

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Geschiktheid van de meetplaats	4
2.1	<i>Ligging van de meetsectie</i>	4
2.2	<i>Niet conforme meetpunten</i>	4
2.3	<i>Aantonen van de homogeniteit van een meetsectie</i>	4
3	Debietsmeting	6
3.1	<i>Kalibratie van pitotbuizen</i>	6
3.1.1	Standaard pitotbuizen	6
3.1.2	S-type pitotbuizen	6
3.1.3	Gecombineerde sondes	7
3.2	<i>Integriteit van de pitotbuis</i>	7
4	Bemonstering	7
4.1	<i>Rastermeting of éénpuntsmeting?</i>	7
4.1.1	Stofgedragen componenten of meergefasenbemonstering	7
4.1.2	Gasvormige componenten	7
4.2	<i>Lektesten</i>	8
4.3	<i>Veldblanco's</i>	8
4.3.1	Veldblanco's bij manuele bemonsteringen	9
4.3.2	Veldblanco bij dioxines volgens EN 1948-1, 2, 3	10
5	Specifieke vereisten voor enkele methodes	11
5.1	<i>Gasmetingen met continue monitoren</i>	11
5.1.1	Kalibratie en controle van gasmonitoren	11
5.1.2	Controle op verliezen in de leiding	12
5.1.3	Criteria voor zero- en spandrift	12
5.1.4	Zelf certificeren van ijkgasen	13
5.1.5	Validatievereisten van monitoren	13
5.1.6	Evaluatie van de meetonzekerheid	14
5.1.7	Meetbereik en meetonzekerheid	15
5.2	<i>Zuurstofmeting</i>	15
5.3	<i>NO₂ meting</i>	16
5.3.1	NO ₂ -meting door middel van convertor en NO-meting:	16
5.3.2	Ruimere marges voor drift NO ₂	16
5.4	<i>Gravimetrische stofgehaltebepaling</i>	16
5.5	<i>Gravimetrische bepaling van watergehalte</i>	17
5.6	<i>Natchemische bemonsteringen van HCl, HF en andere</i>	17
5.7	<i>Bemonstering van VOS door adsorptie</i>	18
6	Referenties	19

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. Geschiktheid van de 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 HCl, HF, en andere
 - VOS – organische componenten

2 GESCHIKTHEID VAN DE MEETPLAATS

De geschiktheid van de meetplaats moet worden afgetoetst aan de hand van de norm EN 15259. Vanzelfsprekend kunnen bestaande situaties hiervan afwijken. Hoe lang deze afwijkingen blijven voortbestaan is de verantwoordelijkheid van exploitant en vergunningverlener.

Het is evenwel de verantwoordelijkheid van een erkend laboratorium de aandacht van de exploitant te vestigen op de nieuwe vereisten en situaties die hiervan afwijken te melden.

2.1 LIGGING VAN DE MEETSECTIE

In het verslag dient telkens vermeld te worden of een meetplaats voldoet aan de meest recente normen (zie EN 15259) voor wat betreft ligging van de meetsectie en aantal beschikbare meetopeningen. De afwijkingen dienen te worden aangegeven in het meetverslag.

2.2 NIET CONFORME MEETPUNTEN

Wanneer een meting dient uitgevoerd op een niet conforme meetplaats, dan dient dit steeds expliciet in het rapport van de metingen te worden beschreven, met de omschrijving van de vastgestelde afwijkingen zoals:

- Onvoldoende afstand tussen meetvlak en obstakels stroomopwaarts of stroomafwaarts, of tot de monding in de atmosfeer;
- Onvoldoende meetassen of meetopeningen beschikbaar;
- Te kleine meetopeningen voor te gebruiken sondes, in het bijzonder bij stofgebonden componenten (zie aanbevelingen EN 13284-1 en EN 15259);
- Afwezigheid of onveiligheid van het meetplatform.

De vereisten voor de uitrusting van de meetplaats worden daarmee duidelijk gemaakt aan de exploitant en de bevoegde overheid.

