

Bemonstering van individuele vluchtige organische stoffen in een gasstroom

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Principe	3
2.1	<i>Keuze van de bemonsteringstechniek en eventuele voorbehandeling(en)</i>	3
2.2	<i>Toelichting bij de beslissingscriteria</i>	9
3	Uitrusting, uitvoering en aandachtspunten	11
3.1	<i>Eerste voorbehandeling afgas door voorverwarming (methode 1)</i>	12
3.1.1	Uitrusting en uitvoering	12
3.1.2	Aandachtspunten	12
3.2	<i>Voorbehandeling afgas door koeling (methode 2)</i>	13
3.2.1	Uitrusting en uitvoering	13
3.2.2	Aandachtspunten	13
3.3	<i>Directe bemonstering afgas (methode 3)</i>	14
3.3.1	Uitrusting en uitvoering	14
3.3.2	Aandachtspunten	14
3.4	<i>Dynamische verdunning afgas met een statische menger (methode 4)</i>	15
3.4.1	Uitrusting en uitvoering	15
3.4.2	Aandachtspunten	15
3.4.3	Kwaliteitscontrole verdunningsfactor	16
3.5	<i>Dynamische verdunning afgas volgens EPA methode 18 (methode 5)</i>	16
3.5.1	Uitrusting en uitvoering	16
3.5.2	Aandachtspunten	17
3.5.3	Kwaliteitscontrole verdunningsfactor	17
3.6	<i>Dynamische verdunning afgas via een verdunningssonde (methode 6)</i>	18
3.6.1	Uitrusting en uitvoering	18
3.6.2	Aandachtspunten	18
3.6.3	Kwaliteitscontrole verdunningsfactor	19
3.7	<i>Statische verdunning afgas via een gaszak (methode 7)</i>	20
3.7.1	Uitrusting en uitvoering	20
3.7.2	Aandachtspunten	20
3.7.3	Kwaliteitsvereiste	21
3.8	<i>Verwijdering van water via condensatie in een gekoelde wasfles (methode 8)</i>	21
3.8.1	Uitrusting en uitvoering	21
3.8.2	Aandachtspunten	22
4	Analyse	22
5	Bepaling van meetonzekerheid	22
6	Andere methodes	23
6.1	<i>Grab sampling (zie referentie 4: EPA methode 18)</i>	23
6.2	<i>Directe analyse met GC (zie referentie 4: EPA methode 18)</i>	23
7	Referenties	23

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de bemonstering van individuele vluchtige organische stoffen (VOS) in een gasstroom via de adsorptiemethode. Er worden verschillende bemonsteringsmethodes en voorbehandelingsstappen beschreven voor diverse meetomstandigheden (of combinaties ervan) die zich kunnen voordoen in het afgas, met name:

- aanwezigheid van druppels
- hoge temperatuur
- hoog vochtgehalte
- lage of hoge verwachte VOS - concentraties
- aanwezigheid van stof

De adsorptiemethode is in het algemeen toepasbaar voor de kwantitatieve bepaling van individuele VOS in het afgas. Ze is minder geschikt voor metingen na verbranding van VOS in bv. een naverbrandingsinstallatie. Referentie 1 beschrijft de te volgen methodiek indien in deze omstandigheden gemeten moet worden. Samenvattend dient in deze omstandigheden verdunning toegepast te worden, gevolgd door grab-sampling of adsorptie met een geschikt adsorbens.

Voor de keuze van de adsorptiepatronen (adsorbens) en de analysetechniek (desorptie en analyse gedesorbeerd VOS via bv. GC-MS of GC-FID) ervan wordt verwezen naar referentie 2. Vereist is dat de VOS adsorbeerbaar zijn op de gekozen adsorptiepatronen en dat het adsorptie-desorptierendement *ten minste 80 % bedraagt*.

De hier beschreven methodes zijn gebaseerd op EPA methode 18 en de Europese Technical Specification CEN/TS 13649, zie referenties 3 en 4.

2 PRINCIPE

2.1 KEUZE VAN DE BEMONSTERINGSTECHNIEK EN EVENTUELE VOORBEHANDELING(EN)

Voor een geldige bemonstering met adsorptiepatronen moeten de condities zodanig worden ingesteld dat de *back-up sectie van het adsorptiepatroon maximaal 5 %* van de totaal geadsorbeerde hoeveelheid VOS bevat, zie referentie 3. De adsorptiepatronen mogen niet blootgesteld worden aan te hoge afgastemperaturen of vochtgehaltes omdat het adsorptierendement dan sterk afneemt.

Er is een beslissingsboom voorgesteld voor de keuze van de geschikte bemonsteringstechniek in combinatie met eventuele voorbehandeling(en). De beslissingsboom wordt onderverdeeld in schema A, schema B, schema C en schema D.

Schema A is het startpunt van de beslissingsboom. **Indien er niet - wateroplosbare VOS bemonsterd worden, volgt schema B. Voor wateroplosbare VOS** wordt een eerste voorbehandeling van het afgas door voorverwarming voorgesteld indien er gevaar bestaat voor de aanwezigheid van druppels in het afgas (nat afgas) [...]. Nadien wordt er een onderscheid gemaakt naargelang het al dan niet voorverwarmd afgas een temperatuur heeft boven of onder 40°C.

In **schema B** wordt een verdere indeling gemaakt op basis van de temperatuur en het dauwpunt van het afgas.

Indien het afgas een temperatuur onder 40°C heeft en er geen gevaar is voor condensatie dan is geen verdere voorbehandeling nodig en kan gekozen worden voor directe bemonstering van het afgas.

Indien het afgas een temperatuur groter of gelijk aan 40°C heeft, of er gevaar is voor condensatie dan is voorbehandeling nodig en worden twee mogelijkheden gegeven:

- eerste mogelijkheid: koeling door toevoeging van koud inert gas via statische of dynamische verdunning waarbij de gekozen verdunningsfactor kleiner is dan 10.
- tweede mogelijkheid: gebruik maken van een glazen koelspiraal.

Indien **bij de bemonstering van wateroplosbare VOS** het al dan niet voorverwarmd afgas een temperatuur onder 40°C heeft dan wordt verwezen naar **schema C**. In **schema C** wordt dan een verdere onderverdeling gemaakt op basis van het dauwpunt van het afgas.

Wanneer er geen gevaar bestaat voor condensatie van water in het afgas bij afkoeling naar de omgevingstemperatuur dan is geen verdere voorbehandeling nodig en kan gekozen worden voor directe bemonstering van het afgas.

Bij gevaar van condensatie worden 2 mogelijkheden gegeven met de respectievelijke criteria:

- eerste mogelijkheid is een voorbehandeling van het afgas door statische of dynamische verdunning waarbij de gekozen verdunningsfactor kleiner is dan 10. Na verdunning mag er geen gevaar meer zijn voor condensatie, zo niet dient het afgas onverdund bemonsterd te worden waarbij het aanwezige water verwijderd wordt door condensatie (=tweede mogelijkheid).
- tweede mogelijkheid is een voorbehandeling door verwijdering van water via condensatie in een gekoelde wasfles. Na de bemonstering moeten de onverwarmde delen van de bemonsteringstrein voldoende nagespoeld worden, zodat alle condensaat verzameld wordt. Hierbij moet de hoeveelheid condensaat en spoelvloeistof groot genoeg zijn om nog analyseerbaar te zijn. Wanneer dit niet het geval is, dient een statische of dynamische verdunning (=eerste mogelijkheid) toegepast te worden. De verzamelde hoeveelheid condensaat en spoelvloeistof dienen geanalyseerd te worden met een gevalideerde methode. De minimale prestatiekenmerken van deze methode zijn vermeld in CMA/6/A (referentie 5).

Bij de bemonstering van de patronen, al dan niet voorafgegaan door een voorbehandeling, wordt in functie van de te verwachten concentraties VOS aangegeven welk volume afgas dient aangezogen te worden evenals het staalnamedebiet waarmee dit dient te gebeuren en dit met de bedoeling om doorbraak te voorkomen.

Heeft **bij de bemonstering van wateroplosbare VOS** het al dan niet voorverwarmd afgas uit schema A een temperatuur **groter of gelijk aan 40°C** dan wordt verwezen naar **schema D**.

