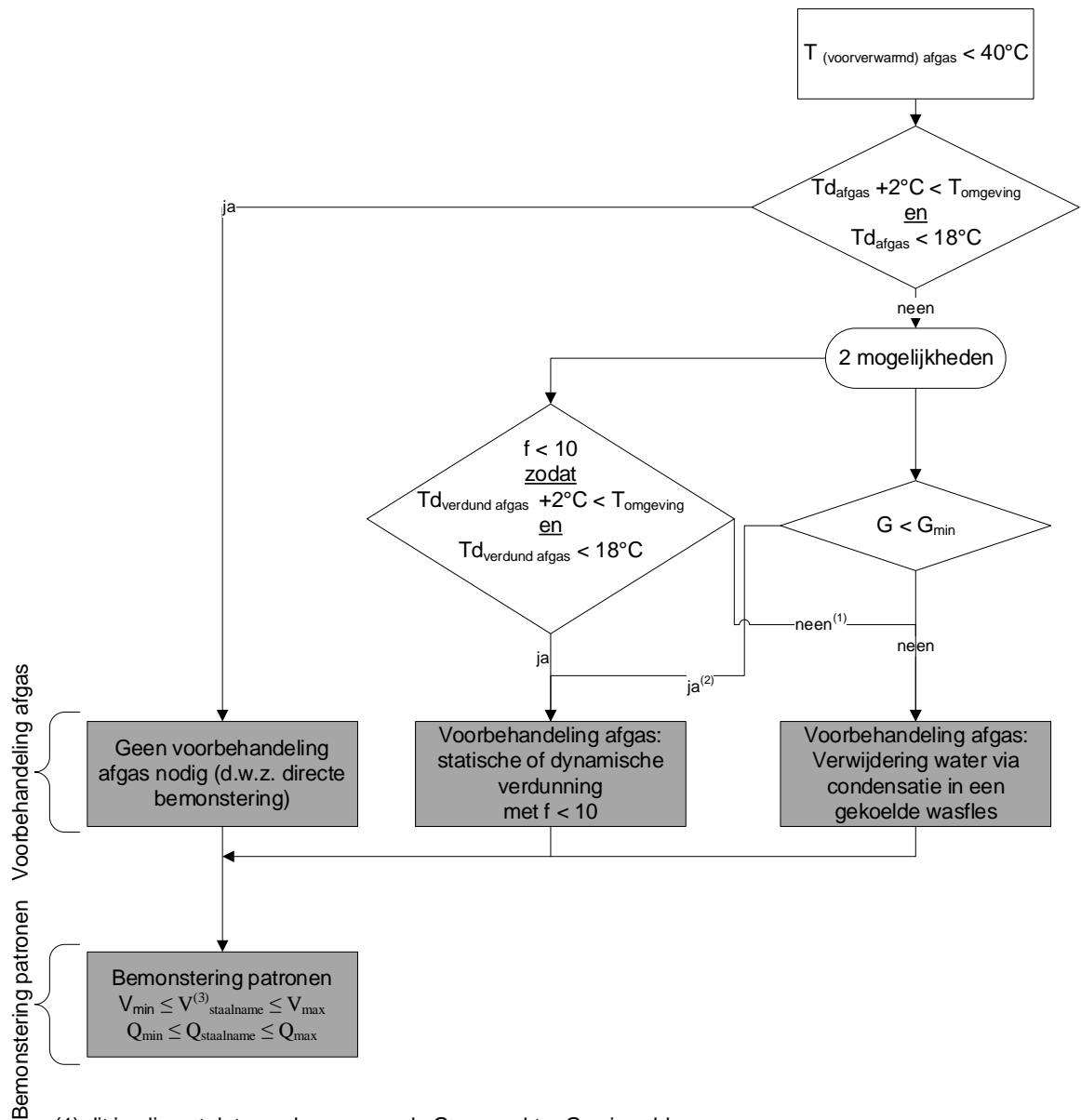


Voorbehandeling afgas

 Bemonstering patronen

(1) Het is aan te raden bij verwachte concentraties van het afgas buiten 0,1 – 3 EGW het staalnamevolume aan te passen