2.3 AANTONEN VAN DE HOMOGENITEIT VAN EEN MEETSECTIE

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 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 EN 15259;
- Indien er geen "vermoeden van niet-homogeniteit" is, zoals wordt gesteld in de EN normen voor rookgasmeting (bv. EN 14792 voor NO_x, par. 8.2... "*However, when non-homogeneity of the flue gas is suspected, it shall be demonstrated if the flue gas is homogeneous or not. The homogeneity can be demonstrated with a continuous measurement of O₂ or CO₂ using a fixed and a moving probe.*").

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 voldoet aan de afstandsregels voor stofgehaltebepaling en/of debietsmeting (*);
- Met diameter tot maximaal 1,10 m;
- En er is slechts één bron aangesloten.

(*) De afstandsregels dienen minstens gerespecteerd voor de toevoer van lucht of van verschillende gasstromen, voor de uitstroom naar de atmosfeer en voor bochten stroomopwaarts het meetpunt. Andere verstoringen kunnen voor de homogeniteit van gassen als minder relevant worden beschouwd. Een ventilator kan bijv. de homogeniteit verbeteren, maar indien niet voldaan aan de afstandsregels, dient dit aangetoond.

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 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 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.

3 DEBIETSMETING

Zolang de Belgische norm NBN T 95-001 geldt heeft deze voorrang op de ISO 10780. Dit betekent dat voor kritische toepassingen alleen de NBN T 95-001 rechtsgeldig is en 2 minuten per punt gemeten moet worden.

Kritische toepassingen zijn die waar het gemeten debiet gebruikt wordt voor een toetsing of rapportering die door de wet wordt gevraagd, namelijk:

- Voor emissiegrenswaarden op een massastroom in (k)g/h;
- Als de debietsmeting wordt gebruikt voor het emissiejaarverslag;
- Als de debietsmeting dient voor het opstellen van massabalansen, bv. voor solvent- of nutriëntentebalans.

3.1 KALIBRATIE VAN PITOTBUIZEN

3.1.1 STANDAARD PITOTBUIZEN

Standaard pitotbuizen (L-type) dienen niet gekalibreerd indien ze voldoen aan één van de types die in NBN T 95-001 worden beschreven (AMCA, Cetiat, NPL) en indien ze niet in het veld worden gebruikt. Een kalibratiefactor van $0,99 \pm 0,01$ kan worden toegepast indien de afmetingen voldoen aan ISO 10780 of EPA Method 2. Standaard pitotbuizen die in het veld worden gebruikt, dienen te worden gekalibreerd om de 1 tot 5 jaar, afhankelijk van de gebruiksfrequentie.

3.1.2 S-TYPE PITOTBUIZEN

S-type pitotbuizen kunnen worden gekalibreerd tegenover een standaardtype, in een windtunnel en volgens een procedure die voldoet aan ISO 10780.

Voor S-type pitotbuizen kan bij de ingebruikname worden afgezien van kalibratie indien de geometrische vorm voldoet aan de specificaties van een norm zoals EPA Method 2, en indien bovendien de integriteit wordt opgevolgd met de maten zoals gedefinieerd in bv. EPA Method 2. In dat geval kan een kalibratiefactor van 0,84 worden toegepast.

De parameters die in dat geval dienen gedocumenteerd te worden zijn:

1. Basisafmetingen: buisdiameter D , en afstand van beide openingen tot de as van de sonde: begincontrole gebeurt bij ingebruikname
2. Regelmatig te meten parameters:
 - Openingen planparallel in dwarsrichting (α_1 en $\alpha_2 < 10^\circ$)
 - Openingen planparallel in lengterichting (β_1 en $\beta_2 < 5^\circ$)
 - Gelijke lengte van beide buizen ($z < 3$ mm)
 - Parallele assen van beide buizen ($w < 1$ mm)

De controlebladen met de controles op deze afmetingen dienen bijgehouden te worden. Alternatief kunnen per pitotbuis geïdentificeerde foto's van de tips in de vereiste aanzichten en met meetlat als bewijsmateriaal worden bijgehouden.

S-pitotbuizen die in het veld worden gebruikt, dienen te worden gekalibreerd om de 1 tot 5 jaar, afhankelijk van de gebruiksfrequentie.

3.1.3 GECOMBINEERDE SONDES

Pitotbuizen van gecombineerde sondes dienen steeds te worden gekalibreerd of geverifieerd in een windtunnel.

