

Bepaling van de massaconcentraties van meerdere gasvormige componenten in een geleide gasstroom met behulp van FTIR

INHOUD

1	Toepassingsgebied	4
2	Aanvullingen en aandachtspunten t.o.v. de Technische richtlijn	5
3	Meetprincipe	5
4	Vereisten voor gebruik van een FTIR als alternatieve methode (AM) t.o.v. een standaardreferentiemethode (SRM)	6
5	Bemonstering	8
5.1	<i>Uitrusting</i>	9
5.1.1	Sonde	9
5.1.2	Filter	9
5.1.3	Monsternameleiding	9
5.1.4	Pomp	10
5.1.5	Zuurstofsensor (optioneel)	10
6	Prestatiekenmerken van de methode	10
6.1	<i>Gemeten componenten die onder een SRM vallen</i>	10
6.2	<i>Gemeten componenten die niet onder een SRM vallen</i>	12
7	Uitvoering van de meting	13
7.1	<i>Algemeen</i>	13
7.2	<i>Selectie van testgassen</i>	14
7.2.1	Zerogas	14
7.2.2	Testgassen	14
7.2.3	Testgassen voor validatie van de monstergasleiding en responstijd van het meetsysteem in het laboratorium	15
7.3	<i>Controles vóór de meting, eigenlijke meting en controles na de meting</i>	16
7.3.1	Achtergrondregistratie	17
7.3.2	Check Gas Approach voor het testen van de analyzer	17
7.3.3	Controle van de monstergasleiding op verliezen en lekkage, en controle van de responstijd in het veld	17
7.3.4	Zerogascontrole van het gehele meetsysteem	17
7.3.5	Eigenlijke emissiemeting	18
7.3.6	Bepalen van drift over de meetperiode	18
8	Uitdrukking van resultaten	19
9	Rapportering en bewaring van meetcampagnegegevens	20
10	Validatie	20
11	Kwaliteitscontrole	21
12	Bepaling van de meetonzekerheid	22

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de bemonstering van CO, CO₂, SO₂, NO_x, N₂O, NH₃, H₂O, CH₄ in een geleide gasstroom met een FTIR analyzer. Volgende Technische Richtlijn is van toepassing behalve waar andere of aanvullende eisen in deze compendiumprocedure worden opgelegd:

- CEN/TS 17337: 2019 Stationary source emissions - Determination of mass concentration of multiple gaseous species - Fourier transform infrared spectroscopy

De technische richtlijn CEN/TS 17337 beschrijft een methode voor het bemonsteren en bepalen van de concentratie van gasvormige emissies naar de atmosfeer vanuit leidingen en schoorstenen door extractieve FTIR-spectroscopie. De specifieke onderdelen en vereisten voor het meetsysteem worden in de technische richtlijn beschreven. Een aantal prestatiekenmerken met bijbehorende minimale prestatiecriteria worden gespecificeerd voor het meetsysteem. Deze prestatiekenmerken en de uitgebreide onzekerheid van de methode moeten voldoen aan de in het document opgegeven specificaties.

In deze compendiumprocedure wordt een niet-limitatief overzicht van een aantal belangrijke aspecten vanuit de bovenstaande technische richtlijn gegeven.

De FTIR kan ingezet worden bij industriële processen die representatief zijn voor het toepassingsgebied van de standaard referentiemethode (SRM) of alternatieve methode (AM). Toepassing bij andere processen is mogelijk indien de afwezigheid van interferentie wordt aangetoond.

Als er stofdeeltjes in het afgas aanwezig zijn die bij hoge temperatuur meer gas vrijgeven dan bij de lagere temperaturen die in de referentiemeetmethodes worden gebruikt (bv max 105°C bij gasvormig NH₃, 120°C bij formaldehyde, ...) ¹, dan mag FTIR niet worden gebruikt als alternatieve meetmethode.

Metingen met vastopgestelde toestellen vallen onder de eisen die vastgelegd zijn in de Code van Goede Praktijk voor goedkeuring van vastopgestelde emissiemeettoestellen. Meetprincipes van vastopgestelde toestellen vallen niet onder de scope van deze procedure.

¹ Dit kan aangetoond worden door het uitvoeren van een volgende stofmeting:

- De filter wordt eerst bij een temperatuur van 180°C voorgeconditioneerd (i.e. de temperatuur waarop een FTIR werkt) en daarna voorgewogen;
- Na de bemonstering wordt de filter geconditioneerd bij de in de LUC-methode voorgeschreven temperatuur van de filter tijdens monsternamen bv 105°C voor gasvormig NH₃ en 120°C voor gasvormig formaldehyde en vervolgens gewogen;
- Vervolgens wordt de filter opnieuw verwarmd tot 180°C en gewogen;
- Als er een significant verschil (daling) is tussen beide wegingen, bestaat de kans dat het stof het te meten gas afgeeft en mag de FTIR niet gebruikt worden;

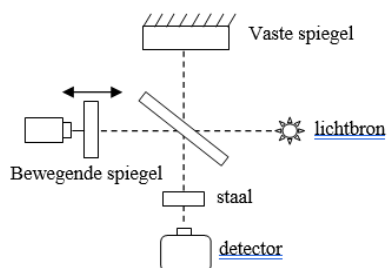
2 AANVULLINGEN EN AANDACHTSPUNTEN T.O.V. DE TECHNISCHE RICHTLIJN

- De meetsectie en het meetvlak moeten voldoen aan LUC/0/001. Deze procedure beschrijft eveneens hoe de evaluatie van de meetplaats dient te gebeuren.
- De toe te passen meetstrategie (bv 1-puntsmeting versus traversering en isokinetische of niet isokinetische monsterneming) wordt beschreven in de procedure 'Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen' (LUC/0/005).
- Het purgeren van de interferometer van de FTIR met stikstof tijdens metingen in de praktijk dient te gebeuren conform de instructies van de fabrikant van het toestel.
- Het periodiek kalibreren van de FTIR voor waterdamp conform instructies van de fabrikant is belangrijk aangezien dit de meest voorkomende interferent is.
- Voor het opnemen van een spectrum dient een binair mengsel van de component in stikstof (droog gas) aan de FTIR aangeboden te worden.

3 MEETPRINCIPE

FTIR is een techniek waarbij interactie van IR electromagnetische straling met het testgas plaatsvindt. Polychromatisch licht dat het IR-gebied bedekt, wordt door de monstercel geleid. Elke aanwezige component absorbeert de straling bij een reeks karakteristieke golflengten die identificatie mogelijk maken, terwijl de mate van verzwakking (absorptie) van licht concentratie-informatie verschaft zoals beschreven door de wet van Lambert-Beer. FTIR is in staat een breed scala aan componenten te meten met uitzondering van symmetrische moleculen die geen dipoolverandering vertonen bij trilling (bijv. zuurstof en chloor).