Schema C: Beslissingsboom bemonstering

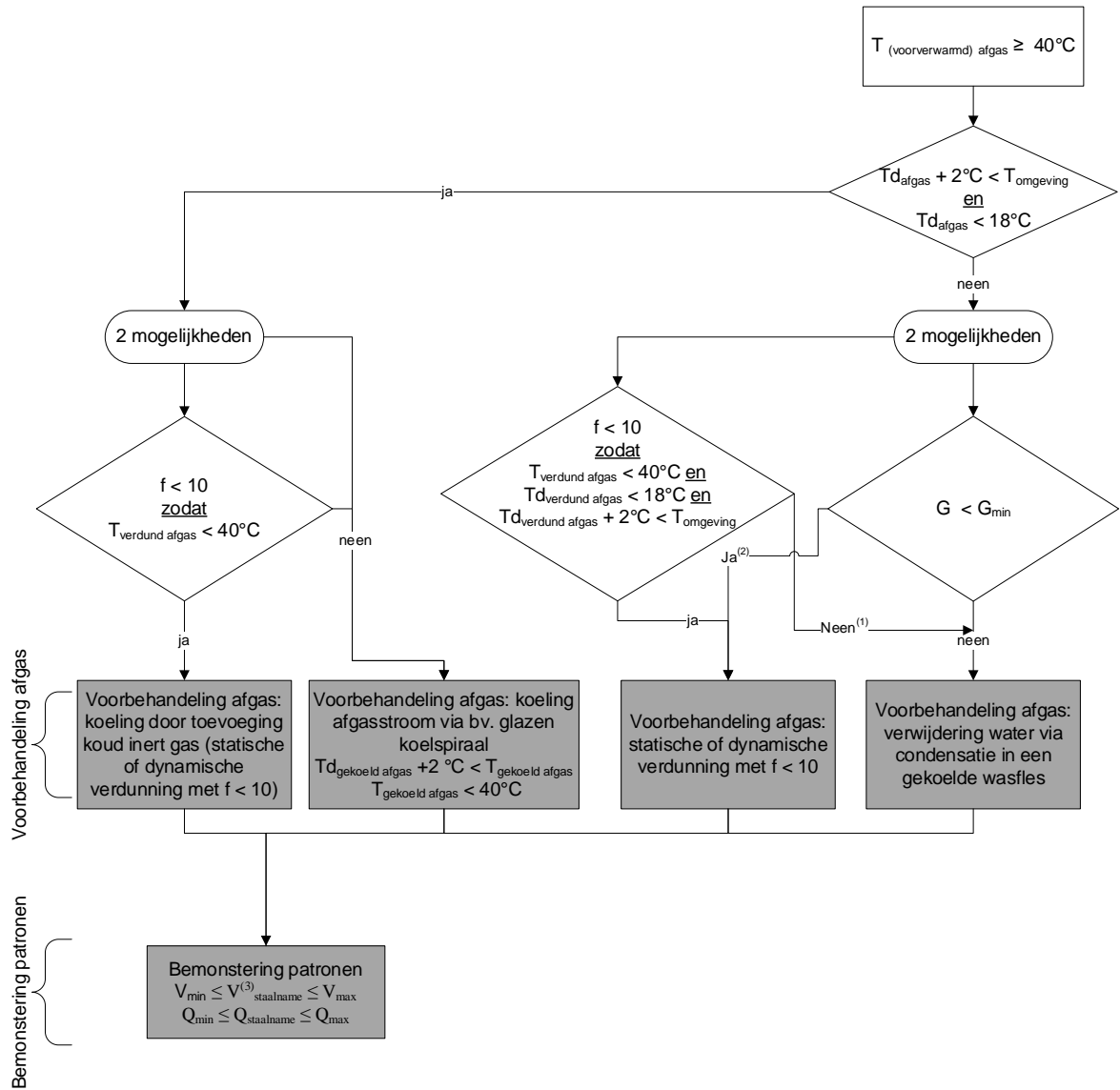


(1) dit impliceert dat aan de voorwaarde $G > G_{min}$ is voldaan.

(2) dit impliceert dat aan de voorwaarden $T_{dverdund\ afgas} < 18^{\circ}C$ en $T_{dverdund\ afgas} + 2^{\circ}C < T_{omgeving}$ voor de keuze van $f < 10$ is voldaan.

(3) Het is aan te raden bij verwachte concentraties van het afgas buiten 0,1 – 3 EGW het staalnamevolume aan te passen

Schema D: Beslissingsboom bemonstering



(1) dit impliceert dat aan de voorwaarde $G \text{ verwacht} > G_{\min}$ is voldaan.

(2) dit impliceert dat aan de voorwaarden $T_{\text{verdund afgas}} < 40^\circ\text{C}$ en $T_{\text{verdund afgas}} < 18^\circ\text{C}$ en $T_{\text{verdund afgas}} + 2^\circ\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ voor de keuze van $f < 10$ is voldaan.

(3) Het is aan te raden bij verwachte concentraties in het afgas buiten 0,1 – 3 EGW het staalnamevolume aan te passen

2.2 TOELICHTING BIJ DE BESLISSINGSCRITEIA

Algemeen

EGW: emissiegrenswaarde volgens VLAREM II (referentie 6), uitgedrukt in mg/Nm³ droog

f: toegepaste verdunningsfactor die voldoet aan de gestelde eisen i.e. dauwpunt afgas voldoende laag zodat er geen gevaar voor condensatie is of temperatuur verdund afgas < 40°C.

G: gewicht van condensaat en spoelvoeistof in gram

G_{min}: minimaal gewicht nodig voor analyse in gram

Q_{max}: maximaal staalnamedebiet zonder gevaar doorbraak adsorptiepatroon in NI/min

Q_{min}: minimaal staalnamedebiet, afhankelijk van de gebruikte apparatuur in NI/min

Q_{staalname}: toegepast staalnamedebiet voor bemonstering adsorptiepatroon in NI/min

T_{afgas}: temperatuur van het afgas in °C

T_{gekoeld afgas}: temperatuur van het gekoelde afgas in °C

T_{omgeving}: temperatuur van de omgevingslucht in °C

T_{verdund afgas}: temperatuur van het verdunde afgas in °C

T_{(voorverwarmd) afgas}: temperatuur van het afgas na mogelijke voorverwarming in °C

Td_{afgas}: dauwpunt van het afgas in °C

Td_{gekoeld afgas}: dauwpunt van het gekoelde afgas in °C

Td_{verdund afgas}: dauwpunt van het verdunde afgas in °C

V_{max}: maximaal toegelaten staalnamevolume zonder gevaar voor doorbraak; in NI

V_{min}: minimaal vereist staalnamevolume nodig om voldoende gevoelig te kunnen meten; in NI

V_{staalname}: staalnamevolume dat door het adsorptiepatroon wordt gezogen; in NI

Niet wateroplosbare VOS (schema A)

Indien geen van de VOS wateroplosbaar is, mag naar schema B gegaan worden.

Td_{afgas} +2°C ≥ T_{afgas} (schema A)

Wanneer voldaan is aan dit criterium dan bestaat gevaar voor aanwezigheid van druppels in het afgas (nat afgas), zodat als eerste voorbehandeling een voorverwarming van het afgas moet worden toegepast.

T_{(voorverwarmd) afgas} < 40°C (schema A)

Dit is het beslissingscriterium om naar schema C of D te gaan. Hierbij is het afgas al dan niet voorverwarmd. Als temperatuur wordt 40°C gekozen zoals in CEN/TS 13649 wordt voorgeschreven.

T_{afgas} < 40°C (schema B)

Dit is het beslissingscriterium om directe bemonstering al dan niet te verwerpen. Als temperatuur wordt 40°C gekozen zoals in CEN/TS 13649 wordt voorgeschreven.

$T_{d_{\text{afgas}}} < 18^{\circ}\text{C}$ (schema B)

Dit criterium is een veilige bovengrens voor de bemonstering van adsorptiepatronen om mogelijke doorbraak en negatieve invloeden op de desorptie-efficiëntie te vermijden ten gevolge van de belading met hoge watergehalten.

 $T_{d_{\text{afgas}}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ en $T_{d_{\text{afgas}}} < 18^{\circ}\text{C}$ (schema C en D)

Met het eerste deel van dit criterium wordt nagekeken of er gevaar bestaat voor de condensatie van het water in het afgas wanneer het afgas afkoelt naar omgevingstemperatuur bij onverwarmde apparatuur.