Gecombineerde sondes (pitotbuis+thermokoppel gekoppeld aan een bemonsteringssonde voor stof/HCl, ...) mogen enkel worden gebruikt om de gassnelheid te meten om het isokinetisme in te stellen. Debieten gemeten met dit type van pitotbuis zijn niet conform NBN T 95-001 of ISO 10780 en moeten worden gerapporteerd met dit voorbehoud. Debieten die op deze niet conforme manier werden bekomen 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 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.

Dit geldt dus steeds voor de bemonstering van stof, zware metalen, PAK's, dioxines en PCB's in emissies.

4.1.2 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 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 EN 15259 (dit kan ook in een niet-homogeen meetvlak);
- Indien er geen vermoeden van inhomogeniteit is (zie punt 2.3).

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 HCl, HF, NH₃, ... via een rastermeting bemonsterd te worden.

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;
- Een algemene regel voor een aanvaardbaar lek bij bemonsteringen is dat het lekdebiet beneden de meetonzekerheid van de gasteller (2%) dient te blijven;
- 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 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, alle veldblanco's
EN13284-1 stof manueel	na elke reeks ⁽¹⁾ minstens 1/dag	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	ja, 10% Dag EGW	ja, all overall blank values
EN 1911 HCl	voor elke reeks ⁽¹⁾ minstens 1/dag	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	ja 10% EGW	ja
prEN 13649 (2011) 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	5% EGW	ja
EN 13211 Hg in rookgas	1/campagne + elke schouw	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	nee	ja, waarde van sampling blank
EN 14385 metalen	1/campagne + elke schouw	Zoals bemonstering Minimum gedurende 2 minuten omgevingslucht doorheen de volledige bemonsteringstrein	ja, 10% EGW	ja, blank values

⁽¹⁾ als definitie voor meetreeks wordt de HCl norm 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 lekttestprocedure. In dat geval dient ook nog een lekttest 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 METHODES

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 IJKGASSEN

Een gecertificeerd ijkgas is vereist als spangas, ofwel:

- BELAC kwaliteit ijkgas, geleverd 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 ijkgasen 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 ijkgasen 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 rookgaskoeler.
- 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.

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 ijkgas zijn. Kalibratie- en controlegas zijn bij voorkeur afkomstig van verschillende gasleveranciers. Indien dit niet het geval is moeten gassen zo mogelijk vanuit een verschillend moedergas bereid zijn.

Concentratie controlegas: bij voorkeur rond 50% van meetbereik

5.1.1.4 CONTROLEKAARTEN BIJ ROOKGASMETINGEN 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

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

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

5.1.3 CRITERIA VOOR ZERO- EN SPANDRIFT

- Zero- en kalibratiegas (of controlegas) 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 nieuwe EN normen, die ook gelden voor meting met elektrochemische toestellen:

	Toegelaten afwijking, als % van concentratie van het ijkgas	
	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 IJGASSEN

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

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

1. Een procedure voor de kalibratie van het ijkgas 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 ijkgas 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 Vlareem 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 rookgasen 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 zodat afwijkingen ten opzichte van de ijklijn (= residuen) zichtbaar worden;
- Minimum aantal punten: 5 + zero (na eliminatie van punten moeten minimum 5 punten overblijven);
- Ijklijn 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 rookgassen 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 bepalinglimiet 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. Indien er geen criterium voor de meetonzekerheid beschikbaar is, dan kan het erkenningscriterium als een redelijke vereiste voor de meetonzekerheid gehanteerd worden. 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, staaaldebit, 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 ondereind van de schaal.

5.2 ZUURSTOFMETING

- Voor zuurstof geldt in Vlaanderen een zeer strenge nauwkeurigheidsvereiste 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 rookgaskoeler. Als het restwatergehalte in de buitenlucht na de koeler tijdens kalibratie van de zuurstofmonitor en tijdens de rookgasmeting 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 minimum nozzlediameter van 6 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.
- Het gebruik van nuldruksondes (geëquilibreerde sondes) is niet meer conform EN 13284-1.
- Nauwkeurigheid van de gasteller: de kalibratie-onzekerheid mag maximaal 2% bedragen.
- 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 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 ter plekke aanwezig zijn indien het watergehalte nodig is om een isokinetische bemonstering uit te voeren (in het andere geval mag ook in het labo afgewogen worden);
- Bij de balans moet een controlegewicht en controlekaart aanwezig zijn. De verwerking van deze controlekaart hoeft niet statistisch te zijn, maar mag met vaste grenzen;