Wanneer bij afkoeling naar de omgevingstemperatuur geen gevaar bestaat voor condensatie van water in het afgas dan kan gekozen worden uit 2 voorbehandelingen om het afgas af te koelen:

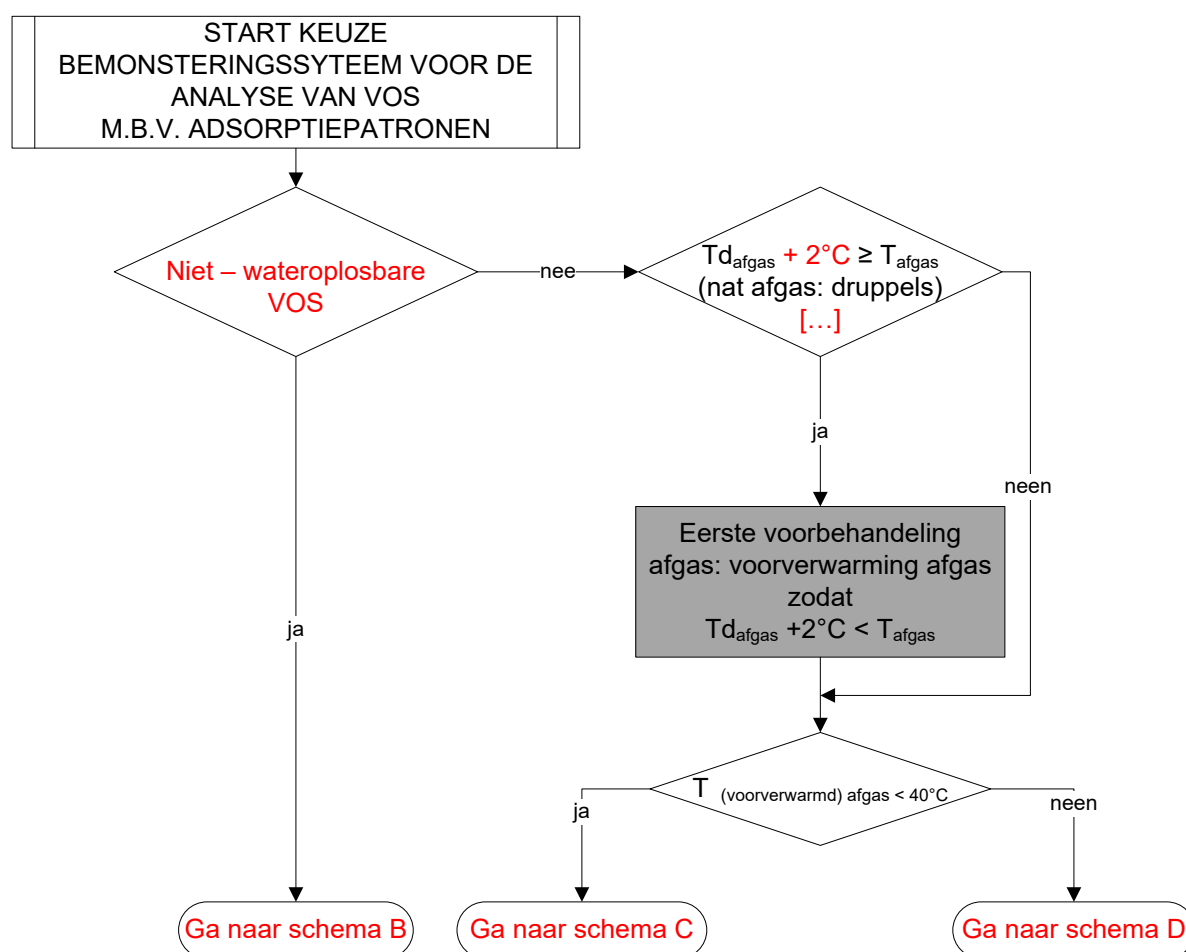
- eerste mogelijkheid: koeling door toevoeging van koud inert gas via statische of dynamische verdunning waarbij **de gekozen verdunningsfactor kleiner is dan 10**.
- tweede mogelijkheid: gebruik maken van een glazen koelspiraal.

Bij gevaar van condensatie van water worden 2 mogelijkheden gegeven met de respectievelijke criteria:

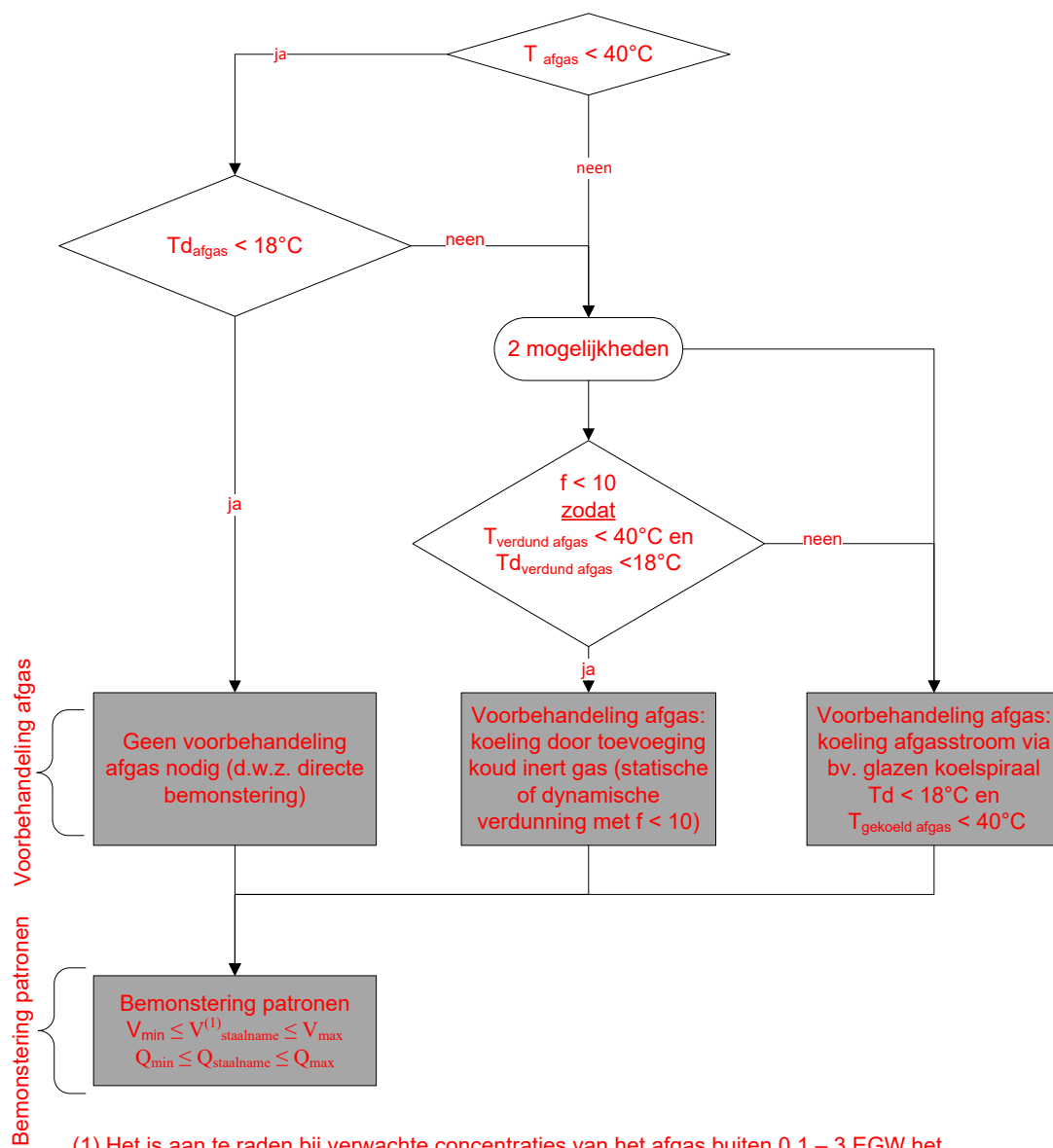
- eerste mogelijkheid: statische of dynamische verdunning **waarbij de gekozen verdunningsfactor kleiner is dan 10**. De tweede mogelijkheid (verwijdering water door condensatie) wordt impliciet van toepassing indien het afgas meer dan 10 keer dient verdund te worden om condensatie te vermijden.
- tweede mogelijkheid: voorbehandeling door verwijdering van water via condensatie in een gekoelde wasfles. Na de bemonstering moeten de onverwarmde delen van de bemonsteringstrein voldoende nagespoeld worden, zodat alle condensaat verzameld wordt. **Hierbij moeten de te bepalen stoffen in de verzamelde hoeveelheid condensaat en spoelvloeistof boven bepalingsgrens analyseerbaar zijn**. Wanneer dit niet het geval is, dient een statische of dynamische verdunning (=eerste mogelijkheid) toegepast te worden. De verzamelde hoeveelheid condensaat en spoelvloeistof dienen geanalyseerd te worden met een gevalideerde methode. De minimale prestatiekenmerken van deze methode zijn vermeld in CMA/6/A (referentie 5).