Het tweede deel van dit criterium is een veilige bovengrens voor de bemonstering van adsorptiepatronen om mogelijke doorbraak en negatieve invloeden op de desorptie-efficiëntie te vermijden ten gevolge van de belading met hoge watergehalten.

 $f < 10$ (schema B, C en D)

Als criterium om statische of dynamische verdunning toe te passen wordt gesteld dat de verdunningsfactor minder dan 10 moet bedragen. Deze bovengrens wordt gekozen op basis van de veronderstelling dat de mogelijke meetfout anders te groot zou worden.

 $G < G_{\text{min}}$ (schema C en D)

Hier wordt bij de verwijdering van water via een gekoelde wasfles nagegaan of het gewicht van het condensaat en spoelvoeistof op een voldoende nauwkeurige wijze kan bepaald worden.

Indien het gewicht te laag is dan kan de statische of dynamische verdunning als alternatief worden toegepast. Aan de gestelde eisen voor de verdunning is dan impliciet voldaan, vermits het watergehalte laag genoeg is zodat minder dan 10 keer verdund kan worden.

Verwachte concentraties van het afgas van 0,1 tot 3 x EGW (schema B, C en D)

Wanneer de verwachte concentraties in het afgas hieraan voldoen dan kunnen de bemonsteringscondities voor adsorptiepatronen vermeld in het Compendium Lucht (referentie 7) toegepast worden.

Verwachte concentraties van het afgas $< 0,1$ x EGW of > 3 x EGW (schema B, C en D)

Indien de verwachte concentraties in het afgas kleiner zijn dan 0,1 keer de emissiegrenswaarde, wordt aangeraden om het totale staalnamevolume voor de bemonstering van de adsorptiepatronen te verhogen. In het andere extreem, wanneer de verwachte concentratie groter is dan 3 keer de emissiegrenswaarde, wordt aangeraden om het totale staalnamevolume te verlagen.

3 UITRUSTING, UITVOERING EN AANDACHTSPUNTEN

Het dauwpunt van de gasstroom dient altijd bepaald te worden voor aanvang van de meting. Deze bepaling kan gebeuren met behulp van methode LUC/0/003 (referentie 8). Gebruik van alternatieve methoden is toegelaten voor de bepaling van het dauwpunt in functie van de keuzes uit de beslissingsboom.

Voor elke bemonstering moet de bemonsteringstrein op lektheid gecontroleerd worden. Tevens dient er een blanco staalname uitgevoerd te worden. De voorwaarden en criteria voor uitvoering van de lektheid en de blanco staalname worden vermeld in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005). In deze procedure zijn ook de voorwaarden opgenomen waarbij de gasvormige componenten op 1 punt mogen gemeten worden. Indien niet aan deze voorwaarden voldaan is, dient een rastermeting uitgevoerd te worden. Voor de meting van wateroplosbare componenten bij aanwezigheid van druppeltjes is altijd een isokinetische bemonstering en een rastermeting vereist.

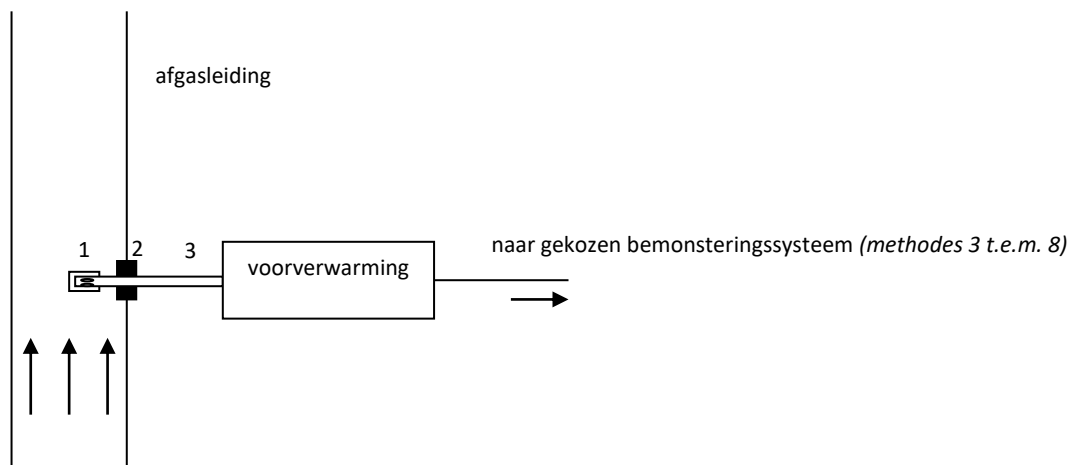
Er worden in wat volgt 8 verschillende methodes algemeen beschreven die mogelijk kunnen toegepast worden bij bemonstering van VOS d.m.v. adsorptiepatronen, namelijk:

- eerste voorbehandeling afgas door voorverwarming (methode 1)
- eerste voorbehandeling afgas door koeling (methode 2)
- directe bemonstering afgas (methode 3)
- dynamische verdunning afgas met een statische menger (methode 4)
- dynamische verdunning afgas volgens EPA methode 18 (methode 5)
- dynamische verdunning afgas via een verdunningssonde (methode 6)
- statische verdunning afgas via een gaszak (methode 7)
- verwijdering van water via condensatie in een gekoelde wasfles (methode 8)

Hierbij worden telkens de uitrusting en uitvoering alsook specifieke aandachtspunten van de methode weergegeven.