Het output signaal bij fourier spectroscopie is een interferogram.



Figuur 1: schema van een interferometer

Licht wordt uitgezonden door een IR-bron en gaat door een eenheid die de stralen opsplijt. Eén deel van het licht gaat naar de stationaire spiegel, het andere deel naar een bewegende spiegel. De teruggekaatste lichtstralen worden gerecombineerd, wat resulteert in constructieve of destructieve interferentie. De intensiteit die door de detector gemeten wordt als functie van de verplaatsing van de bewegende spiegel, wordt een interferogram genoemd. Dit signaal bevat informatie over de intensiteit van elke IR golflengte en wordt door mathematische transformatie omgezet in een spectrum. Een FTIR-spectrum bevat specifieke informatie betreffende de chemische structuur van organische en anorganische componenten die gebaseerd is op de unieke vibratiewijzen van de verschillende chemische bindingen. Elke vibratiewijze absorbeert een specifieke golflengte van de

IR-straling. Elke binding in een molecule kan verschillende vibratiemodes hebben zodat het FTIR-absorptiespectrum een fingerprint is voor een bepaalde molecule en kan vergeleken worden met referentiespectra van gekende componenten.

4 VEREISTEN VOOR GEBRUIK VAN EEN FTIR ALS ALTERNATIEVE METHODE (AM) T.O.V. EEN STANDAARDREFERENTIEMETHODE (SRM)

In Tabel 1 is een overzicht van de referentiemethoden en andere toegelaten meetmethodes voor een aantal componenten binnen het Compendium Lucht opgenomen.

Wanneer FTIR als alternatieve methode (AM) voor de standaardreferentiemethode (SRM) wordt gebruikt, moeten de prestatiekenmerken uit de norm EN 15267-4 (zie hoofdstuk 6 in deze procedure), die van toepassing zijn op P-AMS, worden bepaald in een algemene prestatietest volgens de testprocedures beschreven in EN 15267-4. Dit omvat het aantonen van gelijkwaardigheid aan de SRM volgens EN 14793, uitgevoerd door een onafhankelijk testlaboratorium dat is geaccrediteerd of erkend door de bevoegde autoriteiten voor de implementatie van testprocedures van EN 15267-4 (bv TÜV). Het toestel moet dus beschikken over een EN 15267-4 certificaat.

De voorliggende compendiumprocedure geldt voor de meting met FTIR-analyzer.

Tabel 1: Referentie- en toegelaten alternatieve meetmethodes voor een aantal parameters

Component	Referentiemethode (SRM) en meetprincipe LUC-methode	Alternatieve methode (AM) binnen het LUC toegelaten
CO	EN 15058 (NDIR/GFC*) LUC/II/001	FTIR
NO _x	EN 14792 (NO:Chemiluminescentie NO ₂ : Chemiluminescentie met gebruik convertor) LUC/II/001	NO/NO ₂ NDUV NO-NDIR+NO ₂ tot NO convertor** FTIR
SO ₂	EN 14791 (Natchemische meetmethode) LUC/III/008	Meting met monitoren met volgende meetprincipes (opgenomen in CEN/TS 17021)*** LUC/II/001 NDUV NDIR UV fluorescentie FTIR
O ₂	EN 14789 (paramagnetisme) LUC/II/001	
TOC	EN 12619 (TVOC concentraties tot 1000 mg/m ³) Vlamionisatiedetectie (FID)	

	LUC/II/001	
NH ₃	EN ISO 21877 (Natchemische meetmethode) LUC/III/003	FTIR
H ₂ O	EN 14790 (adsorptie of condensatie+adsorptie) LUC/0/003	FTIR
N ₂ O	EN ISO 21258 NDIR	FTIR
Formaldehyde	(Natchemische meetmethode) Gebaseerd op EPA method 316 LUC/III/004	FTIR
Methaan (CH ₄)	EN ISO 25139 (bemonstering in gaszak/canister + analyse via GC-FID)	EN ISO 25140 (FID) FTIR

* Gasfiltercorrelatie fotometer

** NO₂-NDIR is niet toegelaten omwille van waterinterferentie

*** In het geval SO₂ gemeten moet worden in een gasstroom waar eveneens methaan aanwezig is, dan mag er geen methaaninterferentie op de monitor aanwezig zijn.

De EN methoden zijn onder andere van toepassing voor installaties die vallen onder de EU richtlijn industriële emissies en voor kalibratie van vast opgestelde continue emissiemeetapparatuur. Naast de referentiemethode kunnen ook de andere toegelaten methoden zoals vermeld in bovenstaande tabel gebruikt worden.

Opmerking: de natchemische SO₂ bepaling conform EN 14791 heeft een beperkte nauwkeurigheid (20%) en trage respons. EN 14791 kan voor de goedkeuring van vast opgestelde meettoestellen alleen worden toegepast indien via validatie of ringtesten werd aangetoond dat aan de strengere nauwkeurigheidsvereiste van 15% kan worden voldaan.

Voor de meting van SO₂ dient een continu meettoestel beschikbaar te zijn. Door deelname aan de ringtesten garandeert het referentielaboratorium de equivalentie van het bij de ringtesten gebruikte toestel met EN 14791 voor de meting van SO₂ en de goedkeuring van vast opgestelde meettoestellen. Voor dit laatste dient wel aan de nauwkeurigheidseis van 10% te worden voldaan (erkenningsvoorwaarde).

Voor stookinstallaties tot 10 MW is het gebruik van elektrochemische cellen voor het meten van CO, CO₂, NO_x, SO₂ en O₂ eveneens toegelaten.

Voor alle analyzers geldt dat ze minimaal over een certificaat volgens EN 15267-3 (EN 15267-3:2007 of recenter) voor AMS of over een certificaat volgens EN 15267-4 (2017 of recenter) voor P-AMS (Portable automated measuring system) beschikken indien dergelijke analyzers beschikbaar zijn en idealiter over een certificering volgens de EN 15267-4 voor P-AMS. Voor analyzers aangekocht na het in voege treden van deze methode, dient hieraan voldaan te worden.

Een certificatie volgens EN 15267-4 voor P-AMS is voor FTIR steeds vereist wanneer de equivalentie als AM ten opzichte van de SRM's moet bewezen zijn.

Indien een emissiegrenswaarde voor SO_x (als SO₂) van toepassing is op de installatie waar gemeten wordt en de aanwezigheid van SO₃ ook effectief kan verondersteld worden, dan dient naast de continue bepaling van SO₂ eveneens SO₃ gemeten te worden volgens de compendiummethode LUC/III/008 (natchemisch). Het totaal aan SO₂ en SO₃ kan in dat geval eveneens natchemisch bepaald worden volgens dezelfde compendiummethode.

