

NH₃ rendementsbepaling van luchtwassers bij stalsystemen

INHOUD

1	Toepassingsgebied	4
2	Lijst van technieken die de uitgaande stallucht zuiveren	4
2.1	<i>Biologisch luchtwassysteem (Systeem S-1)</i>	4
2.2	<i>Chemisch luchtwassysteem (Systeem S-2)</i>	4
2.3	<i>Bio-bed luchtbehandelingssysteem (systeem S-3)</i>	5
3	Principe	5
4	Meetmethodiek	5
4.1	<i>Voorafgaand plaatsbezoek</i>	5
4.1.1	Visuele inspectie van de luchtwasser	6
4.1.2	Controlepunten voor de goede werking van de luchtwasser	7
4.1.3	Logboek	7
4.2	<i>Eigenlijke rendementsmeting</i>	8
4.2.1	Visuele inspectie en controlepunten voor de goede werking van de luchtwasser	9
4.2.2	Homogeniteitscontrole	9
4.2.3	Meting van de ventilatielucht aan de ingang van de luchtwasser	12
4.2.4	Meting van de ventilatielucht aan de uitgang van de luchtwasser	13
5	Uitrusting	16
5.1	<i>Te gebruiken materialen</i>	16
5.2	<i>Verdeelstuk voor simultane monsterneming op verschillende meetpunten in de drukkamer</i>	16
5.3	<i>Apparatuur voor monsterneming van grotere deelopervlakken aan de uitgang van de luchtwasser</i>	17
5.3.1	Gebruik van een opzetstuk	17
5.3.2	Rooster voor simultane monsterneming op verschillende meetpunten van een groter deelopervlak	18
5.3.3	Alternatieve apparatuur voor monsterneming van de ventilatielucht aan de uitgang van de luchtwasser	18
5.4	<i>Sonde</i>	19
5.5	<i>Filter voor stofafscheiding</i>	20
5.6	<i>Impingers of wasflessen</i>	21
5.7	<i>Monsternemingsleiding</i>	22
5.8	<i>Eenheid met pomp en droge gasmeter</i>	23
5.9	<i>Barometer</i>	23
5.10	<i>Staalnamereciënten</i>	23
5.11	<i>Absorptievloeistof</i>	23
6	Monsternemingsprocedure	24

7	Analyse	25
8	Berekeningen	26
8.1	<i>Aangezogen gasvolume onder normaalomstandigheden</i>	26
8.2	<i>Gasvormig NH₃</i>	26
8.3	<i>Rendement van de luchtwasser</i>	27
9	Aandachtspunten	28
10	Validatie	29
10.1	<i>Validatie van de natchemische monsterneming</i>	29
10.2	<i>Homogeniteit luchtwassers</i>	29
10.3	<i>Vergelijking van verschillende monsternemingssystemen</i>	35
10.4	<i>Herhaalbaarheid van indicatieve metingen met gasdetectiebuisjes</i>	39
11	Meetonzekerheid	40
11.1	<i>Meetonzekerheid van de natchemische bepaling van de concentratie gasvormig NH₃ in emissies</i>	40
11.2	<i>Meetonzekerheid op de concentratie gasvormig NH₃ aan de uitgang van de luchtwasser</i>	40
11.3	<i>Meetonzekerheid op de rendementsbepaling</i>	41
12	Referenties	43
	BIJLAGE: Checklist NH₃-rendementsbepaling van luchtwassers bij stalsystemen	47

1 TOEPASSINGSGEBIED

Het Ministerieel Besluit van 19 maart 2004 over de vaststelling van de lijst van ammoniakemissiearme stalsystemen en het Ministerieel Besluit van 31 mei 2011 tot wijziging van bijlage I van het Ministerieel Besluit van 19 maart 2004, voorzien dat de bevoegde overheid kan voorschrijven om een NH₃-rendementsmeting van het luchtwassysteem uit te voeren.

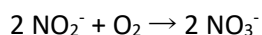
In deze procedure wordt de meetmethodiek vastgelegd die hierbij gevolgd dient te worden. Deze procedure is van toepassing voor de S-lijst van technieken die de uitgaande stallucht zuiveren, opgenomen in Hoofdstuk 5 van bijlage I van het MB.

2 LIJST VAN TECHNIKEN DIE DE UITGAANDE STALLUCHT ZUIVEREN

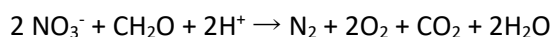
Volgende technieken zijn momenteel opgenomen in Hoofdstuk 5 van bijlage I van het MB. Bij uitbreiding van deze lijst dient de methode eveneens toegepast te worden op de toegevoegde technieken.