3.1 EERSTE VOORBEHANDELING AFGAS DOOR VOORVERWARMING (METHODE 1)

3.1.1 UITRUSTING EN UITVOERING



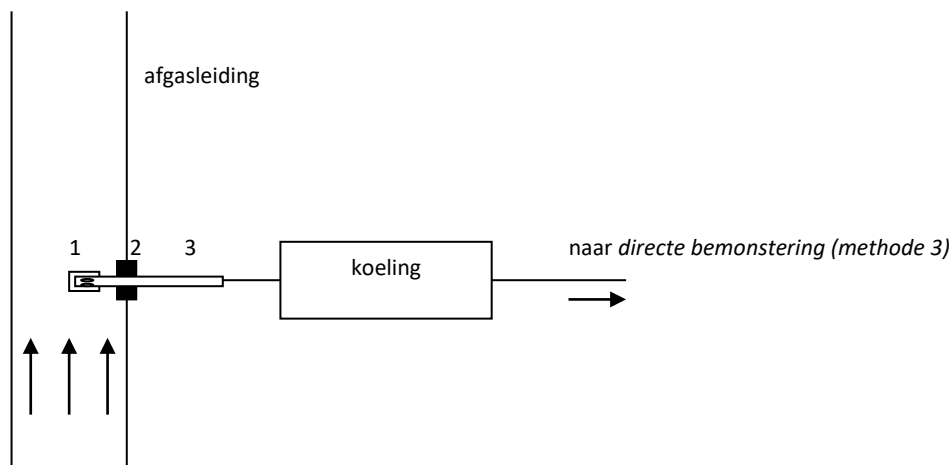
- 1: glasvezel filterhuls (verwarmd)
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde (verwarmd)

3.1.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode is bedoeld als eerste voorbehandeling bij nat afgas (aanwezigheid van druppels: $T_{\text{afgas}} + 2^{\circ}\text{C} \geq T_{\text{afgas}}$) en wateroplosbare VOS,
- dit wordt vóór de *directe bemonstering (methode 3)*, *dynamische verdunning (methode 4, 5 of 6)*, *statische verdunning (methode 7)* of *verwijdering van water (methode 8)* geplaatst,
- keuze voorverwarmingstemperatuur ($T_{\text{voorverwarmd afgas}}$): $T_{\text{afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{voorverwarmd afgas}} < 150^{\circ}\text{C}$,
- de leidingen en onderdelen van de voorverwarming die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de leidingen dienen zo kort mogelijk te zijn
- koude punten vóór de voorverwarming dienen vermeden te worden.

3.2 VOORBEHANDELING AFGAS DOOR KOELING (METHODE 2)

3.2.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: glasvezel filterhuls
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde

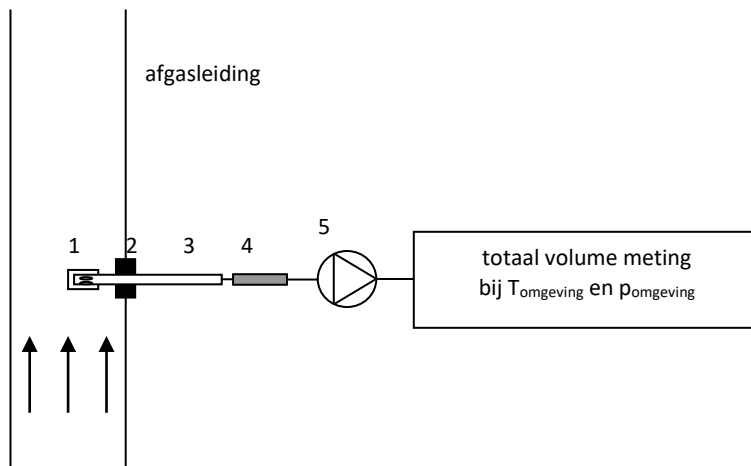
opmerking: de koeling kan bijvoorbeeld bestaan uit een glazen koelspiraal die door de omgevingslucht passief gekoeld wordt.

3.2.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij warme afgassen ($T_{\text{afgas}} \geq 40 \text{ °C}$), en/of bij natte afgassen waar enkel niet - wateroplosbare stoffen worden bepaald; waarna op het gekoelde afgas de directe bemonstering (methode 3) kan worden toegepast,
- eisen:
 - $T_{\text{afgas}} + 2\text{°C} < T_{\text{omgeving}}$ (geen gevaar condensatie van water of VOS in leidingen [...]) en $T_{\text{afgas}} < 18\text{°C}$ (geen gevaar verhoogd risico doorbraak patroon of lagere desorptie-efficiëntie),
 - keuze koeltemperatuur ($T_{\text{gekoeld afgas}}$): $T_{\text{gekoeld afgas}} + 2\text{°C} < T_{\text{gekoeld afgas}} < 40\text{°C}$ (geen gevaar gedeeltelijke thermische desorptie van adsorptiepatroon),
 - de leidingen en onderdelen van de koeling die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de leidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

3.3 DIRECTE BEMONSTERING AFGAS (METHODE 3)

3.3.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: glasvezel filterhuls
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde
- 4: adsorptiepatroon
- 5: pomp

3.3.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,

- eisen:

- $T_{\text{afgas}} < 40^{\circ}\text{C}$ (geen gevaar voor verlies van VOS op adsorptiepatroon, indien niet voldaan dan is eerste voorbehandeling *koeling afgas (methode 2)* vereist zodat $T_{\text{gekoeld afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{gekoeld afgas}} < 40^{\circ}\text{C}$),

- $T_{\text{afgas}} < 18^{\circ}\text{C}$ (geen gevaar verhoogd risico doorbraak patroon of lagere desorptie-efficiëntie) en voor wateroplosbare VOS $T_{\text{afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ (geen gevaar condensatie in leidingen en patroon)

- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebiet ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:

- indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; bemonstering patronen: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$,

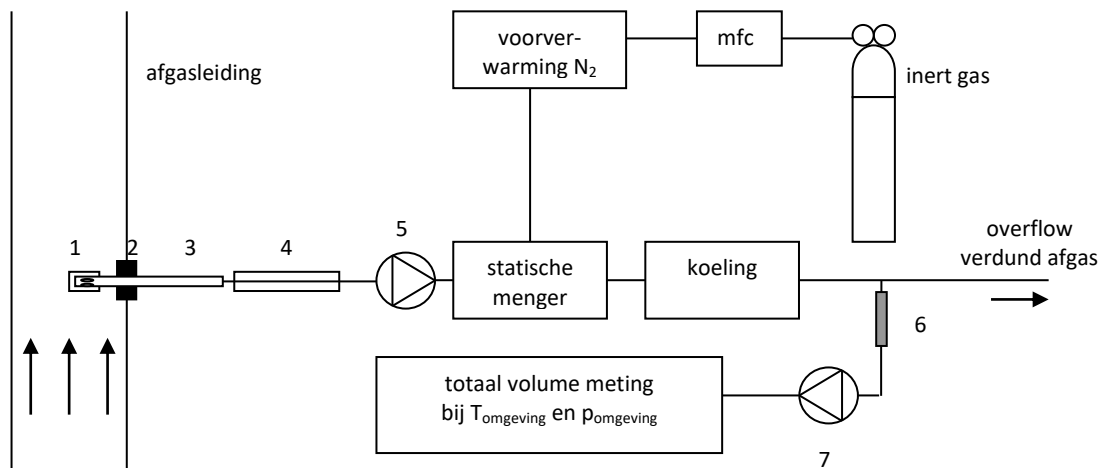
- indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW dan wordt aangeraden om bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} = V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{max}}$,

- indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\text{min}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{min}}$,

- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternaleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

3.4 DYNAMISCHE VERDUNNING AFGAS MET EEN STATISCHE MENGERS (METHODE 4)

3.4.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: glasvezel filterhuls
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde (verwarmd)
- 4: verwarmde leiding (max. 150°C)
- 5: pomp met verwarmde pompkop (max. 150°C), pompkamer bekleed met inert materiaal
- 6: adsorptiepatroon
- 7: pomp
- mfc: mass flow controller

3.4.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij hoge koolwaterstofconcentraties waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- deze methode wordt toegepast bij warme en/of natte afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast ($T_{\text{afgas}} \geq 40 \text{ °C}$ en/of $T_{d_{\text{afgas}}} \geq 18 \text{ °C}$),
- eisen:
 - $T_{d_{\text{afgas}}} < T_{(\text{voorverwarmd}) \text{ afgas}} \leq 150 \text{ °C}$
- keuze verdunningsfactor f :
 - $f < 10$ zodat na de koeling verdund afgas: $T_{\text{verdund afgas}} < 40 \text{ °C}$ en $T_{d_{\text{verdund afgas}}} + 2 \text{ °C} < T_{\text{omgeving}}$ en $T_{d_{\text{verdund afgas}}} < 18 \text{ °C}$,
- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebiet ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:
 - indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; dan bemonstering patronen: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$,
 - indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW; dan bemonstering patronen bij voorkeur als volgt uitvoeren: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$, $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$ en analytische bepalingsgrens verkleinen a rato de gebruikte verdunningsfactor,
 - indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\text{min}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{min}}$,

- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternamingleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

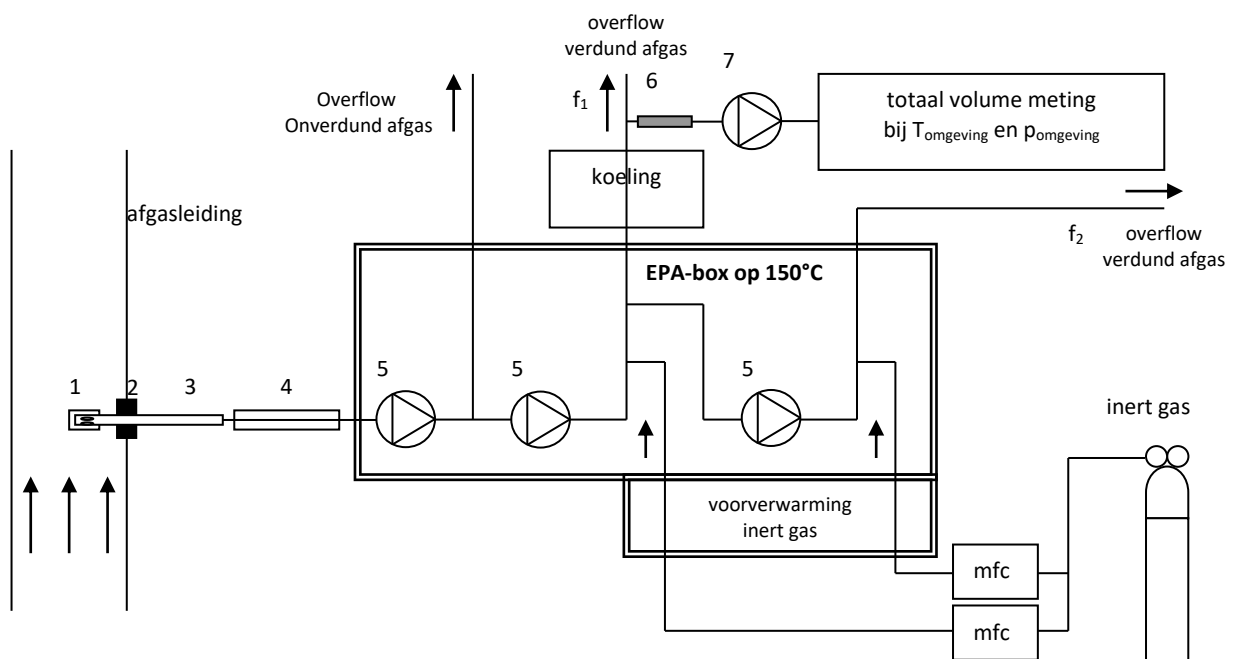
3.4.3 KWALITEITSCONTROLE VERDUNNINGSFACITOR

Bij elke meetdag dient een controle van de verdunningsfactor uitgevoerd te worden. Hiervoor kan één van onder vermelde opties worden toegepast:

- stabiliteit aanzuigdebiet verwarmde pomp: bepaling debiet vóór en na de meting via een totale volumemeting waarbij het gehele verdunningssysteem is aangesloten (inclusief verwarmde leiding),
- door vergelijking met een gemeten verdunningsfactor op basis van simultane metingen met bijvoorbeeld een FID-analyser in het onverdunde en verdunde afgas. De meetonzekerheid op de verdunningsfactor moet meegenomen worden in het totale meetonzekerheidsbudget.