Koolstofdioxide (CO₂) is geen door VLAREM gereguleerde verontreiniger, maar kan ondermeer worden gemeten als alternatief referentiegas voor zuurstof om de verdunningsfactor te bepalen. CO₂ wordt volgens hetzelfde meetprincipe gemeten als CO (NDIR) en meestal zijn beide parameters in één toestel gecombineerd. CO₂ kan eveneens met FTIR gemeten worden.

5 BEMONSTERING

Het principe van de bemonstering bestaat uit het aanzuigen van een deelmonster uit een gasstroom in een gaskanaal. Deze gasstroom kan een hoge temperatuur hebben, water en stofdeeltjes bevatten.

Het bemonsteringssysteem bestaat uit:

- Bemonsteringssonde
- Filter
- Monsternemingsleiding
- Pomp (kan onderdeel zijn van de FTIR-analysator)

Hoewel het systeem ontworpen is voor gebruik bij verhoogde temperaturen en geschikt is voor natte monsters, sluit dit het gebruik van conditioneringseenheden niet uit. Indien een conditioneringseenheid wordt toegepast, moet het gehele systeem, inclusief de conditioneringseenheid, voldoen aan de prestatie-eisen zoals beschreven in de CEN/TS 17337.

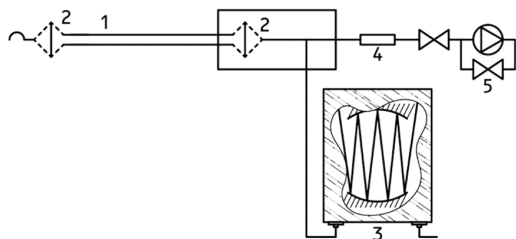
Als een heet/nat systeem wordt gebruikt, worden de sonde filterbox en monstergasleiding over het algemeen verwarmd tot een vergelijkbare temperatuur als de monstercel. Bovendien moet de geselecteerde temperatuur ten minste 180 °C zijn. Als dit tegenstrijdig is met de temperatuur die wordt gebruikt om de conformiteit van de P-AMS met EN 15267-4 aan te tonen, moet in plaats daarvan de temperatuur worden gebruikt die wordt gebruikt bij de test volgens EN 15267-4.

Alle onderdelen van het bemonsteringssysteem die zich vóór de FTIR-analysator bevinden, moeten gemaakt zijn van materialen die niet met de componenten reageren of deze absorberen.

De temperatuur en druk in de FTIR-monstercel zijn belangrijke parameters, omdat ze direct invloed hebben op de gemeten concentraties. Bovendien zijn deze parameters van belang om condensatie van het monster in de gascel te voorkomen. De stroomsnelheid door de gascel heeft daarentegen geen invloed op de gemeten concentratie indien alle andere parameters ongewijzigd blijven.

Bemonstering met behulp van een zijstroomconfiguratie kan nodig zijn indien het vereiste aanzuigdebiet de bovengrenzen overschrijdt die zijn gespecificeerd voor de FTIR analysator. Een voorbeeldconfiguratie voor dergelijke bemonstering wordt gegeven in Figuur 2. Dit is figuur A.1 vanuit CEN/TS 17337, maar dan met geïntegreerde pomp in plaats van met pomp na de FTIR. De configuratie met een pomp na de FTIR, zoals afgebeeld in figuur A.1 van CEN/TS 17337, zou voor foutieve metingen zorgen door het ontstaan van een onderdruk in de cel.

Indien de FTIR geen geïntegreerde pomp heeft, dan dient tussen sonde en FTIR analyser een verwarmd monsternamesysteem (pomp + filter) te worden voorzien en dienen de leidingen van sonde naar monsternamesysteem en van monsternamesysteem naar FTIR-analyser verwarmd te zijn.



- 1 verwarmde bemonsteringssonde
- 2 verwarmde deeltjesfilters (alternatieven)
- 3 FTIR-analysator met geïntegreerde pomp
- 4 patroon met droogmiddel (optioneel)
- 5 pomp

Figuur 2: Bemonstering met zijstroomconfiguratie volgens CEN/TS 17337, met FTIR met geïntegreerde pomp

5.1 UITRUSTING

De verschillende onderdelen worden beschreven in 5.1.1 t.e.m. 5.1.5. De koppelingen tussen alle componenten moeten van een inert materiaal zijn en voldoende lek dicht zijn.

5.1.1 SONDE

De sonde moet chemisch en fysisch inert zijn voor de te analyseren componenten en mag geen componenten absorberen.

De lengte en/of diameter van de sonde dienen aangepast te zijn aan de grootte van de schoorsteen zodat op alle meetpunten bemonsterd kan worden.

5.1.2 FILTER

Een filter van inert materiaal moet na of als onderdeel van de bemonsteringssonde geplaatst worden en een geschikte poriegrootte hebben om te voorkomen dat deeltjes in de rest van het systeem terechtkomen. De filter moet periodiek worden vervangen of gereinigd, afhankelijk van de stofbelasting op de locatie. Als de filter zich buiten de schoorsteen bevindt, moet deze worden verwarmd tot ten minste 180°C. Een poriegrootte van 3 µm is voldoende voor veel locaties.

5.1.3 MONSTERNAMELEIDING

Om de responstijd van het systeem te verkorten, moet de monstergasleiding zo kort mogelijk zijn. De leiding moet gemaakt zijn van inert materiaal dat bestand is tegen absorptie van de componenten. De leiding moet worden verwarmd tot ten minste 180 °C.

5.1.4 POMP

De monsterpomp moet kunnen functioneren volgens alle gespecificeerde stroomvereisten en drukcondities die vereist zijn voor de monstercel. De pomp moet bestand zijn tegen corrosie. Een externe pomp moet consistent zijn met de analyzer waarop deze is aangesloten.

5.1.5 ZUURSTOFSENSOR (OPTIONEEL)

Sommige FTIR-systemen bevatten een zuurstofsensor om metingen en automatische correcties naar zuurstofreferentieomstandigheden mogelijk te maken. Een dergelijke sensor moet voldoen aan en worden bediend in overeenstemming met de norm EN 14789. Zuurstof dient met grote nauwkeurigheid te worden gemeten, aangezien het wordt gebruikt als referentie voor de verdunning in afgassen. Voor stookinstallaties tot 10 MW is het gebruik van elektrochemische cellen (bv zirkoniumsensoren) voor het meten van O₂ eveneens toegelaten. Ingebouwde zuurstofsensoren moeten mee gecertificeerd worden.

6 PRESTATIEKENMERKEN VAN DE METHODE

Voor metingen binnen een wettelijk kader, dient de gebruiker aan te kunnen tonen dat de FTIR beschikt over een certificatie volgens de EN 15267-4. Deze testen worden onder 6.1 en 6.2 beschreven.