Bij de bemonstering van de patronen, al dan niet voorafgegaan door een voorbehandeling, wordt in functie van de te verwachten concentraties VOS aangegeven welk volume afgas dient aangezogen te worden evenals het staalnamedebiet waarmee dit dient te gebeuren en dit met de bedoeling om doorbraak te voorkomen.

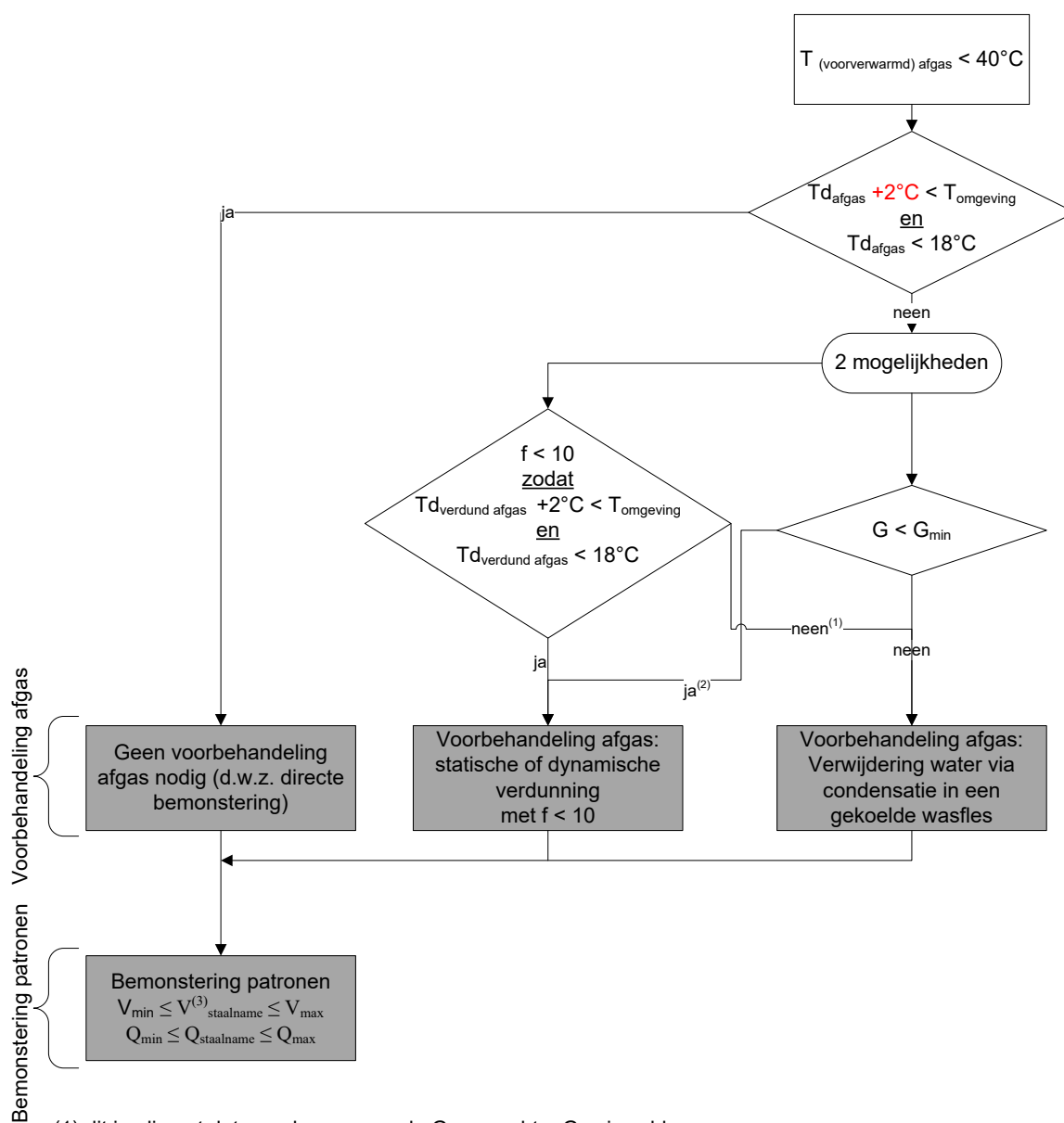
Schema A: Beslissingsboom bemonstering



Schema B: Beslissingsboom bemonstering



Schema C: Beslissingsboom bemonstering

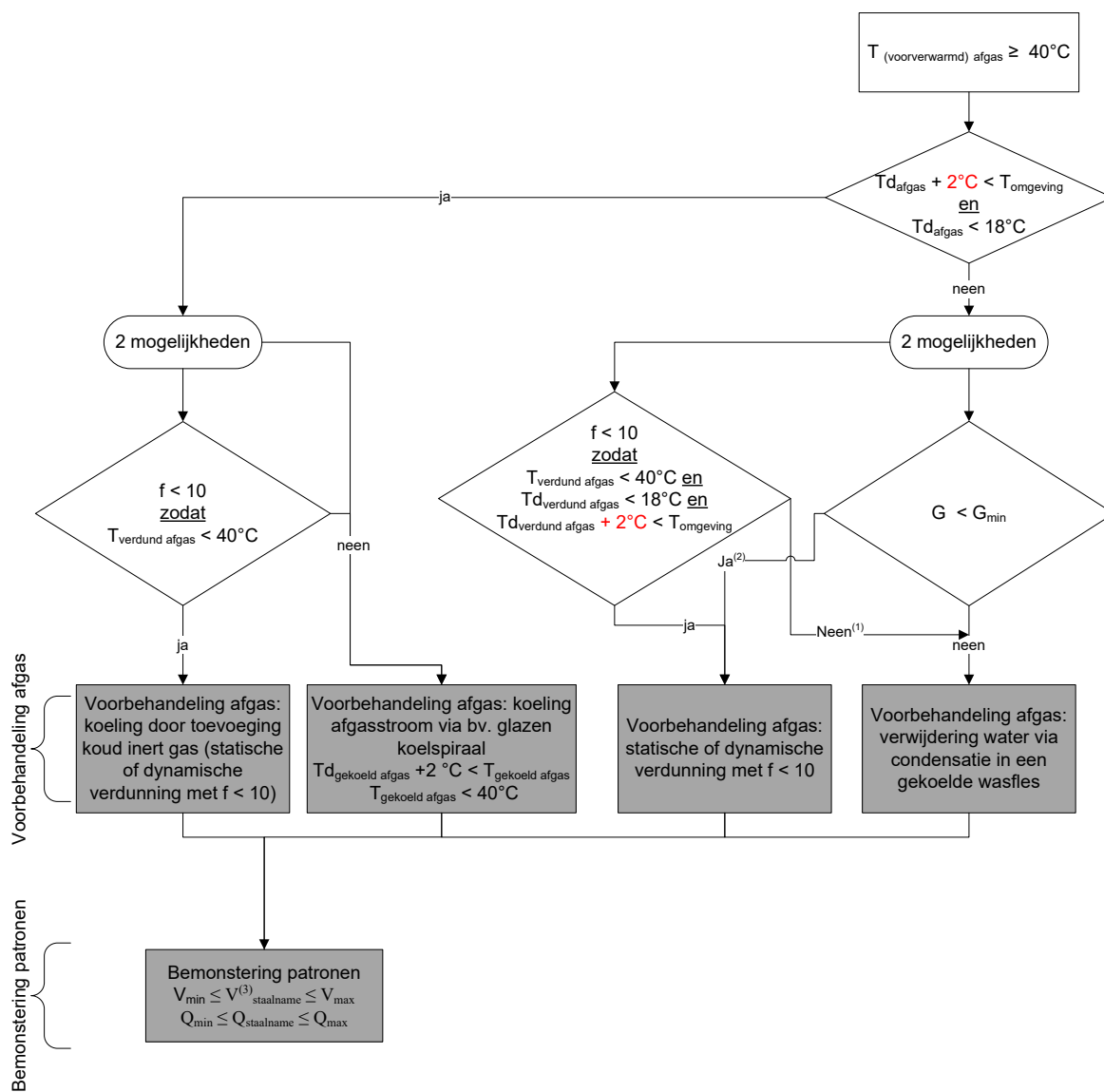


(1) dit impliceert dat aan de voorwaarde G verwacht $> G_{\min}$ is voldaan.

(2) dit impliceert dat aan de voorwaarden $T_{d,\text{verdund afgas}} < 18^\circ\text{C}$ en $T_{d,\text{verdund afgas}} + 2^\circ\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ voor de keuze van $f < 10$ is voldaan.