Indien het watergehalte alleen vereist is voor de snelheidsmeting kan eventueel condensatie (+ berekening van restvochtgehalte) of psychrometrie conform NBN T 95-001 worden toegepast. Deze methodes zijn echter minder nauwkeurig en mogen niet worden gebruikt voor omrekening van concentraties naar droge gassen voor de toetsing aan emissiegrenswaarden. Ook voor de omrekening van nat volumedebiet naar debiet droge gassen zijn deze methodes ongeschikt. De capacatieve vochtsonde kan eveneens gebruikt worden voor instelling van het isokinetisme of voor keuze van de bemonsteringsmethode voor VOC via de adsorptiemethode. Bij kritische toepassingen dient het watergehalte nadien dan wel conform EN 14790 of via de absorptie in zwavelzuur bepaald te worden.

5.6 NATCHEMISCHE BEMONSTERINGEN VAN HCl, HF EN ANDERE

- Nauwkeurigheid van de gasvolumemeting: voor de gastellers geldt een maximale kalibratie-onzekerheid van 2%.
- 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 HCl en HF in NaOH oplossingen: dit is voor HCl niet conform met EN 1911. Conform de normen dient HCl bemonsterd in 2 impingers met water en HF 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 HCl en HF. De concentratie aan fluoride en chloride wordt in iedere impinger afzonderlijk bepaald. Voor de HCl- en HF-bemonstering 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.

- Natchemische SO₂ bepaling conform EN 14791: is niet de voorkeursmethode wegens 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 nauwkeurigheidseis van 10% kan worden voldaan.
- Voor de meting van SO₂ dient een continu meettoestel beschikbaar te zijn (erkenningvoorwaarde). 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 (erkenningvoorwaarde).

5.7 BEMONSTERING VAN VOS DOOR ADSORPTIE

- Verplichte registratie van het totaal bemonsterd gasvolume op patroontjes bv. met gasteller
- De back-up sectie dient steeds geanalyseerd te worden, maximale doorbraak 5% van totaal
- 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 NBN-EN 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%.
- 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 3 verschillende concentratieniveaus een kalibratieoplossing gebruikt worden.
- Een correctie voor recovery wordt toegepast in de berekening van het resultaat
- 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 strikt de compendiummethode volgt, moeten ze 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/009
 - Aantoonbaarheids- en rapporteergrens
 - Juistheid
 - Reproduceerbaarheid
 - Meetonzekerheid voor de combinatie van bemonstering en analyse (CMA/6/B)
 - Lineariteit
 - Verdere validatievereisten bij gebruik van methodes anders dan LUC/IV/001 tot en met 009:
 - De minimale eisen uit procedure CMA/6/A van het 'Compendium voor monsterneming en analyse in het kader van het Materialendecreet en Bodemdecreet'
 - Meetonzekerheid voor de combinatie van bemonstering en analyse (CMA/6/B)

6 REFERENTIES

EN 15259: 2007

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

EN 13284-1: 2001

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

EN 14792: 2005

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

EN 14181: 2004

Stationary source emissions – Quality assurance of automated measuring systems

NBN T 95-001: 1979

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

ISO 10780: 1994

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

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

Draft prEN 13649rev: 2011

Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds – Active carbon and solvent desorption method

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

ISO/IEC 17025: 2005

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

EN 14789: 2005

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

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

Bemonstering voor rookgassen en analyse van CO, CO₂, SO₂, NO_x, O₂ en TOC met monitoren (LUC/II/001)

EN 15058: 2006

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: 2003

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

EN 14790: 2005

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: 2005

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

Compendium voor monsterneming en analyse in het kader van het Materialendecreet en Bodemdecreet (CMA)

Methode CMA/6/A

Prestatiekenmerken

<http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>

Compendium voor monsterneming en analyse in het kader 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 lucht (LUC) - procedures LUC/IV/001 t.e.m. 009:

- 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 glycoethers 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 carboxen 1000 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 de op carboxen 1000 geadsorbeerde alcoholen met GC-MS

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