6.1 GEMETEN COMPONENTEN DIE ONDER EEN SRM VALLEN

Tabel 2 geeft de prestatiekenmerken weer die van toepassing zijn op P-AMS. Indien FTIR wordt gebruikt als alternatieve methode (AM) voor een standaardreferentiemethode (SRM), moeten deze prestatiekenmerken worden bepaald in een algemene prestatietest volgens de testprocedures beschreven in EN 15267-4. Deze procedures omvatten het aantonen van gelijkwaardigheid aan de SRM in overeenstemming met EN 14793, uitgevoerd door een onafhankelijk testlaboratorium dat is geaccrediteerd of erkend door de bevoegde autoriteiten voor de implementatie van testprocedures van EN 15267-4 (bv TÜV).

Het onafhankelijke testlaboratorium controleert de conformiteit van de P-AMS met het performantiecriterium dat aan elke prestatiekenmerk is gekoppeld. De maximaal toegestane afwijkingen als absolute waarden van de meetwaarden worden gegeven als massaconcentraties of als percentages van de bovengrenzen van het bereik.

EN 15267-4 vereist eveneens prestatietests op ten minste vijf verschillende procestypen en kruisinterferentietests op ten minste de componenten die zijn vermeld in bijlage B van EN 15267-4, evenals alle andere componenten waarvan bekend is dat ze aanwezig zijn in één van de vijf processen.

De gebruiker dient zich er eveneens van bewust te zijn dat als de P-AMS (FTIR) buiten zijn certificeringsbereik wordt gebruikt, d.w.z. in een ander proces dan de vijf verschillende processen met verschillende emissiematrices die zijn opgenomen in de prestatietests, er een risico bestaat op meetresultaten met een bias als gevolg van niet-gekaracteriseerde kruisinterferentie-effecten. De spectrale residuentest (zie 7.3.5.2) kan gebruikt worden als indicatie voor de afwezigheid van niet-gekaracteriseerde kruisinterferentie.

Tabel 2: EN 15267-4 Performantiecriteriën voor P-AMS tijdens labotesten

Prestatiekenmerk	Performantiecriterium		Verwijzing in EN 15267-4
	Gassen met uitzondering van O ₂	O ₂	
Responstijd	≤ 400 s voor Hg, NH ₃ , HCl en HF ≤ 200 s voor overige componenten	≤ 200 s	10.6
Herhaalbaarheidsstandaardafwijking bij het nulpunt	≤ 2,0% ^a	≤ 0,20% ^b	10.7
Herhaalbaarheidsstandaardafwijking bij het spanpunt	≤ 2,0% ^a	≤ 0,20% ^b	10.8
Lineariteitsafwijking	≤ 2,0% ^a	≤ 0,30% ^b	10.9
Korte-termijn nulpuntsdrift	≤ 2,0% ^a	≤ 0,20% ^b	10.10
Korte-termijn spandrift	≤ 2,0% ^a	≤ 0,20% ^b	10.10
Invloed van de verandering van de omgevingstemperatuur van 5°C naar 25°C en van 40°C naar 20°C bij het nulpunt	≤ 5,0% ^a	≤ 0,50% ^b	10.11
Invloed van de verandering van de omgevingstemperatuur van 5°C naar 25°C en van 40°C naar 20°C bij het spanpunt	≤ 5,0% ^a	≤ 0,50% ^b	10.11
Invloed van de voedingsspanning, bij –15% onder en bij +10% boven de nominale voedingsspanning ^c	≤ 2,0% ^a	≤ 0,20% ^b	10.12
Invloed van trillingen	≤ 2,0% ^a	≤ 0,20% ^b	10.13
Invloed van de druk van het staalgas bij het spanpunt, voor een drukverandering Δp van 3 kPa	≤ 2,0% ^a	≤ 0,20% ^b	10.14
Invloed van het gasdebiet op extractieve P-AMS voor een bepaalde specificatie door de fabrikant	≤ 2,0% ^a	≤ 0,20% ^b	10.15
Kruisgevoeligheid CEN/TS 17337 zie Tabel B.1 van EN 15267-4	≤ 4,0% ^a	≤ 0,40% ^b	10.16
Converterrendement voor P-AMS-meting van NO _x	≥ 95,0%	-	10.17
Converterrendement voor P-AMS-meting van Hg	≥ 95,0%	-	10.18
^a Percentagewaarde als percentage van de bovengrens van het certificeringsbereik. ^b Percentagewaarde als zuurstofvolumeconcentratie (volumefractie). ^c Indien de fabrikant andere limieten voor op batterijen werkende P-AMS specificeert, dienen deze limieten te worden toegepast.			

Certificeringsbereik (bereik waarover de P-AMS wordt getest en gecertificeerd voor naleving van de relevante performantiecriteriën)

Het certificeringsbereik waarover de P-AMS moet worden getest, moet minimum- en maximumwaarden omvatten. De dekking moet geschikt zijn voor de beoogde toepassing van de P-AMS. Zie hiervoor ook EN 15267-4.

Naast de certificeringsbereiken kunnen fabrikanten kiezen voor aanvullende bereiken die groter zijn dan het certificeringsbereik. Het certificeringsbereik en de performantiecriteriën die voor elk bereik zijn getest, dienen op het certificaat vermeld te worden.

Voor de veldtest moet het testlaboratorium verschillende industriële installaties kiezen die een breed scala aan toekomstige toepassingen dekken. Een van deze industriële processen kan een testbank zijn die door de bevoegde autoriteiten wordt erkend om de juiste gasmatrices te kunnen genereren. In dit geval moet de testbank voldoen aan de vereisten in Bijlage B van de EN 15267-4:2023.

Aanvullende bereiken:

Aanvullende bereiken moeten groter zijn dan het certificeringsbereik. Beperkte aanvullende testen zijn vereist voor elk aanvullend bereik. Deze aanvullende testen moeten ten minste evaluaties van de responstijd en de lineariteitsafwijking omvatten. Kruisgevoeligheid moet worden getest voor interferenten die relevant zijn gebleken tijdens testen in het certificeringsbereik. De concentratie van de relevante interferenten moet proportioneel hoger zijn dan de waarden gespecificeerd in Tabel C.1 van EN 15267-4, waarbij de proportionaliteitsfactor wordt gegeven door de verhouding van het beschouwde aanvullende bereik tot het certificeringsbereik. De concentraties voor kruisgevoeligheidstesten moeten echter worden gekozen met verwijzing naar de beoogde toepassingen. Relevant interfererende componenten zijn die componenten die een afwijking van meer dan 1,0% veroorzaken van de bovengrens van het certificeringsbereik tijdens de kruisgevoeligheidstesten, zowel bij het nulpunt als bij het spanpunt van het certificeringsbereik.