3.5 DYNAMISCHE VERDUNNING AFGAS VOLGENS EPA METHODE 18 (METHODE 5)

3.5.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: glasvezel filterhuls
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde (verwarmd)
- 4: verwarmde leiding (150°C)
- 5: pomp met verwarmde pompkop (150°C), pompkamer bekleed met inert materiaal
- 6: adsorptiepatroon
- 7: pomp
- mfc: mass flow controller

opmerking: f_1 en f_2 zijn de eerste en tweede verdunningsfactor, ingesteld op basis van de respectievelijke debieten

3.5.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij hoge koolwaterstofconcentraties waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- deze methode wordt toegepast bij warme en/of natte afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast ($T_{\text{afgas}} \geq 40 \text{ °C}$ en/of $T_{d_{\text{afgas}}} \geq 18 \text{ °C}$),
- eisen:
 - $T_{d_{\text{afgas}}} < T_{\text{voorverwarmd afgas}} \leq 150 \text{ °C}$,
- keuze verdunningsfactor f :
 - $f < 10$ zodat na de koeling verdund afgas: $T_{\text{verdund afgas}} < 40 \text{ °C}$ en $T_{d_{\text{verdund afgas}}} + 2 \text{ °C} < T_{\text{omgeving}}$ en $T_{d_{\text{verdund afgas}}} < 18 \text{ °C}$,
- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebit ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:
 - indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; dan bemonstering patronen: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$,
 - indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW; dan bemonstering patronen bij voorkeur als volgt uitvoeren: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$, $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$ en analytische bepalingsgrens verkleinen a rato de gebruikte verdunningsfactor,
 - indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\text{min}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{min}}$,
- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternamingleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

3.5.3 KWALITEITSCONTROLE VERDUNNINGSFACOR

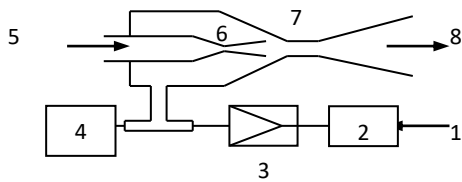
Bij elke meetdag dient een controle van de verdunningsfactor uitgevoerd te worden. Hiervoor kan een van onder vermelde opties worden toegepast:

- stabiliteit aanzuigdebit verwarmde pompen: bepaling debieten vóór en na de meting via een totale volumemeting waarbij het gehele verdunningssysteem is aangesloten (inclusief verwarmde leiding),
- door vergelijking met een gemeten verdunningsfactor op basis van simultane metingen met bijvoorbeeld een FID-analyser in het onverdunde en verdunde afgas. De meetonzekerheid op de verdunningsfactor moet meegenomen worden in het totale meetonzekerheidsbudget.

3.6 DYNAMISCHE VERDUNNING AFGAS VIA EEN VERDUNNINGSSONDE (METHODE 6)

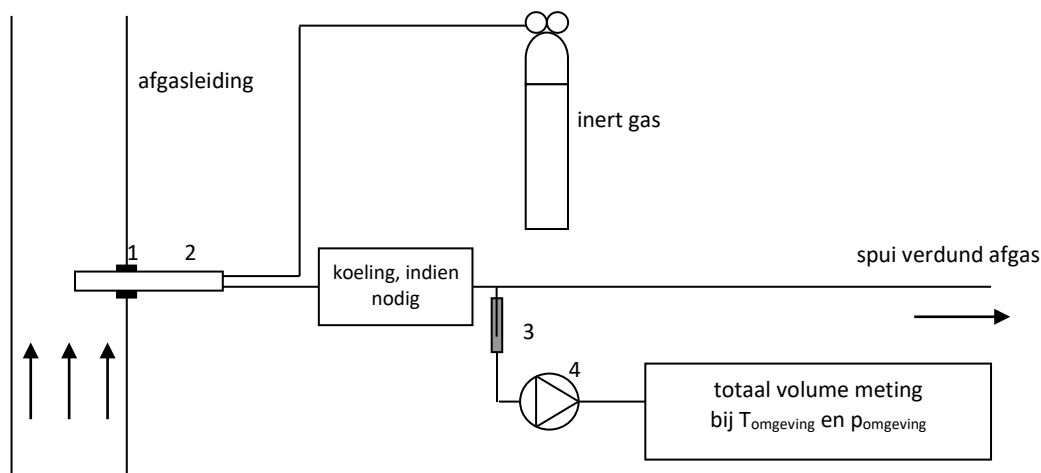
3.6.1 UITRUSTING EN UITVOERING

- schema principe verdunningssonde:



- 1: toevoer onverdund afgas (via gecreëerde onderdruk in de ruimte tussen primaire en secundaire venturi t.g.v. gas op overdruk (5))
 2: kwartsfilter
 3: kritisch capillair (creatie constant debiet)
 4: drukmeting
 5: toevoer inert verdunningsgas op overdruk
 6: primaire venturi
 7: secundaire venturi
 8: afvoer verdund afgas

- bemonsteringsopstelling:



- 1: afdichting meetopening
 2: verwarmde verdunningssonde op 150°C met kwartsfilter en drukmeting
 3: adsorptiepatroon
 4: pomp

3.6.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij hoge koolwaterstofconcentraties waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- deze methode wordt toegepast bij warme afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast ($T_{afgas} \geq 40 \text{ }^\circ\text{C}$),

- eisen:
 - Voor wateroplosbare VOS: $T_{d_{afgas}} < T_{afgas}$ (geen gevaar van druppels)
- keuze verdunningsfactor f :
 - $f < 10$ zodat na de koeling verdund afgas: $T_{verdund\ afgang} < 40^{\circ}\text{C}$ en $T_{d_{verdund\ afgang}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{omgeving}$ en $T_{d_{verdund\ afgang}} < 18^{\circ}\text{C}$,
- keuze staalnamevolume ($V_{staalname}$) en staalnamedebit ($Q_{staalname}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:
 - indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; dan bemonstering patronen: $V_{min} \leq V_{staalname} \leq V_{max}$ en $Q_{min} \leq Q_{staalname} \leq Q_{max}$,
 - indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW; dan bemonstering patronen bij voorkeur als volgt uitvoeren: $V_{min} \leq V_{staalname} \leq V_{max}$, $Q_{min} \leq Q_{staalname} \leq Q_{max}$ en analytische bepalingsgrens verkleinen a rato de gebruikte verdunningsfactor,
 - indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{staalname} < V_{min}$ en $Q_{staalname} = Q_{min}$,
- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternameleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

