

## Bepaling van het gehalte gasvormig HF in een gaskanaal

## INHOUD

<b>1</b>	<b>Toepassingsgebied</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Aanvullingen of afwijkingen t.o.v. de norm</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Validatie</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>Bepaling van de meetonzekerheid</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>Referenties</b>	<b>5</b>

## 1 TOEPASSINGSGBIED

Voor de bepaling van het gehalte gasvormig HF in een gaskanaal, is volgende norm van toepassing:

- NBN T 95-501: Bepaling van de concentratie aan gasvormige fluoriden van gasemissies

De bovenstaande norm geldt behalve waar expliciet andere of aanvullende eisen in deze compendiumprocedure onder 2 worden opgelegd.

## 2 AANVULLINGEN OF AFWIJINGEN T.O.V. DE NORM

- De bemonstering wordt uitgevoerd met een opstelling conform NBN T 95-501. Dit betekent dat met een verwarmde filter buiten de schouw wordt gewerkt. De filtertemperatuur is minstens 20°C hoger dan het dauwpunt en bij voorkeur minstens 150°C om reacties van de gasen met stofdeeltjes op de filter te minimaliseren. 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 afwezigheid van druppels is een in stack filtratie toegelaten op voorwaarde dat de afgastemperatuur minstens 20°C boven de dauwpuntstemperatuur ligt.
- Bij aanwezigheid van druppeltjes is altijd een isokinetische bemonstering en een rastermeting vereist. Bij afwezigheid van druppels mag de bemonstering niet-isokinetisch met een rechte verwarmde sonde zonder nozzle worden uitgevoerd.
- Bij niet gesplitste gasstromen kan bij afwezigheid van stof een niet verwarmde sonde zonder filter worden gebruikt die na de bemonstering wordt uitgespoeld. Deze spoelvloeistof wordt bij in de eerste impinger opgevangen en wordt mee geanalyseerd.
- De voorwaarden waarbij de gasvormige componenten in niet-verzadigde gasstromen op 1 punt gemeten mogen worden, zijn in de procedure “Essentiële kwaliteitseisen voor emissiemetingen” opgenomen. Indien hieraan niet voldaan is, dan moet een rastermeting worden uitgevoerd.
- De gebruikte materialen moeten inert en fluorarm zijn.
- Minstens voor elke reeks en tenminste 1 keer per dag, moet een veldblanco genomen worden. Dit dient te gebeuren volgens de procedure die in de “Essentiële kwaliteitsvereisten bij emissiemetingen” voor HCl en andere parameters is vastgelegd.
- De HF-concentratie in de blanco moet steeds geanalyseerd en gerapporteerd worden en moet kleiner zijn dan 10% van de EGW.
- De voorwaarden voor uitvoering van de lekttest staan beschreven in de procedure “Essentiële kwaliteitsvereisten bij emissiemetingen”.
- De analyse dient uitgevoerd te worden volgens één van de in WAC/III/C beschreven methoden voor de bepaling van anionen in water (bijvoorbeeld ionselectieve elektrode, ionchromatografie, potentiometrische bepaling met doorstroomsystemen, doorstroomanalyse met spectrofotometrische detectie). De gevoeligheid (bepalingslimiet) en de afwezigheid van interferenties zijn de meest kritische performantiekarakteristieken. De kalibratiestandaarden bij de analyse moeten steeds worden aangemaakt in eenzelfde medium als waarin de stalen gemeten worden, indien geweten is dat het medium invloed heeft. Mogelijke interferenties en specifieke kwaliteitseisen voor de meting met ionselectieve elektrode, spectrometrie en ionchromatografie zijn in de Franse norm NF X43-304 (2007) opgenomen.

- Voor een simultane bemonstering van HCl en HF is een combinatie van 1 wasfles met H<sub>2</sub>O en 2 wasflessen met 0,1 N NaOH toelaatbaar. Deze methode is gebaseerd op NF X43-304. 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.
- 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.
- Aangezien geen criterium voor de absorptie-efficiëntie is opgenomen in de NBN T 95-501, worden voor de absorptie-efficiëntie de vereisten uit de HCl norm EN 1911:2010 overgenomen:
  - Ofwel mag er maximum 5% gasvormig HF in de laatste wasfles/impinger aanwezig zijn;
  - Of de inhoud van de laatste wasfles komt overeen met een concentratie die lager is dan een concentratie overeenkomstig 5 keer de analytische detectielimiet
- Nauwkeurigheid van de gasvolumemeting: voor de gastellers geldt een maximale kalibratie-onzekerheid van 2 %.

### 3 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 CMA/6/A. In deze procedure zijn eveneens definities voor de verschillende prestatiekenmerken opgenomen.

De bepalingslimiet dient minimaal overeen te komen met een tiende van de emissiegrenswaarde. Voor die installaties waar een emissiegrenswaarde van 1 mg/Nm<sup>3</sup> HF van toepassing is, moet de gebruiker kunnen aantonen dat de bepalingsgrens 0,1 mg/Nm<sup>3</sup> HF of lager is. Een bepalingsgrens van 0,1 mg HF/Nm<sup>3</sup> in de gasfase, komt overeen met een bepalingsgrens beneden 0,05 mg/l in de vloeistof, in de veronderstelling van een staalvolume van 100 liter en een finaal vloeistofvolume van 200 ml of meer. De vereiste bepalingsgrens voor de analysemethode wordt op 0,2 mg/l gesteld. Indien deze limiet niet haalbaar is, dienen hogere gasvolumes bemonsterd te worden en dit dient in de procedurebeschrijving te worden voorzien. In dat geval moet eveneens aangetoond worden dat aan de voorwaarden van de absorptie-efficiëntie voldaan is.

## 4 BEPALING VAN DE MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient voor de bepaling van gasvormige fluoriden 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. Een uitgewerkt voorbeeld van de bepaling van de meetonzekerheid op de fluoridebepaling volgens de GUM-benadering wordt in de Franse norm NF X43-304 gegeven. Alternatief is een berekening van de meetonzekerheid volgens de "top-down" methode die in procedure CMA/6/B beschreven wordt, eveneens toegelaten.

## 5 REFERENTIES

NBN T 95-501: 1984

Bepaling van de concentratie aan gasvormige fluoriden van gasemissies

ISO 15713: 2006

Stationary source emissions – sampling and determination of gaseous fluoride content

NF X43-304: 2007

Emissions de sources fixes

Mesurage de la concentration en composés fluorés, exprimée en HF

Méthode manuelle

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

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen (LUC/0/005)

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

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

Methode WAC/III/C

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

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

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)

CMA/6/B

Meetonzekerheid

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

NBN ENV 13005: 2003

Leidraad voor de bepaling en aanduiding van de meetonzekerheid

Guide to the expression of uncertainty in measurement

NBN EN 1911: 2010

Stationary source emissions-Manual method of determination of HCl