Volgens VLAREM II Artikel 4.4.4.2 moet het meetbereik van een meetmethode ten minste het gebied tussen 0,1 keer en 3 keer de emissiegrenswaarde (EGW) bestrijken. Indien het certificeringsbereik wordt gekozen op basis van sectorale EGW die lager liggen dan de algemene EGW, dan wordt voor installaties waar de hogere algemene EGW geldt, niet voldaan aan de vereiste voor de bovengrens van ten minste 3 keer EGW. De algemene VLAREM-vereiste rond het meetbereik moet in dat geval worden afgedekt via de aanvullende bereiken.

Hoewel voor het aanvullende bereik minder prestatiekenmerken worden getest dan voor het certificeringsbereik, wordt aangenomen dat als voor het laagste gecertificeerde bereik aan alle prestatietesten wordt voldaan, dit ook geldt voor hogere meetbereiken.

6.2 GEMETEN COMPONENTEN DIE NIET ONDER EEN SRM VALLEN

Voor componenten die niet onder een SRM vallen, en waar de nationale bevoegde autoriteit dit toestaat, kan een minder belastende set prestatiekenmerken-tests worden uitgevoerd. Deze tests moeten worden uitgevoerd door een laboratorium dat door de lokale bevoegde autoriteit is geaccrediteerd of erkend voor de implementatie van dergelijke prestatietests. De minimale prestatiekenmerken die moeten worden bepaald, zijn:

- Zero ($\leq 2,0\%$ van het meetbereik);
- Responstijd (< 400 s voor NH_3 , HCl en HF , < 200 s voor andere componenten);
- Detectielimiet ($\leq 2,0\%$ van het meetbereik);
- Lineariteitsafwijking ($\leq 2,0\%$ van het meetbereik);
- Interferenties (totaal $\leq 4,0\%$ van het meetbereik);

7 UITVOERING VAN DE METING

Volgende karakteristieken moeten in overweging genomen worden voordat de meting wordt uitgevoerd:

- Temperatuur en druk van de afgassen;
- Vochtgehalte van de afgassen;
- Stofbelasting;
- Aanwezigheid van druppels;
- Verwachte concentratiebereiken en van toepassing zijnde emissiegrenswaarden;
- De verwachte concentratie van potentieel interfererende stoffen, waaronder ten minste de componenten die in EN 15267-4 (Bijlage B) zijn vermeld;

7.1 ALGEMEEN

Het complete meetsysteem moet worden aangesloten volgens de instructies van de fabrikant en op de vereiste temperatuur worden gestabiliseerd.

Het gegevensregistratie- en verwerkingssysteem dat in combinatie met het meetsysteem wordt gebruikt, moet worden gecontroleerd op een goede werking.

In CEN/TS 17337 zijn twee werkwijzen voor bediening beschreven nl. de Check Gas Approach en de Span Approach:

- De **Check Gas Approach** omvat het valideren van het systeem vóór gebruik door gebruik te maken van gecertificeerde referentiematerialen van een subset van de componenten die moeten worden gemeten. Deze benadering is gebaseerd op jaarlijkse kalibratie van de analyser (d.w.z. kalibratie in het veld is niet mogelijk) en vereist de selectie van referentiematerialen op basis van een prescriptieve methode. Bij de Check Gas Approach wordt geen kalibratie uitgevoerd. Testgassen worden aangeboden om aan te tonen dat de FTIR binnen de specificatie blijft (inclusief kalibratie) binnen een voorgeschreven tolerantie.
- De **Span Approach** vereist dat het systeem in het veld wordt gespankalibreerd met gecertificeerde referentiematerialen van iedere component die gemeten moet worden.

In deze procedure wordt enkel de Check Gas Approach verder besproken en de daaraan gekoppelde minimum jaarlijks uit te voeren controles van de FTIR. Deze werkwijze zal naar alle waarschijnlijk in de praktijk het meest toegepast worden. Alternatief mogen labo's eveneens opteren voor de Span Approach.

7.2 SELECTIE VAN TESTGASSEN

7.2.1 ZEROGAS

Het zerogas (= nulgas) moet een gas zijn dat geen significante hoeveelheden van de te meten componenten of bekende interferenties bevat. Het zerogas kan elk gas zijn dat IR-inactief is, meestal wordt stikstof of synthetische lucht (alleen N_2+O_2) gebruikt.

7.2.2 TESTGASSEN

De geselecteerde testgassen worden gebruikt om aan te tonen dat de FTIR in staat is om geldige en nauwkeurige spectra te produceren bij de frequenties en absorptiebereiken die door het analytische model worden gebruikt.

Toe te passen testgassen:

- Een subset van de componenten die moeten worden gemeten, idealiter in concentraties bij de betreffende EGW, maar niet hoger dan 3 keer de EGW. Wanneer er geen EGW bestaat, moet de concentratie de verwachte emissiewaarde benaderen.
Aanbevolen wordt om een combinatie van gassen te gebruiken die het hele spectrum dekken. De vereisten van CEN/TS 17337 8.4.2.2 gelden. Meestal zijn 3-4 gassen voldoende Bijvoorbeeld, CO, SO₂, NO en een koolwaterstof, zoals methaan of propaan. Zie ook Annex D van CEN/TS 17337.
- Wanneer een testgas wordt gebruikt dat geen gemeten component is (d.w.z. niet wordt uitgestoten door de schoorsteen), moet de concentratie ervan worden gekozen om ongeveer overeen te komen met het gecertificeerde bereik.
- De testgassen zijn gecertificeerde gassen, ofwel:
 - Een gas geproduceerd als gecertificeerd referentiemateriaal (CRM), met certificaat uitgegeven onder ISO 17034 accreditatie (BELAC of gelijkwaardig);
 - Een gas met kalibratiecertificaat, uitgegeven onder ISO 17025 accreditatie (BELAC of gelijkwaardig) door een als kalibratie-instelling geaccrediteerde producent
 - ofwel een ISO 17025 herleidbaar testgas; hierbij geldt de analyse door een geaccrediteerd of door een erkend laboratorium als juiste waarde. In het laatste geval dienen de beschreven vereisten voor het zelf certificeren van gassen gevolgd; deze vereisten zijn opgenomen in de compendiumprocedure "Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen" (LUC/0/005);
 - een exploitant die zelfcontrolemetingen uitvoert en wiens methoden zijn goedgekeurd als conform met ISO 17025 kan onder dezelfde voorwaarden als een erkend laboratorium de gassen voor eigen gebruik certificeren.
 - De gecertificeerde concentratie moet herleidbaar zijn naar SI-eenheden en de uitgebreide onzekerheid op het analytische certificaat mag niet meer dan 2,0% bedragen.
 - Indien certificering en compatibiliteit dit toestaan, mogen multicomponentcilinders worden gebruikt (bijv. CO/SO₂/NO/N₂).

