

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

---

**INHOUD**

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

## 1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure is van toepassing voor de bepaling van het totale gehalte, dit is de som van de stofvormige- en gasvormige fractie aan volgende metalen en hun verbindingen in een gaskanaal: Sb, As, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, Tl, V, Se, Sn en Hg.

Volgende Europese normen zijn van toepassing:

- EN 14385:2004 voor de totale emissie van Sb, As, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, Tl en V in een concentratiegebied van 0,005 mg/m<sup>3</sup> tot 0,5 mg/m<sup>3</sup> (verbranding van huishoudelijke en gevaarlijke afvalstoffen); ook toepasbaar voor Se en Sn.
- EN 13211: 2001 voor de concentratie aan totaal kwik in een concentratiegebied van 0,001 mg/m<sup>3</sup> tot 0,5 mg/m<sup>3</sup> (afvalverbranding)

Bovenstaande normen gelden behalve waar expliciet andere of aanvullende eisen in deze compendiumprocedure onder 2 worden opgelegd.

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

- De ontsluiting van de filter moet uitgevoerd worden met de ontsluitingsmethode met salpeterzuur, zoutzuur en waterstoffluoride uit de methode CMA/2/II/A.3.
- In CMA/2/I/B zijn de analysemethoden voor de bepaling van elementen in grondwater, eluaten en destructievloeistoffen beschreven. Er dient voldaan te worden aan de kwaliteitseisen voor de analysemethoden van CMA/6/D. Bij de analyse van destructievloeistoffen van filters dient als controlestandaard QC2 een vliegastaal meegenomen dat de volledige procedure inclusief ontsluiting doorloopt. Dit kan een CRM zijn, een reëel vliegastaal of een ringteststaal. Bij analyse van absorptievloeistoffen dient een multi-elementstandaard voor de betreffende metalen aangemaakt te worden in de absorptievloeistof = matrix-effect standaard
- Bij combinatie van stof met totaal metalen volgens NBN EN 14385 moet de filter buiten de schouw in een verwarmd filterhuis op 160°C geplaatst worden indien de rookgastemperatuur lager is dan 160°C en een na-conditionering van de filter op 160°C wordt toegepast voor de bepaling van het stofgehalte. Door deze na-conditionering op 160°C kan namelijk vervluchtiging van metalen die bij de afgastemperatuur in stofvorm voorkomen, optreden. De temperatuur tijdens de na-conditionering van de filter mag nooit de filtratie-temperatuur overschrijden.
- De voorwaarden voor uitvoering van de lekttest staan beschreven in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005).
- Een veldblanco moet steeds genomen, geanalyseerd en gerapporteerd worden. De procedure en het criterium is per norm opgenomen in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005).
- **Gezien de hoge reactiviteit van een mengsel van 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en 65% HNO<sub>3</sub>, moeten deze oplossingen in volgende volgorde samengevoegd worden voor de bereiding van de absorptievloeistof (1,5% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en 3,3% HNO<sub>3</sub> in water): eerst water, dan waterstofperoxide en dan HNO<sub>3</sub> waarbij goed gemengd wordt bij iedere stap. Deze absorptievloeistof moet steeds vers bereid worden aangezien H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in functie van de tijd ontbindt.**

- Voor vluchtige metalen moet de laatste wasfles bij iedere meting afzonderlijk geanalyseerd worden. Volgende doorslagcriteria gelden conform de normen EN 14385 en EN 13211:
  - EN 14385:  
De massaconcentratie van een bepaald element in de derde wasfles mag maximum 10% van de totale concentratie in het gas bedragen. Indien de massaconcentratie voor 1 of meerdere elementen meer dan 10% is van de totale concentratie in het gas, dan is de meting ongeldig.
  - EN 13211:  
De hoeveelheid kwik in de tweede wasfles mag maximum 5% van de totale hoeveelheid kwik in beide impingers of minder dan  $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$  (het grootste van beide criteria) bedragen.

### 3 VALIDATIE

In het algemeen moet een meetmethode in het kader van Vlaretoepasbaar 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;
- 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.

### 4 BEPALING VAN DE MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient voor de bepaling van metalen in een gaskanaal 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 of via de alternatieve "top-down" methode die in procedure CMA/6/B beschreven wordt.

## 5 REFERENTIES

NBN EN 14385:2004

Emissies van stationaire bronnen – Bepaling van de totale emissie van As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl en V

NBN EN 13211:2001

Luchtkwaliteit – Emissies van stationaire bronnen – Manuele methode voor het bepalen van de concentratie aan totaal kwik

EN 13284-1:2001

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

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

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen

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

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

CMA/2/II/A.3

Gesloten en semi-open microgolfoven destructiemethode met salpeterzuur, zoutzuur en waterstoffluoride

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

CMA/2/I/B

Methoden voor de bepaling van elementen

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

CMA/6/A

Prestatiekenmerken

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

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