

6.2 HOEVEELHEID FENOL IN DE ABSORPTIEVLOEISTOF

$$m_{\text{fenol}} = C \cdot a$$

met m_{fenol} : massa fenol in het staal in mg
 C : de fenolconcentratie in de absorptieoplossing in mg/ml
 a : het volume van de absorptievloeistof in ml

6.3 FENOLCONCENTRATIE IN DE GASSTROOM

$$C_{\text{fenol}} = \frac{m_{\text{fenol}}}{V_n}$$

met C_{fenol} : de fenol-concentratie in de gasstroom bij normaaldruk en temperatuur, in mg per Nm³ (droog)
 m_{fenol} : de massa fenol in het staal, in mg
 V_n : het aangezogen gasvolume, in Nm³ (droog)

Indien de fenol-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:

- Bij aanwezigheid van vochtdruppels in aanwezigheid van stof, moeten de sonde en filter op 120°C ingesteld zijn
- Bij aanwezigheid van druppeltjes is altijd een isokinetische bemonstering en een rastermeting vereist.
- Koude punten tussen het filterhuis en de wasflessen moeten vermeden worden. Delen tussen de filter en de 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 afwezigheid van stof kan een niet-verwarmde sonde zonder filter worden gebruikt bij een meting met een opstelling zonder zijstroom.
- 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 wasflessen teruggezogen wordt; indien met gesplitste gasstromen gewerkt wordt, dan wordt bij het opstarten eerst de pomp van de secundaire fenol-bemonsteringslijn aangeschakeld (5 l/min) en pas daarna de hoofdpomp (hoger aanzuigdebiet). Op het einde van de bemonstering wordt de hoofdpomp eerst gestopt, daarna de pomp van de secundaire lijn voor de fenol-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 13284-1 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 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. Voor de absorptie-efficiëntie worden de vereisten uit de HCl norm EN 1911:2010 overgenomen:
 - Ofwel mag er maximum 5% gasvormig fenol 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.
- 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.

8 VALIDATIE

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 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 bepalinglimiet van de meetmethode dient minimaal overeen te komen met een tiende van de emissiegrenswaarde. Indien de algemene emissiegrenswaarde van 20 mg fenol/Nm³ van toepassing is, moet de gebruiker kunnen aantonen dat de bepalingsgrens 2 mg/Nm³ of lager is. Een bepalingsgrens van 2 mg fenol/Nm³ in de gasfase, komt overeen met een bepalingsgrens beneden 1 mg/l in de onverdunde absorptievloeistof, in de veronderstelling van een staalvolume van 150 liter en een finaal vloeistofvolume van 300 ml of meer.

9 MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient voor de bepaling van gasvormig fenol 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 CMA/6/B beschreven wordt. De meetonzekerheid dient rond de emissiegrenswaarde te worden bepaald maar een berekening ervan moet kunnen worden uitgevoerd bij elke gemeten concentratie.

10 REFERENTIES

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

Methode WAC/IV/A/001

Bepaling van fenolische verbindingen in water

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

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

Methode WAC/IV/B/001

Fotometrische bepaling van de fenolindex

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

Method 120 -Tentative Method of Analysis for Determination of Phenolic Compounds in the Atmosphere (4-Aminoantipyrine Method)

Methods of Air Sampling and Analysis (Second edition) pg 324-327

Apha intersociety committee, Editor Morris Katz (1977)

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>

EN 13284-1: 2001

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

ISO 9096: 2003

Stationary source emissions-determination of concentration and mass flow rate of particulate

Validatie van de bemonstering van fenol in water en analyse met de 4-amino-antipyrine-methode
W. Swaans, R. Brabers, W. Aerts
Vito-rapport 2003/MIM/R/136, oktober

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>

NBN ENV 13005: 2003
Leidraad voor de bepaling en aanduiding van de meetonzekerheid
Guide to the expression of uncertainty in measurement