Indien er geen commercieel beschikbare producten bestaan die aan deze vereisten voldoen, dient het beste beschikbare product te worden aangeschaft. Het beste beschikbare referentiemateriaal kan een gecertificeerde vloeistof zijn die in de gasfase wordt verdampt. De concentraties die door het verdampingssysteem worden gegenereerd, moeten herleidbaar zijn tot SI-eenheden en de

onzekerheid moet worden bepaald. Indien beschikbaar, kunnen vloeibare referentiematerialen worden gebruikt die zijn gecertificeerd door een organisatie die competent is voor dergelijke certificeringen, waarbij één methode om de competentie aan te tonen accreditatie volgens ISO 17025 is. Het vloeistofgeneratiesysteem is uitgesloten van de 2% onzekerheid. Indien FTIR als AM voor de SRM toegepast wordt, dan dient de totale uitgebreide meetonzekerheid wel steeds te voldoen aan de vereiste voor de meetonzekerheid vanuit de SRM.

CEN/TS 17337 Bijlage D biedt voorbeeldtestgassen die kunnen worden gebruikt om de Check Gas Approach tests uit te voeren voor enkele veelvoorkomende componenten, dit voor twee types van FTIR-analysatoren die routinematig worden gebruikt voor periodieke emissiemetingen.

7.2.3 TESTGASSEN VOOR VALIDATIE VAN DE MONSTERGASLEIDING EN RESPONSTIJD VAN HET MEETSYSTEEM IN HET LABORATORIUM

De monstergasleiding moet gevalideerd worden met behulp van een testgas van de meest reactieve component die in de praktijk wordt gemeten.

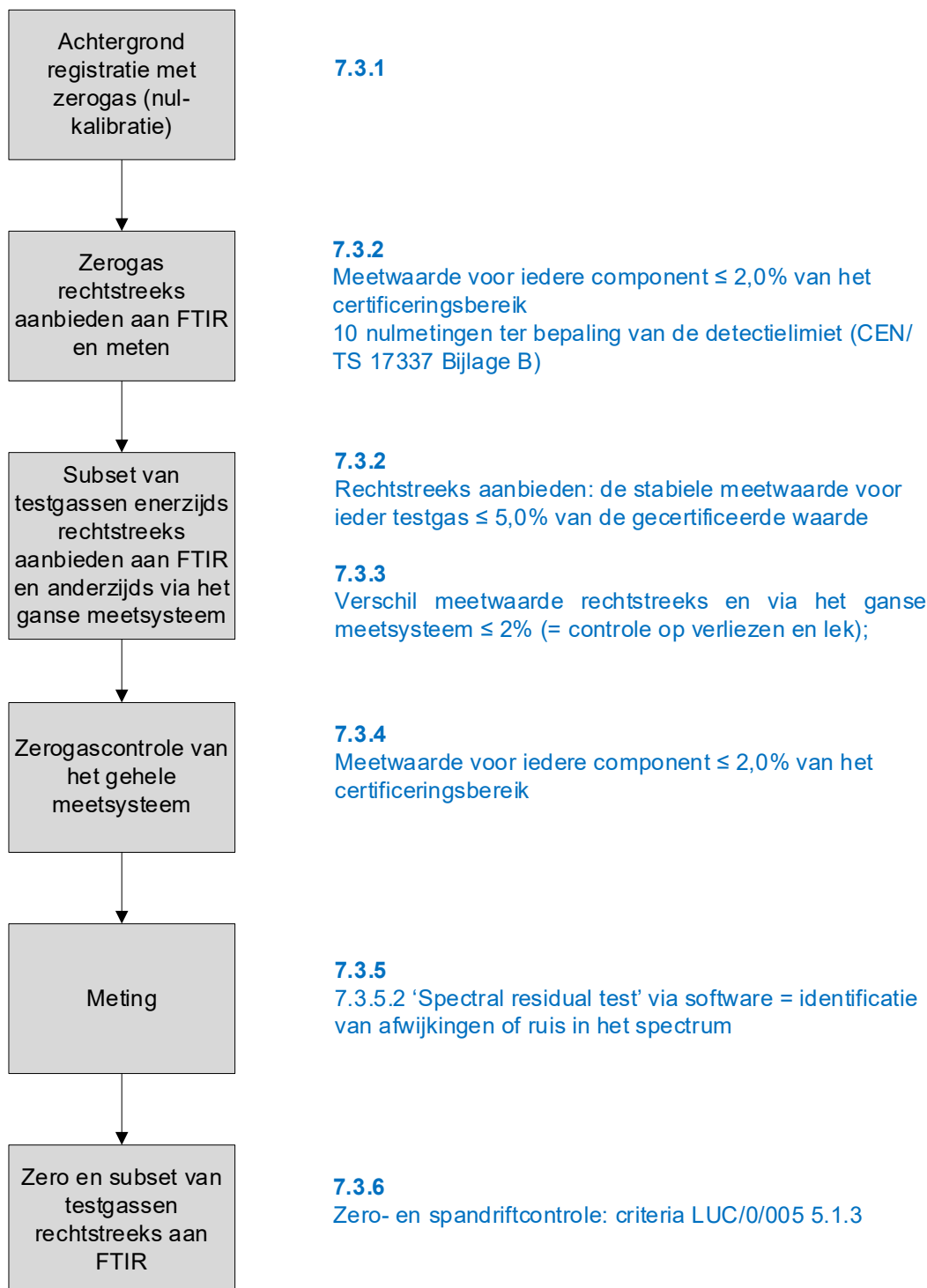
In Tabel 3 is een lijst met veel voorkomende componenten gerangschikt in volgorde van reactiviteit. Deze volgorde is gebaseerd op componenten die het meest waarschijnlijk onderhevig zijn aan verliezen in bemonsteringssystemen, en er is een benaderende correlatie met de oplosbaarheid in water. Bijgevolg moet de reactiviteit van een component die hieronder niet is opgenomen, worden gerangschikt in termen van oplosbaarheid in water. Waterdamp is uitgesloten van Tabel 3, er is geen vereiste om deze component door het bemonsteringssysteem te leiden.

Tabel 3: Potentiële testgassen gerangschikt in volgorde van reactiviteit

Rang	Component
1 (meest reactief)	HCl
2	NH ₃
3	SO ₂
4	NO ₂
5	CO ₂
6	N ₂ O
7	NO
8 (minst reactief)	CO

7.3 CONTROLES VÓÓR DE METING, EIGENLIJKE METING EN CONTROLES NA DE METING

Het complete meetsysteem moet worden aangesloten volgens de instructies van de fabrikant en op de vereiste temperatuur worden gestabiliseerd. Het gegevensregistratie- en verwerkingssysteem dat in combinatie met het meetsysteem wordt gebruikt, moet worden gecontroleerd op een goede werking. Vervolgens worden de verschillende stappen uitgevoerd die in Figuur 3 weergegeven zijn.