2.1 BIOLOGISCH LUCHTWASSYSTEEM (SYSTEEM S-1)

De biologische luchtwasser bestaat uit een filter (kolom met vulmateriaal) of uit een filterpakket dat continu vochtig wordt gehouden met een wasvloeistof en waar de uitgaande stalventilatielucht in tegenstroom, gelijkstroom of dwarsstroom door geleid wordt. Bij passage van de stalventilatielucht door het luchtwassysteem wordt de ammoniak afgevangen in de wasvloeistof, waarna de gereinigde ventilatielucht het luchtwassysteem verlaat. Bacteriën die zich op het vulmateriaal en in de wasvloeistof bevinden zetten de ammoniak om in nitriet en/of nitraat, waarna deze stoffen met het spuiwater worden afgevoerd.



Een denitrificator wordt toegepast om nitraat en nitriet uit het waswater te verwijderen en zo het evenwicht van de chemische reacties naar rechts te verschuiven:

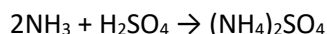


Een teveel aan vrij NH₃ en HNO₂ onderdrukt de werking van de bacteriën. Een denitrificatie is niet noodzakelijk, maar zal ervoor zorgen dat de hoeveelheid spuiwater verkleint.

2.2 CHEMISCH LUCHTWASSYSTEEM (SYSTEEM S-2)

Het luchtwassysteem bestaat uit een filter (kolom met vulmateriaal) of uit een filterpakket dat continu vochtig wordt gehouden met een wasvloeistof die aangezuurd is met zwavelzuur en waar de uitgaande stalventilatielucht in tegenstroom, gelijkstroom of dwarsstroom door geleid wordt. Bij passage van de stalventilatielucht door het luchtwassysteem wordt de ammoniak afgevangen

in de wasvloeistof, waarna de gereinigde ventilatielucht het systeem verlaat. Door toevoeging van zwavelzuur aan de wasvloeistof wordt de ammoniak gebonden als ammoniumsulfaat, waarna deze stof met het spuiwater wordt afgevoerd:



2.3 BIO-BED LUCHTBEHANDELINGSSYSTEEM (SYSTEEM S-3)

Het luchtzuiveringssysteem bestaat uit een bed van biologisch vulmateriaal dat continu vochtig wordt gehouden en waar de uitgaande stalventilatielucht door geleid wordt. Bij passage van de ventilatielucht door het luchtzuiveringssysteem wordt de ammoniak afgevangen en door bacteriën die zich op het vulmateriaal bevinden omgezet in nitriet en/of nitraat (zie 2.1).

3 PRINCIPE

Voor de rendementsbepaling op de luchtbehandelingssystemen van varkens- of pluimveestallen die onder 2 beschreven zijn, dient conform het MB van 19 maart 2004 een natchemische bepaling van het ammoniakgehalte in zowel de ventilatielucht voor de wasser als in de ventilatielucht na de wasser uitgevoerd te worden. De meetmethode voor de natchemische monsterneming van gasvormig ammoniak in een gaskanaal volgens NBN EN ISO 21877 is beschreven in compendiumprocedure LUC/III/003. Indien enkel gasvormig ammoniak in aanwezigheid van ammoniumstof bepaald moet worden, wordt volgens deze methode voor geleide emissies bij aanwezigheid van druppels in het afgas zoals aan de uitgang van een luchtwassysteem te verwachten is, een representatief staal uit een gaskanaal aangezogen via een verwarmde sonde met filter buiten de schoorsteen ('out-stack') op 105°C. Deze temperatuur werd aanvullend aan de norm NBN EN ISO 21877 voorgeschreven omdat condensatie of nat worden van de filter [...] bij deze condities vermeden wordt [...] terwijl de verdamping van ammoniumzouten van de filter bij die temperatuur minimaal is. Bij afwezigheid van druppels wordt volgens deze methode voor geleide emissies bij voorkeur een monsterneming van gasvormig NH₃ in de schoorsteen ('in-stack') bij de afgastemperatuur uitgevoerd of alternatief buiten de schoorsteen op 105°C [...]. Ammoniak wordt geabsorbeerd in twee impingers of wasflessen met frit gevuld met 0,1 N H₂SO₄ [...] waarbij ammoniumsulfaat ontstaat. Deeltjes en stof die vaste ammoniumzouten kunnen bevatten worden door de filtratie verwijderd.

Bij de meeste bestaande luchtwassystemen gebeurt de emissie van de gezuiverde stallucht niet via een geleidend kanaal maar via een open emitterend oppervlak met mogelijke concentratieverschillen over het oppervlak. Onder hoofdstuk 4 wordt een meetmethodiek beschreven die specifiek van toepassing is voor metingen aan luchtwassers.