(3) Het is aan te raden bij verwachte concentraties van het afgas buiten 0,1 – 3 EGW het staalnamevolume aan te passen

Schema D: Beslissingsboom bemonstering



(1) dit impliceert dat aan de voorwaarde $G_{\text{verwacht}} > G_{\text{min}}$ is voldaan.

(2) dit impliceert dat aan de voorwaarden $T_{\text{verdund afgas}} < 40^{\circ}\text{C}$ en $T_{\text{d,verdund afgas}} < 18^{\circ}\text{C}$ en $T_{\text{d,verdund afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ voor de keuze van $f < 10$ is voldaan.

(3) Het is aan te raden bij verwachte concentraties in het afgas buiten 0,1 – 3 EGW het staalnamevolume aan te passen

2.2 TOELICHTING BIJ DE BESLISSINGSCRITEIA

Algemeen

EGW: emissiegrenswaarde volgens VLAREM II (referentie 6), uitgedrukt in mg/Nm³ droog

f: toegepaste verdunningsfactor die voldoet aan de gestelde eisen i.e. dauwpunt afgang voldoende laag zodat er geen gevaar voor condensatie is of temperatuur verdund afgang < 40°C.

G: gewicht van condensaat en spoelvroestof in gram

G_{min}: minimaal gewicht nodig voor analyse in gram

Q_{max}: maximaal staalnamedebiet zonder gevaar doorbraak adsorptiepatroon in NI/min

Q_{min}: minimaal staalnamedebiet, afhankelijk van de gebruikte apparatuur in NI/min

Q_{staalname}: toegepast staalnamedebiet voor bemonstering adsorptiepatroon in NI/min

T_{afgas}: temperatuur van het afgang in °C

T_{gekoeld afgang}: temperatuur van het gekoelde afgang in °C

T_{omgeving}: temperatuur van de omgevingslucht in °C

T_{verdund afgang}: temperatuur van het verdunde afgang in °C

T_{(voorverwarmd) afgang}: temperatuur van het afgang na **mogelijke** voorverwarming in °C

T_{dafgas}: dauwpunt van het afgang in °C

T_{dgekoeld afgang}: dauwpunt van het gekoelde afgang in °C

T_{dverdund afgang}: dauwpunt van het verdunde afgang in °C

V_{max}: maximaal toegelaten staalnamevolume zonder gevaar voor doorbraak; in NI

V_{min}: minimaal vereist staalnamevolume nodig om voldoende gevoelig te kunnen meten; in NI

V_{staalname}: staalnamevolume dat door het adsorptiepatroon wordt gezogen; in NI

Niet wateroplosbare VOS (schema A)

Indien geen van de VOS wateroplosbaar is, mag naar schema B gegaan worden.

T_{dafgas} +2°C ≥ T_{afgas} (schema A)

Wanneer voldaan is aan dit criterium dan bestaat gevaar voor aanwezigheid van druppels in het afgang (nat afgang), zodat als eerste voorbehandeling een voorverwarming van het afgang moet worden toegepast [...]

T_{(voorverwarmd) afgang} < 40°C (schema A)

Dit is het beslissingscriterium om naar schema **C of D** te gaan. Hierbij is het afgang al dan niet voorverwarmd. Als temperatuur wordt 40°C gekozen zoals in CEN/TS 13649 wordt voorgeschreven.

T_{afgas} < 40°C (schema B)

Dit is het beslissingscriterium om directe bemonstering al dan niet te verwerpen. Als temperatuur wordt 40°C gekozen zoals in CEN/TS 13649 wordt voorgeschreven.

$T_{\text{afgas}} < 18^{\circ}\text{C}$ (schema B)

Dit criterium is een veilige bovengrens voor de bemonstering van adsorptiepatronen om mogelijke doorbraak en negatieve invloeden op de desorptie-efficiëntie te vermijden ten gevolge van de belading met hoge watergehalten.

 $T_{\text{afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ en $T_{\text{afgas}} < 18^{\circ}\text{C}$ (schema C en D)

Met het eerste deel van dit criterium wordt nagekeken of er gevaar bestaat voor de condensatie van het water in het afgas wanneer het afgas afkoelt naar omgevingstemperatuur bij onverwarmde apparatuur.

Het tweede deel van dit criterium is een veilige bovengrens voor de bemonstering van adsorptiepatronen om mogelijke doorbraak en negatieve invloeden op de desorptie-efficiëntie te vermijden ten gevolge van de belading met hoge watergehalten.

 $f < 10$ (schema B, C en D)

Als criterium om statische of dynamische verdunning toe te passen wordt gesteld dat de verdunningsfactor minder dan 10 moet bedragen. Deze bovengrens wordt gekozen op basis van de veronderstelling dat de mogelijke meetfout anders te groot zou worden.

 $G < G_{\text{min}}$ (schema C en D)

Hier wordt bij de verwijdering van water via een gekoelde wasfles nagegaan of het gewicht van het condensaat en spoelvloeistof op een voldoende nauwkeurige wijze kan bepaald worden.

Indien het gewicht te laag is dan kan de statische of dynamische verdunning als alternatief worden toegepast. Aan de gestelde eisen voor de verdunning is dan impliciet voldaan, vermits het watergehalte laag genoeg is zodat minder dan 10 keer verdund kan worden.

Verwachte concentraties van het afgas van 0,1 tot 3 x EGW (schema B, C en D)

Wanneer de verwachte concentraties in het afgas hieraan voldoen dan kunnen de bemonsteringscondities voor adsorptiepatronen vermeld in het Compendium Lucht (referentie 7) toegepast worden.

Verwachte concentraties van het afgas $< 0,1 \times \text{EGW}$ of $> 3 \times \text{EGW}$ (schema B, C en D)

Indien de verwachte concentraties in het afgas kleiner zijn dan 0,1 keer de emissiegrenswaarde, wordt aangeraden om het totale staalnamevolume voor de bemonstering van de adsorptiepatronen te verhogen. In het andere extreem, wanneer de verwachte concentratie groter is dan 3 keer de emissiegrenswaarde, wordt aangeraden om het totale staalnamevolume te verlagen.

3 UITRUSTING, UITVOERING EN AANDACHTSPUNTEN

Het dauwpunt van de gasstroom dient altijd bepaald te worden voor aanvang van de meting. Deze bepaling kan gebeuren met behulp van methode LUC/0/003 (referentie 8). Gebruik van alternatieve methoden is toegelaten voor de bepaling van het dauwpunt in functie van de keuzes uit de beslissingsboom.

Voor elke bemonstering moet de bemonsteringstrein op lektheid gecontroleerd worden. Tevens dient er een blanco staalname uitgevoerd te worden. De voorwaarden en criteria voor uitvoering van de lektheid en de blanco staalname worden vermeld in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005). In deze procedure zijn ook de voorwaarden opgenomen waarbij de gasvormige componenten op 1 punt mogen gemeten worden. Indien niet aan deze voorwaarden voldaan is, dient een rastermeting uitgevoerd te worden. Voor de meting van wateroplosbare componenten bij aanwezigheid van druppeltjes is altijd een isokinetische bemonstering en een rastermeting vereist.

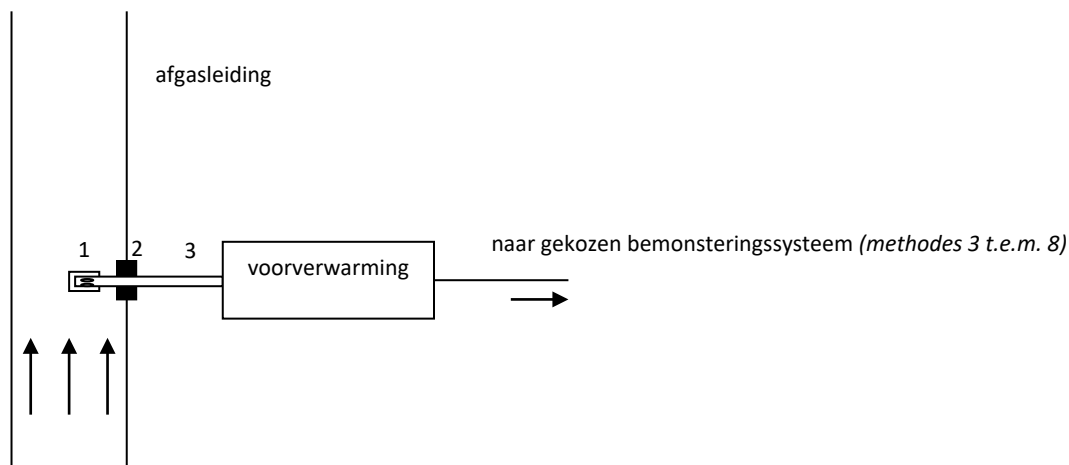
Er worden in wat volgt 8 verschillende methodes algemeen beschreven die mogelijk kunnen toegepast worden bij bemonstering van VOS d.m.v. adsorptiepatronen, namelijk:

- eerste voorbehandeling afgas door voorverwarming (methode 1)
- eerste voorbehandeling afgas door koeling (methode 2)
- directe bemonstering afgas (methode 3)
- dynamische verdunning afgas met een statische menger (methode 4)
- dynamische verdunning afgas volgens EPA methode 18 (methode 5)
- dynamische verdunning afgas via een verdunningssonde (methode 6)
- statische verdunning afgas via een gaszak (methode 7)
- verwijdering van water via condensatie in een gekoelde wasfles (methode 8)

Hierbij worden telkens de uitrusting en uitvoering alsook specifieke aandachtspunten van de methode weergegeven.