Figuur 3: Verschillende stappen voor controles van de FTIR en meting

7.3.1 ACHTERGRONDREGISTRATIE

Tenzij anders gespecificeerd door de fabrikant, wordt een achtergrondregistratie uitgevoerd met behulp van zerogas.

7.3.2 CHECK GAS APPROACH VOOR HET TESTEN VAN DE ANALYZER

Zerogas wordt rechtstreeks in de FTIR-monstercel geleid, er wordt een meting voor elk componentkanaal geregistreerd en elk kanaal mag niet meer dan 2,0% van het respectievelijke gecertificeerde bereik bedragen.

Er worden in totaal 10 nulmetingen geregistreerd en de detectiegrens voor elk onderdeel wordt berekend zoals beschreven in Bijlage B van de CEN/TS 17337.

De subset van testgassen die in 7.2.2 werden geselecteerd om de matrix van componenten te valideren, wordt rechtstreeks naar de FTIR-monstercel geleid totdat stabiele metingen zijn bereikt. De stabiele waarde voor elk testgas mag niet meer dan 5,0% van de gecertificeerde waarde afwijken. Als een componentkanaal niet voldoet, is de FTIR-analysator niet geschikt voor gebruik. De fabrikant moet corrigerende maatregelen nemen en de jaarlijkse testvereisten moeten worden nageleefd voordat het systeem opnieuw wordt ingezet voor meting.

7.3.3 CONTROLE VAN DE MONSTERGASLEIDING OP VERLIEZEN EN LEKKAGE, EN CONTROLE VAN DE RESPONSTIJD IN HET VELD

Na het rechtstreeks aanbieden van de subset van testgassen, wordt deze subset vervolgens op hetzelfde punt als het zerogas door het volledige bemonsteringssysteem geleid. Het verschil tussen de aflezing verkregen door de subset van testgassen rechtstreeks door de analyzer te leiden en de aflezing verkregen door de subset van testgassen doorheen het bemonsteringssysteem te leiden, mag niet meer dan 2,0% bedragen.

Indien niet aan het criterium voldaan wordt, is het meten van zuurstof bij de in- en uitgang van de monstergasleiding een mogelijke methode om te bepalen of dit het gevolg is van een lek (meer zuurstof onderaan de leiding) of verlies (zuurstof blijft ongewijzigd).

De responstijd moet korter zijn dan 400 s voor NH₃, HCl en HF, en korter dan 200 s voor alle andere gemeten componenten, indien van toepassing.

Het lektesten via vacuüm wordt niet aanbevolen omdat bij veel FTIR-systemen een subatmosferische druk schade aan interne optische componenten kan veroorzaken.

7.3.4 ZEROGASCONTROLE VAN HET GEHELE MEETSYSTEEM

Zerogas moet door het meetsysteem worden geleid bij de bemonsteringssonde, zo dicht mogelijk bij het uiteinde van het mondstuk (indien mogelijk vóór de filter). Er moet een stabiele meting worden geregistreerd voor elk componentkanaal, en de meetwaarde mag niet meer dan 2,0% van het respectievelijke certificeringsbereik bedragen.

7.3.5 EIGENLIJKE EMISSIEMETING

7.3.5.1 Algemeen

De bemonstering van de schoorsteen moet worden uitgevoerd volgens EN 15259.

Aan het begin van elke dag wordt een nieuwe achtergrondopname uitgevoerd.

Minimaal eenmaal per dag wordt een zerogascontrole van het gehele systeem uitgevoerd, die voldoet aan de eisen zoals beschreven in 7.3.4.

7.3.5.2 Spectrale residuentest

De spectrale residuentest bij FTIR wordt gebruikt om de kwaliteit van de verkregen spectra te beoordelen. Deze test helpt bij het identificeren van afwijkingen of ruis in het spectrum die kunnen ontstaan door verschillende factoren zoals instrumentele fouten, omgevingsinvloeden of onjuiste monsterbereiding. Door de residuen, dit zijn de verschillen tussen het gemeten spectrum en een referentiespectrum, te analyseren, kan worden nagegaan of het spectrum betrouwbaar is.

Voor verdere informatie en interpretaties wordt verwezen naar de CEN/TS 17337.

De spectrale residuen check kan via de software van de FTIR gebeuren volgens door de fabrikant vastgelegde criteria en kan eveneens als maat voor aanwezige onbekende interferenten gehanteerd worden.

Er zijn echter meerdere oorzaken die een alarm kunnen veroorzaken:

- slechte achtergrond
- slechte waterkalibratie
- hardware problemen
- hoge concentraties buiten het meetbereik
- interferenties

Indien tijdens een meting een alarm bij de spectrale residuentest optreedt, dient de oorzaak hiervoor verder onderzocht te worden. De eventuele aanwezigheid van onbekende interferenten kan onderzocht worden door ten velde een gaszak te bemonsteren die achteraf in het laboratorium geanalyseerd wordt.

7.3.6 BEPALEN VAN DRIFT OVER DE MEETPERIODE

Zero- en spandrift wordt bepaald aan de hand van het verschil tussen de meetwaarden bij rechtstreekse aanbieding van zerogas en de subset van testgassen aan het einde en begin van de meetperiode aan de FTIR. De criteria zijn opgenomen in LUC/0/005.

8 UITDRUKKING VAN RESULTATEN

De resultaten worden uitgedrukt in milligram per kubieke meter bij 273,15 K en 1013,25 hPa. Correcties voor water en zuurstof kunnen ook vereist zijn.

Wanneer de resultaten op natte basis worden gegeven, worden de concentraties op droge basis berekend volgens:

$$C_{droog} = C_{nat} \times \frac{100\%}{100\% - \%H_2O}$$

waarbij

C_{droog} : de gemeten concentratie op droge basis;

C_{nat} : de gemeten concentratie op natte basis;

$\%H_2O$: het waterdampgehalte in het nat gas, in vol% (m^3 waterdamp in m^3 nat gas);

Ook het $\%CO_2$ wordt met deze laatste factor vermenigvuldigd, om de concentratie in de droge gasen te bekomen.