4 MEETMETHODIEK

4.1 VOORAFGAAND PLAATSBEZOEK

Een voorafgaand plaatsbezoek aan de luchtwasser dient uitgevoerd te worden. Dit plaatsbezoek heeft in de eerste plaats als doel om na te gaan of de luchtwasser(s) goed bereikbaar is (zijn) en of

al dan niet een hoogtewerker/ladder of ander materiaal noodzakelijk is om de toegankelijkheid te verzekeren. De karakteristieken van de luchtwasser worden hierbij opgetekend: de afmetingen van de luchtwasser(s), het type luchtwasser (chemisch/biologisch), het type van vulmateriaal, leverancier van de luchtwasser, visuele inspectie van het oppervlak van de luchtwasser(s) (4.1.1) en de (goede) werking van de luchtwasser (4.1.2), ... Indien meerdere waspakketten op het bedrijf aanwezig zijn, dan dient een schematische weergave van de volledige luchtwassing in de checklist van het voorafgaand plaatsbezoek opgenomen te worden.

Tijdens dit voorafgaand bezoek worden eveneens de technische fiche en het logboek (4.1.3) opgevraagd. Een kopie van de technische fiche en het logboek dienen later bij het meetverslag te worden gevoegd zodat verdere interpretatie van de meetresultaten mogelijk is.

Tijdens dit voorafgaand bezoek kunnen ook de gepaste afspraken voor de eigenlijke metingen met de veehouder gemaakt worden. Er wordt aanbevolen om het plaatsbezoek met foto's te verduidelijken.

Een kopie van het verslag van het voorafgaandelijk plaatsbezoek, de technische fiche en het logboek worden overgemaakt aan de bevoegde overheid vóór uitvoering van de metingen. Indien duidelijk visuele gebreken of onregelmatigheden rond de uit te voeren controles in het logboek worden vastgesteld, kan door de bevoegde overheid beslist worden om tot nader order geen meting uit te voeren.

4.1.1 VISUELE INSPECTIE VAN DE LUCHTWASSER

Tijdens het voorafgaand plaatsbezoek dient steeds een visuele inspectie van het oppervlak van de luchtwasser(s) uitgevoerd te worden. Indien meerdere waspakketten op het bedrijf aanwezig zijn, dan dienen deze allemaal aan een visuele inspectie onderworpen te worden. De resultaten worden genoteerd op de checklist (zie bijlage).

Mogelijke afwijkingen kunnen onder andere zijn:

- verzakking van het vulmateriaal of onvolledige vulling waardoor gaten in het waspakket kunnen ontstaan (zie bv. figuur 1)
- slecht werkend sproeisysteem waardoor er geen gelijkmatige bevochtiging van het waspakket optreedt
- de aanwezigheid van droge plekken die wijzen op een lokaal slecht werkende bevochtiging
- de aanwezigheid van lekopeningen rondom het waspakket
- zoutvorming op het waspakket met verstoppingen en dus een slechtere werking van de luchtwasser

Tengevolge van deze afwijkingen wordt een deel van de stallucht minder gezuiverd of ongezuiverd in de atmosfeer geëmitteerd. Aangezien de geventileerde lucht de weg van de minste weerstand zoekt, zal de emissie langs openingen/gaten bovendien des te groter zijn waardoor dit effect nog meer uitgesproken zal zijn.

Duidelijk aanwezige visuele gebreken vastgesteld tijdens het voorafgaandelijke bezoek worden beschreven in het verslag van dit bezoek. Deze vaststellingen dienen gestaafd te worden door het nemen van een aantal foto's. Op basis van deze vaststellingen kan er door de bevoegde overheid beslist worden om tot nader order geen meting uit te voeren. De luchtwasser dient dan eerst hersteld/gereinigd worden vooraleer het rendement via de hierna voorgestelde strategieën kan bepaald worden.



Figuur 1: Gaten in de luchtwasser

4.1.2 CONTROLEPUNTEN VOOR DE GOEDE WERKING VAN DE LUCHTWASSER

4.1.2.1 LUCHTWASSYSTEMEN S-1 EN S-2

Volgende parameters dienen bij het voorafgaand plaatsbezoek geregistreerd/gemeten te worden:

- waswaterverdeling en sproeibeeld over het filterpakket/sproeieregime (sproeiers al dan niet continu werkend);
- waswaterdebiet en stand van de urenteller van de circulatiepomp van het waswater
- spuiwaterdebiet en stand van de waterpulsometer voor het spuiwaterdebiet;
- spui-frequentie;
- ventilatie-instellingen en luchtweerstand van het luchtwassysteem (drukval in Pa over het (filter)pakket);
- pH van het waswater ter hoogte van het voorziene aftappunt;