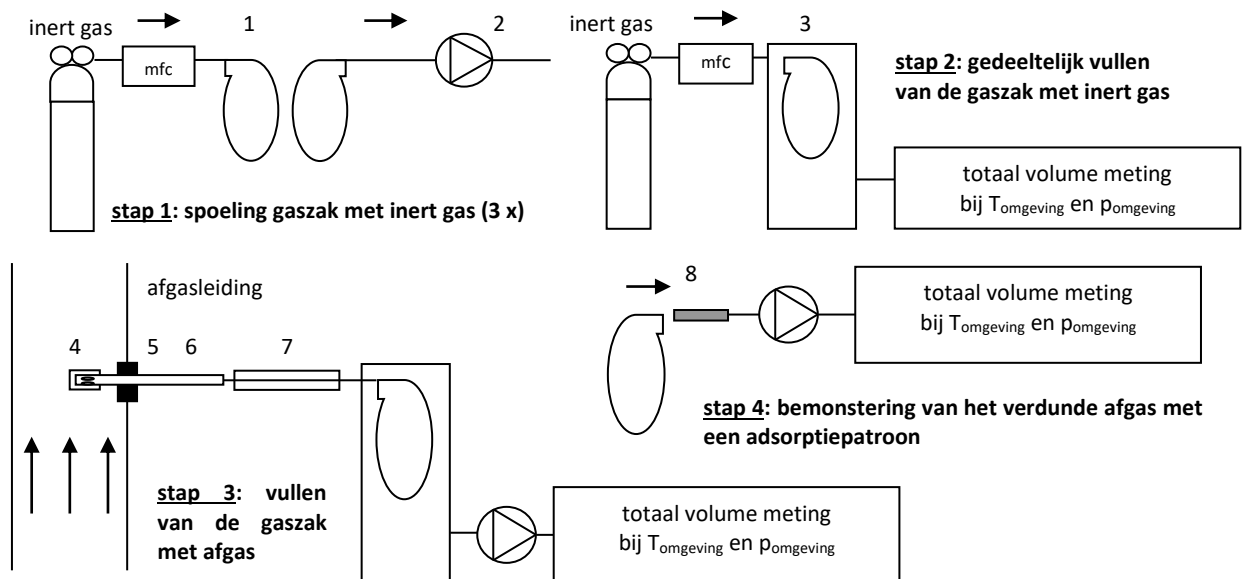
3.6.3 KWALITEITSCONTROLE VERDUNNINGSFACOR

Bij elke meetdag dient een controle van de verdunningsfactor uitgevoerd te worden. Hiervoor worden onderstaande methodes toegepast:

- stabiliteit aanzuigdebit: bepaling debieten vóór en na de meting via voorziening kalibratie-ingang verdunningssonde,
- via drukmeting van aangemaakte onderdruk (zie 4 bij schema principe verdunningssonde).

3.7 STATISCHE VERDUNNING AFGAS VIA EEN GASZAK (METHODE 7)

3.7.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: gaszak
- 2: pomp
- 3: gaszak in onvervormbare ton
- 4: glasvezel filterhuls
- 5: afdichting meetopening
- 6: sonde (verwarmd)
- 7: verwarmde leiding (max. 150°C)
- 8: adsorptiepatroon
- mfc: mass flow controller

3.7.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij hoge koolwaterstofconcentraties waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- deze methode wordt toegepast bij warme en/of natte afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast ($T_{\text{afgas}} \geq 40 \text{ °C}$ en/of $T_{d_{\text{afgas}}} \geq 18 \text{ °C}$),
- eisen:
 - $T_{d_{\text{afgas}}} < T_{\text{(voorverwarmd) afgas}} \leq 150 \text{ °C}$
- keuze verdunningsfactor f:
 - $f < 10$ zodat na de toevoeging afgas in gaszak: $T_{\text{verdund afgas}} < 40 \text{ °C}$ en $T_{d_{\text{verdund afgas}}} + 2 \text{ °C} < T_{\text{omgeving}}$ en $T_{d_{\text{verdund afgas}}} < 18 \text{ °C}$,
- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebit ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:
 - indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; dan bemonstering patronen: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$,
 - indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW; dan bemonstering patronen bij voorkeur als volgt uitvoeren: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$, $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$ en analytische bepalingsgrens verkleinen a rato de gebruikte verdunningsfactor,

- indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\text{min}} \text{ en } Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{min}}$,
- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...). De monsternamingleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn, en indien nodig verwarmd. Condensatie dient steeds vermeden te worden.

3.7.3 KWALITEITSVEREISTE

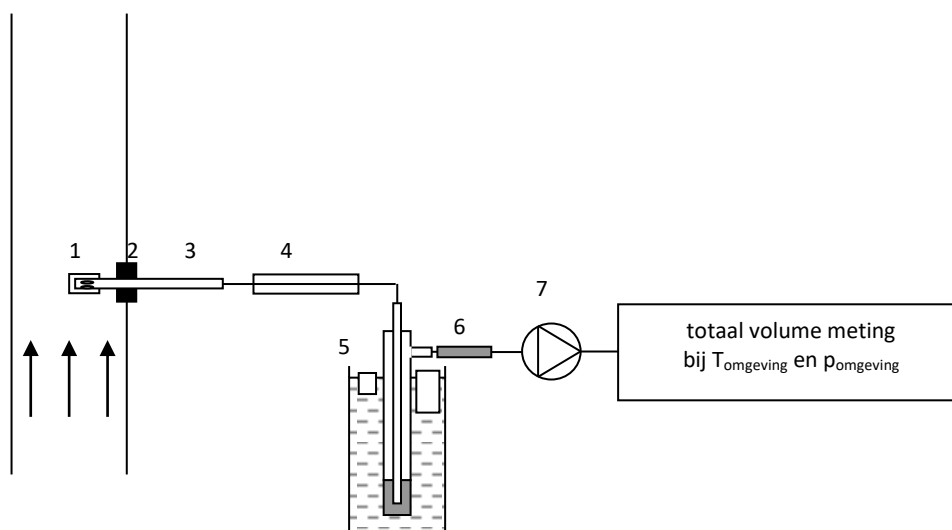
De bemonstering van het verdunde afgas met een adsorptiepatroon (stap 4) dient onmiddellijk ter plaatse te gebeuren.

Bij elke meetdag dient een controle van de verdunningsfactor uitgevoerd te worden. Hiervoor worden onderstaande methodes toegepast:

- door vergelijking met een gemeten verdunningsfactor op basis van simultane metingen met bijvoorbeeld een FID-analyser in het onverdunde en verdunde afgas. De meetonzekerheid op de verdunningsfactor moet meegenomen worden in het totale meetonzekerheidsbudget,
- bijkomende kwaliteitscontrole via systeem dat de druk in de ton controleert.

