

## Bepaling van de stofvormige fractie van metalen in een gaskanaal

---

**INHOUD**

<b>1</b>	<b>Toepassingsgebied</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Principe</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Uitrusting</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Kwaliteitsaspecten</b>	<b>4</b>
<b>5</b>	<b>Validatie</b>	<b>4</b>
<b>6</b>	<b>Bepaling van de meetonzekerheid</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Referenties</b>	<b>5</b>

## 1 TOEPASSINGSGEBIED

Sommige metalen hebben in Vlareem een emissiegrenswaarde die geldt voor de “stofvorm”. In deze compendiummethode worden de “stofvormige” metalen gedefinieerd als de metalen die op de filter verzameld worden bij een filtratie bij maximum 105°C. Dit is gebaseerd op de stofnorm NBN X44-002 die vroeger bij het opstellen van Vlareem van toepassing was en die conditioneren op (hoogstens) 105°C voorschreef. De procedure is geldig voor volgende metalen en hun verbindingen: Sb, As, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, Tl, V, Se, Sn en Hg.

## 2 PRINCIPE

Het principe van de bemonstering bestaat uit het isokinetisch aanzuigen van een deelmonster uit een gastroom in een gaskanaal op een representatief aantal meetpunten gedurende een bepaalde tijd waarbij het aantal meetpunten wordt bepaald door de afmetingen van het gaskanaal. Dit aantal en de plaats van de meetpunten voor cirkelvormige en rechthoekige kanalen is gespecificeerd in de norm EN 13284-1.

De stofvormige metalen worden uit de bemonsterde gassen verwijderd door filtratie in de schouw bij de afgastemperatuur. Indien de afgastemperatuur echter hoger is dan 105°C, dan moet de bemonstering met een externe filter op 105°C uitgevoerd worden. De droging van de filter wordt eveneens op een maximale temperatuur van 105°C uitgevoerd.

De stofvormige metalen op de filter dienen na bemonstering ontsloten te worden met de ontsluitingsmethode **conform de norm EN 14385. met salpeterzuur, zoutzuur en waterstoffluoride uit de methode CMA/2/H/A.3**

De analyse moet uitgevoerd worden volgens één van de in CMA/2/I/B beschreven methoden voor de bepaling van elementen in grondwater, eluaten en destructievloeistoffen. 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.

## 3 UITRUSTING

Voor de bemonstering dient de uitrusting te voldoen aan de vereisten van de normen EN 14385 en EN 13211 (Hg). Het gebruik van impingers/wasflessen na de filter voor bemonstering van de gasvormige fractie van de metalen, is hier niet van toepassing.

## 4 KWALITEITSASPECTEN

- De EN 13284-1 primeert op de ISO 9096 wat betreft het aantal meetpunten, de controle van het isokinetisme en de vereiste van een 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 (99,9% voor 0,6 µm) niet kan worden aangetoond.
- Het gebruik van nuldruksondes (geëquilibreerde sondes) is niet meer conform EN 13284-1.
- 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 validatiecriterium is per norm opgenomen in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005).
- 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.

## 5 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;
- 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.

## 6 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.

## 7 REFERENTIES

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

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

ISO 9096: 2003

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

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 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