Om de mogelijke verdunningseffecten te verrekenen, worden de meetresultaten vaak uitgedrukt bij een referentiepercentage zuurstof, in het droog gas bij normaalomstandigheden. Deze zuurstofgehalten worden in de wetgeving vastgelegd en het percentage wordt bepaald door het type installatie, bijvoorbeeld

- verbrandings- en meeverbrandingsinstallaties voor afvalstoffen : 11%
- verbrandingsinstallaties voor vaste brandstoffen (bv. steenkool): 6%
- verbrandingsinstallaties voor vloeibare en gasvormige brandstoffen: 3%
- gasturbines: 15%
- steenbakkerijen: 18%

Deze omrekening gebeurt aan de hand van volgende formule:

$$Concentratie_R = \frac{21 - OR}{21 - OM} \times Concentratie_M$$

(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

$Concentratie_R$ = concentratie bij het referentiezuurstofgehalte

$Concentratie_M$ = gemeten concentratie

OR = referentiezuurstofgehalte in vol% in het droge afgas

OM = gemeten zuurstofgehalte in vol% in het droge afgas

9 RAPPORTERING EN BEWARING VAN MEETCAMPAGNEGEGEVENS

Voor rapportering is procedure LUC/0/006 van toepassing.

Alle spectra en/of interferogrammen die tijdens de meetperiode zijn opgenomen, dienen met voldoende details over de gebruikte acquisitieparameters opgeslagen te worden, zodat het later mogelijk is om de spectra/interferogrammen opnieuw te analyseren.

10 VALIDATIE

In het algemeen moet een meetmethode in het kader van VLAREM toepasbaar zijn tussen 0,1 keer en 3 keer de emissiegrenswaarde. Volgende parameters dienen minimaal gevalideerd worden:

- Werkgebied;
- Aantoonbaarheidsgrens (CEN/TS 17337 Bijlage B) en bepalingsgrens;
- (Intra-) reproduceerbaarheid;
- Juistheid;
- Lineariteit;
- Validatie van de monstergasleiding en responstijd van het meetsysteem in het laboratorium (zie 7.2.3);
- Meetonzekerheid;

Hervalidatie is vereist bij:

- een aanpassing van de methode die essentieel is;
- wijziging van het toesteltype;
- meetbereik dat door de wet werd aangepast;

Validatie per type instrument is toegelaten, bij aankoop van een vergelijkbaar type apparaat volstaat een ingangscontrolle (vast te leggen in procedure bv lineariteitscontrole). De aantoonbaarheids- en bepalinglimiet moeten wel voor elk toestel afzonderlijk bepaald worden.

Periodieke kwaliteitscontrole wordt onder 11 beschreven.

11 KWALITEITSCONTROLE

Tabel 4 toont de minimaal vereiste frequentie van doorlopende QA/QC-controles.

Tabel 4: Frequentie van controles

Controle	Frequentie	Actie criterium
Reinigen of vervangen van de stoffilter ¹	Zoals vereist	-
Regelmatig onderhoud van het meetsysteem	Zoals vereist door de fabrikant	Zoals vereist
Responstijd (CEN/TS 17337 Annex B)	Ten minste eenmaal per jaar voor elke gemeten component en na een wijziging van het bemonsteringssysteem of na een herstelling van het meetsysteem	Voldoen aan het prestatiecriteria in Tabel 2
Lineariteit	Minstens jaarlijks voor iedere gemeten component	Voldoen aan het prestatiecriteria in Tabel 2
Kalibratie voor water	6 maandelijks of jaarlijks ² nieuwe spectra opnemen en in het toestel opslaan	
Conditioneringssysteem ³	jaarlijks en na herstelling	Dauwpunttemperatuur aan de uitlaat < 4°C bij een waterdampgehalte > 10%

¹ De deeltjesfilter moet periodiek worden vervangen, afhankelijk van de stofbelasting op de bemonsteringslocatie. Tijdens deze filterwissel moet de filterbehuizing worden gereinigd. Overbelading van de deeltjesfilter kan de drukval in de monstergasleiding vergroten.

² Voor waterdamp wordt aanbevolen de kalibratie elke zes maanden te herhalen. Voor sommige meetsystemen is echter een jaarlijkse herhaling voldoende.

³ Enkel toepasbaar op systemen die onder droge omstandigheden werken.

12 BEPALING VAN DE MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient voor de metingen met FTIR te beschikken over een evaluatie van de meetonzekerheid. Indien in de van toepassing zijnde normen een criterium voor de meetonzekerheid opgenomen is, dan moet hieraan voldaan zijn. Voor de zuurstofmeting moet de meetonzekerheid binnen het erkenningscriterium van 0,3 vol% absoluut liggen.

De meetonzekerheid moet rond de emissiegrenswaarde worden bepaald maar een berekening ervan moet kunnen worden uitgevoerd bij elke gemeten concentratie.

Een meetonzekerheidsberekening is terug te vinden in de informatieve bijlage C van CEN/TS 17337.

Bij de aankoop van nieuwe meettoestellen dient aan de leverancier gevraagd te worden naar de specificaties van gevoeligheidsfactoren (netspanning, druk, staaldebiet, temperatuur, vibraties) die nodig zijn als bijdrage in de meetonzekerheid. Bij voorkeur worden gegevens gebruikt die werden bepaald door een onafhankelijk instituut.

13 REFERENTIES

CEN/TS 17337: 2019

Stationary source emissions – Determination of mass concentration of multiple gaseous species – Fourier transform infrared spectroscopy

EN 14789: 2017

Stationary source emissions-Determination of volume concentration of oxygen– Standard Reference method-Paramagnetism

EN 14790: 2017

Stationary source emissions - Determination of the water vapour in ducts - Standard reference method

EN 14791: 2017

Stationary source emissions-Determination of mass concentration of sulphur oxides–Standard Reference method

EN 14792: 2017

Stationary source emissions-Determination of mass concentration of nitrogen oxides- Standard Reference method: Chemiluminescence

EN 15058: 2017

Stationary source emissions-Determination of the mass concentration of carbon monoxide-Standard Reference method: Non-dispersive infrared spectrometry

EN 15267-3: 2007 (NBN EN 15267-3: 2008)

Air quality - Certification of automated measuring systems – Part 3: Performance criteria and test procedures for automated measuring systems for monitoring emissions from stationary sources

(NBN) EN 15267-3: 2023

Air quality - Assessment of air quality monitoring equipment -Part 3: Performance criteria and test procedures for stationary automated measuring systems for continuous monitoring of emissions from stationary sources

(NBN) EN 15267-4: 2017

Air quality - Certification of automated measuring systems – Part 4: Performance criteria and test procedures for automated measuring systems for periodic measurements of emissions from stationary sources

(NBN) EN 15267-4: 2023

Air quality - Assessment of air quality monitoring equipment - Part 4: Performance criteria and test procedures for portable automated measuring systems for periodic measurements of emissions from stationary sources

CEN/TS 17021: 2017

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of sulphur dioxide by instrumental techniques

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

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen (LUC/0/005)

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/lucht-gop/compendium-luc>