3.1 EERSTE VOORBEHANDELING AFGAS DOOR VOORVERWARMING (METHODE 1)

3.1.1 UITRUSTING EN UITVOERING



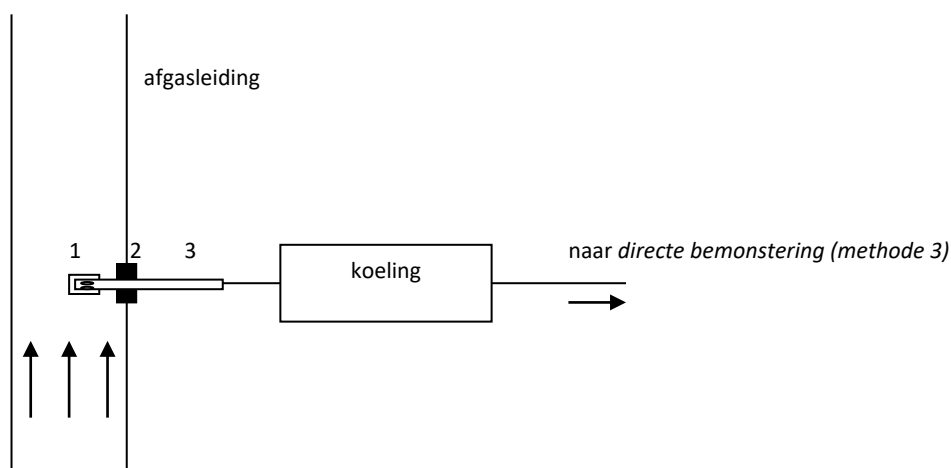
- 1: glasvezel filterhuls (verwarmd)
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde (verwarmd)

3.1.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode is bedoeld als eerste voorbehandeling bij nat afgas (aanwezigheid van druppels: $T_{\text{afgas}} + 2^{\circ}\text{C} \geq T_{\text{afgas}}$ en wateroplosbare VOS,
- dit wordt vóór de *directe bemonstering (methode 3)*, *dynamische verdunning (methode 4, 5 of 6)*, *statische verdunning (methode 7)* of *verwijdering van water (methode 8)* geplaatst,
- keuze voorverwarmingstemperatuur ($T_{\text{voorverwarmd afgang}}$): $T_{\text{afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{voorverwarmd afgang}} < 150^{\circ}\text{C}$,
- de leidingen en onderdelen van de voorverwarming die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de leidingen dienen zo kort mogelijk te zijn
- koude punten vóór de voorverwarming dienen vermeden te worden.

3.2 VOORBEHANDELING AFGAS DOOR KOELING (METHODE 2)

3.2.1 UITRUSTING EN UITVOERING



1: glasvezel filterhuls

2: afdichting meetopening

3: sonde

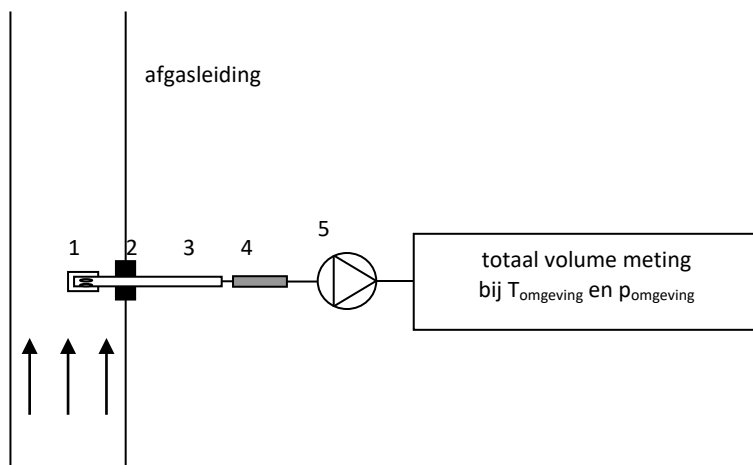
opmerking: de koeling kan bijvoorbeeld bestaan uit een glazen koelspiraal die door de omgevingslucht passief gekoeld wordt.

3.2.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij warme afgassen ($T_{\text{afgas}} \geq 40^\circ\text{C}$), en/of bij natte afgassen waar enkel niet - wateroplosbare stoffen worden bepaald; waarna op het gekoelde afgas de directe bemonstering (methode 3) kan worden toegepast,
- eisen:
 - $T_{\text{afgas}} + 2^\circ\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ (geen gevaar condensatie van water of VOS in leidingen [...]) en $T_{\text{afgas}} < 18^\circ\text{C}$ (geen gevaar verhoogd risico doorbraak patroon of lagere desorptie-efficiëntie),
 - keuze koeltemperatuur ($T_{\text{gekoeld afgas}}$): $T_{\text{gekoeld afgas}} + 2^\circ\text{C} < T_{\text{gekoeld afgas}} < 40^\circ\text{C}$ (geen gevaar gedeeltelijke thermische desorptie van adsorptiepatroon),
 - de leidingen en onderdelen van de koeling die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de leidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

3.3 DIRECTE BEMONSTERING AFGAS (METHODE 3)

3.3.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: glasvezel filterhuls
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde
- 4: adsorptiepatroon
- 5: pomp

3.3.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,

- eisen:

- $T_{\text{afgas}} < 40^{\circ}\text{C}$ (geen **gevaar voor verlies van VOS op adsorptiepatroon**, indien niet voldaan dan is eerste voorbehandeling *koeling afgas (methode 2)* vereist zodat $T_{\text{gekoeld afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{gekoeld afgas}} < 40^{\circ}\text{C}$),
- $T_{\text{afgas}} < 18^{\circ}\text{C}$ (geen **gevaar verhoogd risico doorbraak patroon of lagere desorptie-efficiëntie**) en voor wateroplosbare VOS $T_{\text{afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ (geen **gevaar condensatie in leidingen en patroon**),

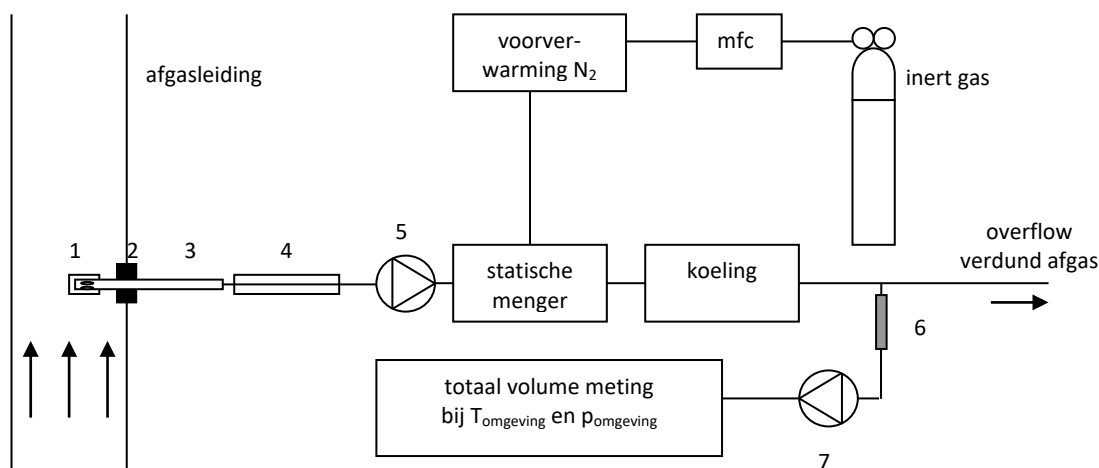
- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebiet ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:

- indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; bemonstering patronen: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$,
- indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW dan wordt aangeraden om bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} = V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{max}}$,
- indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\text{min}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{min}}$,

- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternamingleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

3.4 DYNAMISCHE VERDUNNING AFGAS MET EEN STATISCHE MENGER (METHODE 4)

3.4.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: glasvezel filterhuls
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde (verwarmd)
- 4: verwarmde leiding (max. 150°C)
- 5: pomp met verwarmde pompkop (max. 150°C), pompkamer bekleed met inert materiaal
- 6: adsorptiepatroon
- 7: pomp
- mfc: mass flow controller

3.4.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij hoge koolwaterstofconcentraties waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- deze methode wordt toegepast bij warme en/of natte afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast ($T_{\text{afgas}} \geq 40^\circ\text{C}$ en/of $T_{d\text{afgas}} \geq 18^\circ\text{C}$),
- eisen:
 - $T_{d\text{afgas}} < T_{\text{(voorverwarmd) afgang}} \leq 150^\circ\text{C}$
- keuze verdunningsfactor f:
 - $f < 10$ zodat na de koeling verdund afgang: $T_{\text{verdund afgang}} < 40^\circ\text{C}$ en $T_{d\text{verdund afgang}} + 2^\circ\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ en $T_{d\text{verdund afgang}} < 18^\circ\text{C}$,
- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebiet ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgang:
 - indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; dan bemonstering patronen: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$,
 - indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW; dan bemonstering patronen bij voorkeur als volgt uitvoeren: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$, $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$ en analytische bepalingsgrens verkleinen a rato de gebruikte verdunningsfactor,
 - indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\text{min}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{min}}$,

- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternamingleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

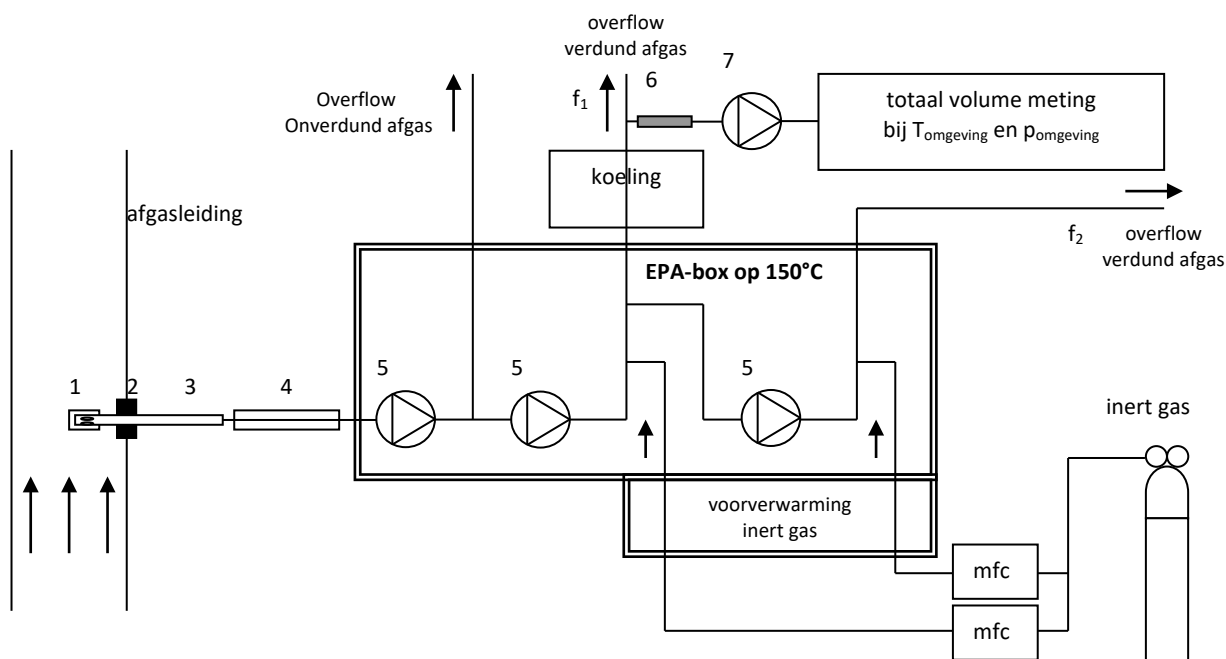
3.4.3 KWALITEITSCONTROLE VERDUNNINGSFACTOR

Bij elke meetdag dient een controle van de verdunningsfactor uitgevoerd te worden. Hiervoor kan één van onder vermelde opties worden toegepast:

- stabiliteit aanzuigdebiet verwarmde pomp: bepaling debiet vóór en na de meting via een totale volumemeting waarbij het gehele verdunningsstelsel is aangesloten (inclusief verwarmde leiding),
- door vergelijking met een gemeten verdunningsfactor op basis van simultane metingen met bijvoorbeeld een FID-analyser in het onverdunde en verdunde afgas. De meetonzekerheid op de verdunningsfactor moet meegenomen worden in het totale meetonzekerheidsbudget.

3.5 DYNAMISCHE VERDUNNING AFGAS VOLGENS EPA METHODE 18 (METHODE 5)

3.5.1 UITRUSTING EN UITVOERING



1: glasvezel filterhuls

2: afdichting meetopening

3: sonde (verwarmd)

4: verwarmde leiding (150°C)

5: pomp met verwarmde pompkop (150°C), pompkamer bekleed met inert materiaal

6: adsorptiepatroon

7: pomp

mfc: mass flow controller

opmerking: f_1 en f_2 zijn de eerste en tweede verdunningsfactor, ingesteld op basis van de respectievelijke debieten

3.5.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij hoge koolwaterstofconcentraties waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- deze methode wordt toegepast bij warme **en/of natte** afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast ($T_{\text{afgas}} \geq 40 \text{ °C}$ en/of $T_{\text{d,afgas}} \geq 18 \text{ °C}$),
- eisen:
 - $T_{\text{d,afgas}} < T_{\text{voorverwarmd afgas}} \leq 150 \text{ °C}$,
- keuze verdunningsfactor f :
 - $f < 10$ zodat na de koeling verdund afgas: $T_{\text{verdund afgas}} < 40 \text{ °C}$ en $T_{\text{d,verdund afgas}} + 2 \text{ °C} < T_{\text{omgeving}}$ en $T_{\text{d,verdund afgas}} < 18 \text{ °C}$,
- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebiet ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:
 - indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; dan bemonstering patronen: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$ en $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$,
 - indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW; dan bemonstering patronen bij voorkeur als volgt uitvoeren: $V_{\text{min}} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\text{max}}$, $Q_{\text{min}} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\text{max}}$ en analytische bepalingsgrens verkleinen a rato de gebruikte verdunningsfactor,
 - indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\text{min}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{min}}$,
- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternamingleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

3.5.3 KWALITEITSCONTROLE VERDUNNINGSFACITOR

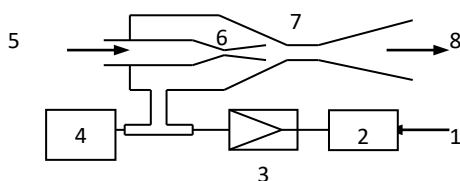
Bij elke meetdag dient een controle van de verdunningsfactor uitgevoerd te worden. Hiervoor kan een van onder vermelde opties worden toegepast:

- stabiliteit aanzuigdebiet verwarmde pompen: bepaling debieten vóór en na de meting via een totale volumemeting waarbij het gehele verdunningssysteem is aangesloten (inclusief verwarmde leiding),
- door vergelijking met een gemeten verdunningsfactor op basis van simultane metingen met bijvoorbeeld een FID-analyser in het onverdunde en verdunde afgas. De meetonzekerheid op de verdunningsfactor moet meegenomen worden in het totale meetonzekerheidsbudget.