3.8 VERWIJDERING VAN WATER VIA CONDENSATIE IN EEN GEKOELDE WASFLES (METHODE 8)

3.8.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: glasvezel filterhuls
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde (verwarmd)
- 4: verwarmde leiding (max. 150°C)
- 5: gekoelde wasfles (hier als voorbeeld m.b.v. ijs)
- 6: adsorptiepatroon
- 7: pomp

3.8.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij warme en/of natte afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- eisen:
 - $T_{(\text{voorverwarmd}) \text{ afgas}} \leq 150 \text{ }^\circ\text{C}$,
 - $T_{\text{gekoeld afgas}} + 2^\circ\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ (indien ijsgekoelde wasfles: $T_{\text{gekoeld afgas}} = 4^\circ\text{C}$),
- monsternamevolume dient zodanig gekozen te worden dat $G > G_{\text{min}}$ (hoeveelheid condensaat + spoelvloeistof) moet voldoende zijn voor analyse ervan),
- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebiet ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: *zie directe bemonstering (methode 3)*,
- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternameleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn,
- het volume van de wasfles dient zo klein mogelijk gekozen te worden. Het totaal bemonsterd volume dient gecorrigeerd te worden voor het interne volume van het condensatievat,
- na de bemonstering worden de onverwarmde delen van de bemonsteringstrein voldoende nagespoeld, zodat alle condensaat verzameld wordt,
- de opgeloste VOS in het condensaat dienen ook geanalyseerd te worden. Voor de kwantificatie kan het nodig zijn om het totaal gewicht van het condensaat + spoelvloeistof te bepalen. Voor de parametergroepen uit pakket L.6. waarvoor de validatie heeft uitgewezen dat ze niet oplossen in het condensaat, dient het condensaat niet geanalyseerd te worden. Deze parametergroepen zijn:
 - aromatische koolwaterstoffen,
 - alifatische halogeenkoolwaterstoffen,
 - esters en acrylaten,
 - paraffinische koolwaterstoffen.

4 ANALYSE

Voor de kwantitatieve bepaling van individuele vluchtige organische stoffen wordt verwezen naar methodes LUC/IV/001 t.e.m. 010 beschreven in het Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC), *zie referentie 7*. Indien de condensatiemethode wordt toegepast moeten het condensaat en de toegevoegde spoelvloeistof geanalyseerd worden met een gevalideerde methode. De minimale prestatiekenmerken van deze methode zijn vermeld in CMA/6/A (referentie 5).

5 BEPALING VAN MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient te beschikken over een evaluatie van de meetonzekerheid waarbij rekening gehouden moet worden met de bijdragen van de bemonstering enerzijds en van de analyse anderzijds. De meetonzekerheid kan berekend worden volgens de "Guide to the expression of uncertainty in measurement" of kortweg GUM (referentie 10) of via de alternatieve "top-down" methode die in procedure CMA/6/B (referentie 11) beschreven wordt.

6 ANDERE METHODES

6.1 GRAB SAMPLING (ZIE REFERENTIE 4: EPA METHODE 18)

Hierbij wordt een volume van het afgas afgezonderd d.m.v. een gasmuis, d.i. een inerte glazen/metalen ampoule. De analyse van het afgezonderde volume gebeurt later in het laboratorium. De bemonstering van de gasmuis kan gebeuren door deze te openen nadat deze vooraf vacuüm gezogen is. Een andere manier is het vullen van de gasmuis via doorstroming.

6.2 DIRECTE ANALYSE MET GC (ZIE REFERENTIE 4: EPA METHODE 18)

Hierbij wordt een GC direct aan het meetpunt aangesloten. Waar nodig worden de verbindingstukken tussen GC en meetpunt verwarmd (Direct Interface Sampling).

Deze methode kan worden toegepast indien het watergehalte de analyseprocedure niet beïnvloedt, indien de GC bij de meetplaats kan worden opgesteld en indien de te verwachten concentraties laag genoeg zijn zodat er geen saturatie van de detector optreedt.

7 REFERENTIES

- 1) DIA.RB9733. Ontwikkeling van Meetmethodieken voor de kwantificatie van Vluchtige organische Stoffen – Selectie van bemonsteringsmethoden voor probleememissies.
https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/LUC_validatieverslag_Selectie-bemonsteringsmethoden-voor-probleememissies.pdf
- 2) Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) – Methode LUC/0/005: Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen
<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>
- 3) EPA - Method 18
Measurement of Gaseous Organic Compound Emissions by Gas Chromatography
- 4) CEN/TS 13649 - 2014
Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds – Sorptive sampling method followed by solvent extraction or thermal desorption
- 5) [Compendium voor monsterneming en analyse in uitvoering van het Materialendecreet en Bodemdecreet \(CMA\) – Methode CMA/6/A: Prestatiekenmerken](http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam)
<http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>
[Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water \(WAC\)
Procedure WAC/VI/A/001 Prestatiekenmerken](https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac)
<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>
- 6) VLAREM II
Besluit van de Vlaamse regering van 1 juni 1995 houdende algemene en sectorale bepalingen inzake milieuhygiëne
<https://navigator.emis.vito.be/detail?wold=263&woLang=nl>

- 7) Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) - Methodes LUC/IV/001 t.e.m. 010:
- Methode LUC/IV/001: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde aromatische koolwaterstoffen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/002: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde alifatische halogeenkoolwaterstoffen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/003: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde glycolethers met GC-MS
 - Methode LUC/IV/004: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde esters en acrylaten met GC-MS
 - Methode LUC/IV/005: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde olefinische koolwaterstoffen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/006: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde paraffinische koolwaterstoffen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/007: De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde ketonen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/008: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde ethers met GC-MS
 - Methode LUC/IV/009: De kwantitatieve bepaling van de op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde alcoholen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/010: De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde dimethylformamide met GC-MS
- <https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>
- 8) Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) – Methode LUC/0/003: Bepaling van water in een gasstroom
<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>
- 9) VLAREL
Besluit van de Vlaamse Regering tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu
<https://navigator.emis.vito.be/detail?wold=38542&woLang=nl>
- 10) NBN - ENV 13005 – 2003
Leidraad voor de bepaling en aanduiding van de meetonzekerheid
- 11) ~~Compendium voor monsterneming en analyse in uitvoering van het Materialendecreet en Bodemdecreet (CMA) – Methode CMA/6/B: Meetonzekerheid~~
~~<http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>~~
- Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC)
Procedure WAC/VI/A/002 Meetonzekerheid
<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>