3.6 DYNAMISCHE VERDUNNING AFGAS VIA EEN VERDUNNINGSSONDE (METHODE 6)

3.6.1 UITRUSTING EN UITVOERING

- schema principe verdunningssonde:



1: toevoer onverdund afgas (via gecreëerde onderdruk in de ruimte tussen primaire en secundaire venturi t.g.v. gas op overdruk (5))

2: kwartsfilter

3: kritisch capillair (creatie constant debiet)

4: drukmeting

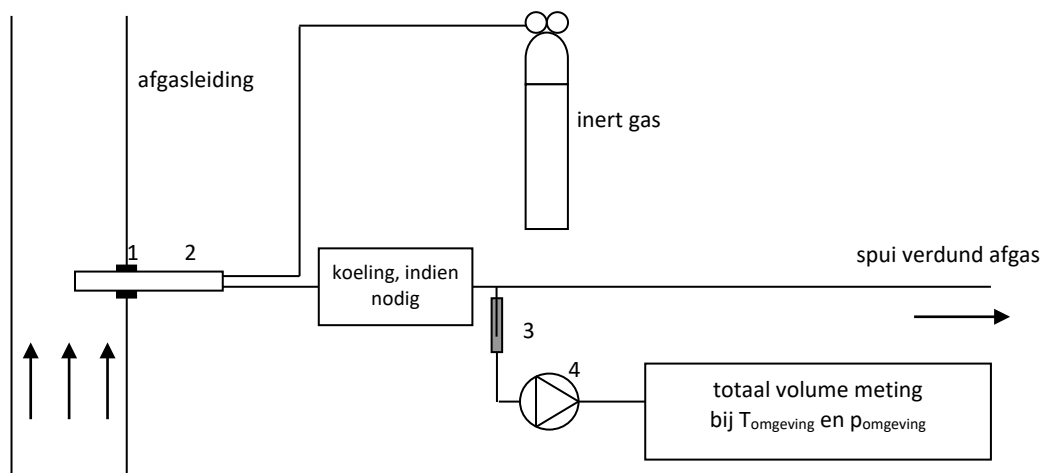
5: toevoer inert verdunningsgas op overdruk

6: primaire venturi

7: secundaire venturi

8: afvoer verdund afgas

- bemonsteringsopstelling:



1: afdichting meetopening

2: verwarmde verdunningssonde op 150°C met kwartsfilter en drukmeting

3: adsorptiepatroon

4: pomp

3.6.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,

- deze methode wordt toegepast bij hoge koolwaterstofconcentraties waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,

- deze methode wordt toegepast bij warme afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast ($T_{\text{afgas}} \geq 40^\circ\text{C}$),

- eisen:

- Voor wateroplosbare VOS: $T_{\text{afgas}} < T_{\text{afgas}}$ (geen gevaar van druppels)

- keuze verdunningsfactor f:

- $f < 10$ zodat na de koeling verdund afgas: $T_{\text{verdund afgas}} < 40^{\circ}\text{C}$ en $T_{\text{verdund afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ en $T_{\text{verdund afgas}} < 18^{\circ}\text{C}$,

- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebiet ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:

- indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; dan bemonstering patronen:

$V_{\min} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\max}$ en $Q_{\min} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\max}$,

- indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW; dan bemonstering patronen bij voorkeur als volgt uitvoeren: $V_{\min} \leq V_{\text{staalname}} \leq V_{\max}$, $Q_{\min} \leq Q_{\text{staalname}} \leq Q_{\max}$ en analytische bepalingsgrens verkleinen a rato de gebruikte verdunningsfactor,

- indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\min}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\min}$,

- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternamingleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn.

3.6.3 KWALITEITSCONTROLE VERDUNNINGSFACITOR

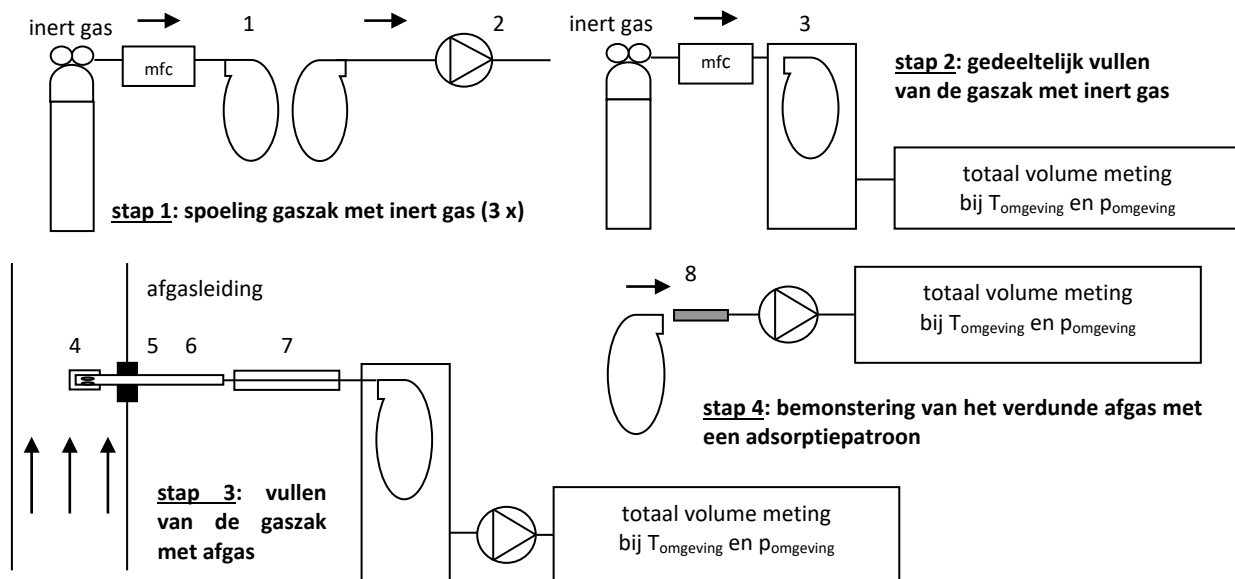
Bij elke meetdag dient een controle van de verdunningsfactor uitgevoerd te worden. Hiervoor worden onderstaande methodes toegepast:

- **stabiliteit aanzuigdebiet:** bepaling debieten vóór en na de meting via voorziening kalibratie-ingang verdunningssonde,

- via drukmeting van aangemaakte onderdruk (zie 4 bij schema principe verdunningssonde).

3.7 STATISCHE VERDUNNING AFGAS VIA EEN GASZAK (METHODE 7)

3.7.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: gaszak
- 2: pomp
- 3: gaszak in onvervormbare ton
- 4: glasvezel filterhuls
- 5: afdichting meetopening
- 6: sonde (verwarmd)
- 7: verwarmde leiding (max. 150°C)
- 8: adsorptiepatroon
- mfc: mass flow controller

3.7.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij hoge koolwaterstofconcentraties waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- deze methode wordt toegepast bij warme **en/of natte** afgassen waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast ($T_{afgas} \geq 40^\circ\text{C}$ **en/of** $T_{d_{afgas}} \geq 18^\circ\text{C}$),
- eisen:
 - $T_{d_{afgas}} < T_{(voorverwarmd) \text{ afgas}} \leq 150^\circ\text{C}$
- keuze verdunningsfactor f :
 - $f < 10$ zodat na de toevoeging afgas in gaszak: $T_{verdund \text{ afgas}} < 40^\circ\text{C}$ **en** $T_{d_{verdund \text{ afgas}}} + 2^\circ\text{C} < T_{omgeving}$ **en** $T_{d_{verdund \text{ afgas}}} < 18^\circ\text{C}$,
- keuze staalnamevolume ($V_{staalname}$) en staalnamedebiet ($Q_{staalname}$) patronen: in functie van de bemonsteringstijd en de te verwachten concentratie(s) in het afgas:
 - indien de concentratie gesitueerd is tussen 0,1 tot 3 x EGW; dan bemonstering patronen: $V_{min} \leq V_{staalname} \leq V_{max}$ **en** $Q_{min} \leq Q_{staalname} \leq Q_{max}$,
 - indien de concentratie kleiner is dan 0,1 x EGW; dan bemonstering patronen bij voorkeur als volgt uitvoeren: $V_{min} \leq V_{staalname} \leq V_{max}$, $Q_{min} \leq Q_{staalname} \leq Q_{max}$ en analytische bepalingsgrens verkleinen a rato de gebruikte verdunningsfactor,

- indien concentratie groter is dan 3 x EGW dan wordt aangeraden bij bemonstering patronen: $V_{\text{staalname}} < V_{\text{min}}$ en $Q_{\text{staalname}} = Q_{\text{min}}$,
- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...). De monsternamingleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn, en indien nodig verwarmd. Condensatie dient steeds vermeden te worden.

3.7.3 KWALITEITSVEREISTE

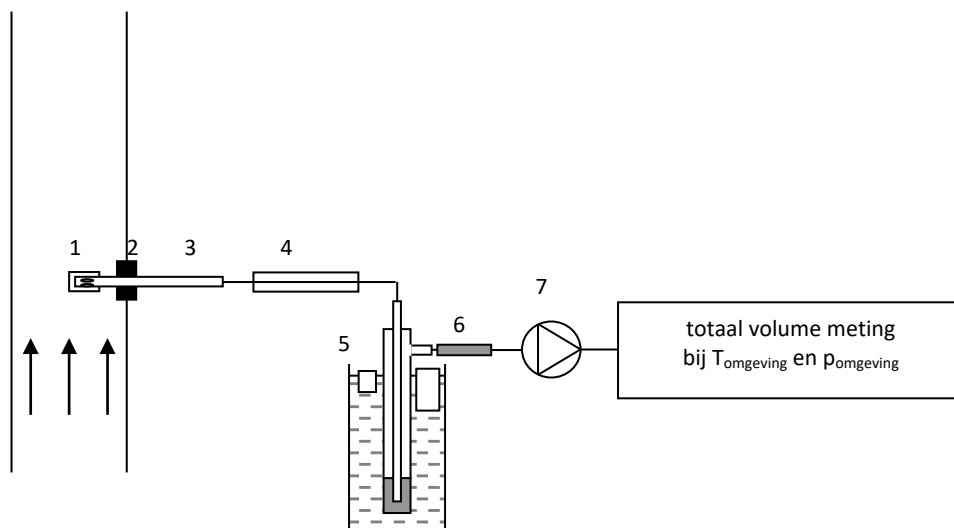
De bemonstering van het verdunde afgas met een adsorptiepatroon (stap 4) dient onmiddellijk ter plaatse te gebeuren.

Bij elke meetdag dient een controle van de verdunningsfactor uitgevoerd te worden. Hiervoor worden onderstaande methodes toegepast:

- door vergelijking met een gemeten verdunningsfactor op basis van simultane metingen met bijvoorbeeld een FID-analyser in het onverdunde en verdunde afgas. De meetonzekerheid op de verdunningsfactor moet meegenomen worden in het totale meetonzekerheidsbudget,
- bijkomende kwaliteitscontrole via systeem dat de druk in de ton controleert.

3.8 VERWIJDERING VAN WATER VIA CONDENSATIE IN EEN GEKOELDE WASFLES (METHODE 8)

3.8.1 UITRUSTING EN UITVOERING



- 1: glasvezel filterhuls
- 2: afdichting meetopening
- 3: sonde (verwarmd)
- 4: verwarmde leiding (max. 150°C)
- 5: gekoelde wasfles (hier als voorbeeld m.b.v. ijs)
- 6: adsorptiepatroon
- 7: pomp

3.8.2 AANDACHTSPUNTEN

- deze methode is bedoeld voor de componentgroepen en parameters van de erkenningspakketten L.6. en L.7. van het VLAREL (referentie 9), tenzij in de LUC-methode van de betreffende parameter(groep) andere bepalingen zijn opgenomen,
- deze methode wordt toegepast bij **warmer en/of natte afgassen** waar de *directe bemonstering (methode 3)* niet kan worden toegepast,
- eisen:
 - $T_{(\text{voorverwarmd}) \text{ afgas}} \leq 150 \text{ }^{\circ}\text{C}$,
 - $T_{\text{gekoeld afgas}} + 2^{\circ}\text{C} < T_{\text{omgeving}}$ (indien ijsgekoelde wasfles: $T_{\text{gekoeld afgas}} = 4^{\circ}\text{C}$),
- monsternamevolume dient zodanig gekozen te worden dat $G > G_{\min}$ (hoeveelheid condensaat + spoelvloeistof) moet voldoende zijn voor analyse ervan),
- keuze staalnamevolume ($V_{\text{staalname}}$) en staalnamedebiet ($Q_{\text{staalname}}$) patronen: zie *directe bemonstering (methode 3)*,
- de leidingen en onderdelen vóór het adsorptiepatroon die in contact komen met het afgas dienen te bestaan uit inerte materialen (glas, teflon, inox, ...); de monsternameleidingen dienen zo kort mogelijk te zijn,
- het volume van de wasfles dient zo klein mogelijk gekozen te worden. Het totaal bemonsterd volume dient gecorrigeerd te worden voor het interne volume van het condensatievat,
- na de bemonstering worden de onverwarmde delen van de bemonsteringstrein voldoende nagespoeld, zodat alle condensaat verzameld wordt,
- de opgeloste VOS in het condensaat dienen ook geanalyseerd te worden. Voor de kwantificatie kan het nodig zijn om het totaal gewicht van het condensaat + spoelvloeistof te bepalen. Voor de parametergroepen uit pakket L.6. waarvoor de validatie heeft uitgewezen dat ze niet oplossen in het condensaat, dient het condensaat niet geanalyseerd te worden. Deze parametergroepen zijn:
 - aromatische koolwaterstoffen,
 - alifatische halogeenkoolwaterstoffen,
 - esters en acrylaten,
 - paraffinische koolwaterstoffen.

4 ANALYSE

Voor de kwantitatieve bepaling van individuele vluchtige organische stoffen wordt verwezen naar methodes LUC/IV/001 t.e.m. 010 beschreven in het Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC), zie *referentie 7*. Indien de condensatiemethode wordt toegepast moeten het condensaat en de toegevoegde spoelvloeistof geanalyseerd worden met een gevalideerde methode. De minimale prestatiekenmerken van deze methode zijn vermeld in CMA/6/A (referentie 5).

5 BEPALING VAN MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient 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 (referentie 10) of via de alternatieve "top-down" methode die in procedure CMA/6/B (referentie 11) beschreven wordt.

6 ANDERE METHODES

6.1 GRAB SAMPLING (ZIE REFERENTIE 4: EPA METHODE 18)

Hierbij wordt een volume van het afgas afgezonderd d.m.v. een gasmuis, d.i. een inerte glazen/metalen ampoule. De analyse van het afgezonderde volume gebeurt later in het laboratorium. De bemonstering van de gasmuis kan gebeuren door deze te openen nadat deze vooraf vacuüm gezogen is. Een andere manier is het vullen van de gasmuis via doorstroming.

6.2 DIRECTE ANALYSE MET GC (ZIE REFERENTIE 4: EPA METHODE 18)

Hierbij wordt een GC direct aan het meetpunt aangesloten. Waar nodig worden de verbindingstukken tussen GC en meetpunt verwarmd (Direct Interface Sampling).

Deze methode kan worden toegepast indien het watergehalte de analyseprocedure niet beïnvloedt, indien de GC bij de meetplaats kan worden opgesteld en indien de te verwachten concentraties laag genoeg zijn zodat er geen saturatie van de detector optreedt.

7 REFERENTIES

- 1) DIA.RB9733. Ontwikkeling van Meetmethodieken voor de kwantificatie van Vluchtige organische Stoffen – Selectie van bemonsteringsmethoden voor probleememissies.
<http://www.emis.vito.be/validatieverslagen>
- 2) Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) – Methode LUC/0/005: Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen
<http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-lucht>
- 3) EPA - Method 18
Measurement of Gaseous Organic Compound Emissions by Gas Chromatography
- 4) CEN/TS 13649 - 2014
Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds – Sorptive sampling method followed by solvent extraction or thermal desorption
- 5) Compendium voor monsterneming en analyse in uitvoering van het Materialendecreet en Bodemdecreet (CMA) - Methode CMA/6/A: Prestatiekenmerken
<http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>
- 6) VLAREM II
Besluit van de Vlaamse regering van 1 juni 1995 houdende algemene en sectorale bepalingen inzake milieuhygiëne
<http://navigator.emis.vito.be/milnav-consult/consultatieLink?wettekstId=263&appLang=nl&wettekstLang=nl>
- 7) Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) - Methodes LUC/IV/001 t.e.m. 010:

- Methode LUC/IV/001: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde aromatische koolwaterstoffen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/002: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde alifatische halogeenkoolwaterstoffen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/003: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde glycolethers met GC-MS
 - Methode LUC/IV/004: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde esters en acrylaten met GC-MS
 - Methode LUC/IV/005: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde olefinische koolwaterstoffen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/006: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde paraffinische koolwaterstoffen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/007: De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde ketonen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/008: De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde ethers met GC-MS
 - Methode LUC/IV/009: De kwantitatieve bepaling van de op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde alcoholen met GC-MS
 - Methode LUC/IV/010: De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde dimethylformamide met GC-MS
- <http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-lucht>

- 8) Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) – Methode LUC/0/003: Bepaling van water in een gasstroom
<http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-lucht>
- 9) VLAREL
Besluit van de Vlaamse Regering tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu
<http://navigator.emis.vito.be/milnav-consult/consultatieLink?wettekstId=38542&appLang=nl&wettekstLang=nl>
- 10) NBN - ENV 13005 – 2003
Leidraad voor de bepaling en aanduiding van de meetonzekerheid
- 11) Compendium voor monsterneming en analyse in uitvoering van het Materialendecreet en Bodemdecreet (CMA) - Methode CMA/6/B: Meetonzekerheid
<http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>