4.1.2.2 LUCHTWASSYSTEEM S-3

Volgende parameters dienen bij het voorafgaand plaatsbezoek geregistreerd/gemeten te worden:

- bevochtigingspatroon van het vulmateriaal
- stand van de watermeter
- hoeveelheid verbruikt bevochtigings-/spoelwater
- draaiuren waspomp
- toename van de drukval over het vulmateriaal

4.1.3 LOGBOEK

Een kopie van het logboek wordt opgevraagd bij de exploitant. Het logboek bevat alle gegevens omtrent volgende controles:

- de halfjaarlijkse controle van het waswater;
- de wekelijkse controle op de goede werking van het luchtwassysteem door de exploitant (zie hierboven vermelde punten) en eventuele acties;

- het jaarlijks onderhoud en de controle uitgevoerd door de leverancier of een andere deskundige partij
- de eventuele rendementsmetingen

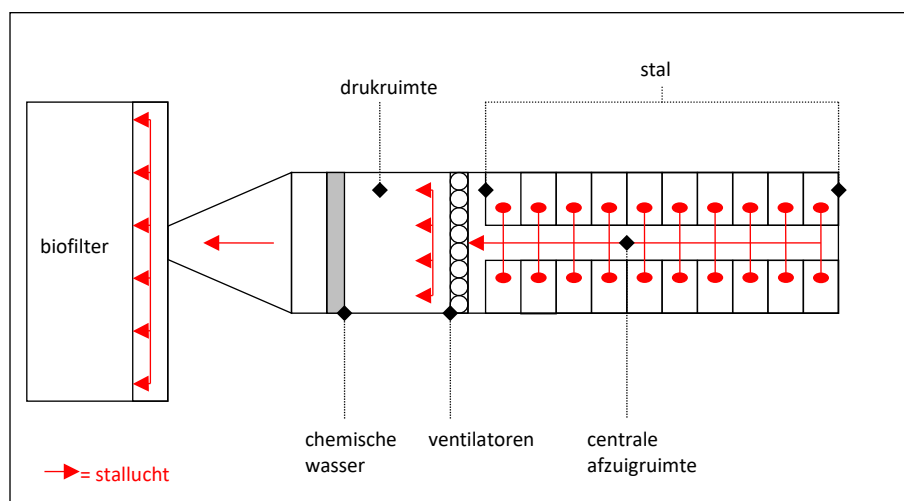
4.2 EIGENLIJKE RENDEMENTSMETING

Het rendement van een luchtwasser wordt zoals beschreven in het MB van 19 maart 2004 betreffende de ammoniakemissiearme stalsystemen bepaald door de simultane meting van de ammoniakconcentratie in de ventilatielucht voor en na de zuiveringsinstallatie. Dit dient te gebeuren gedurende drie maal een meting van minimaal een half uur tijdens piekbelasting van de wasser (dit betekent voor de veehouderij overdag). Deze 3 metingen dienen serieel uitgevoerd te worden.

Voorafgaand aan de metingen dient een controle op de goede werking van de luchtwasser(s) en een visuele inspectie van de luchtwasser(s) uitgevoerd te worden (4.1.1). Naast de resultaten van deze voorafgaande controles, dient volgende informatie op het moment van de metingen eveneens geregistreerd te worden voor het staldeel/het stalcompartiment waarop het waspakket is geïnstalleerd waar de metingen worden uitgevoerd:

- het staltype;
- de dierbezetting (gewicht, leeftijd en aantal);

Deze gegevens worden mee in het rapport opgenomen evenals een schematische weergave van het concept stal/luchtwasser(s)/luchtstroom (voorbeeld zie Figuur 2). Indien meerdere waspakketten op het bedrijf aanwezig zijn, dan dient een weergave van de volledige luchtwassing in de checklist van het voorafgaand plaatsbezoek en het rapport opgenomen te worden. In dat geval dient ook duidelijk in het rapport aangegeven te worden op welk luchtwasser de metingen werden uitgevoerd.



Figuur 2: Voorbeeld van een schematische weergave van het concept stal/luchtwasser/luchtstroom

4.2.1 VISUELE INSPECTIE EN CONTROLEPUNTEN VOOR DE GOEDE WERKING VAN DE LUCHTWASSER

Voorafgaand aan de eigenlijke rendementsmetingen, wordt opnieuw een visuele inspectie van de luchtwasser uitgevoerd (4.1.1) en worden de controlepunten voor de goede werking van de luchtwasser (4.1.2) opnieuw afgetoetst zoals bij het voorafgaand plaatsbezoek.

4.2.2 HOMOGENITEITSCONTROLE

Vooraleer wordt overgegaan tot de eigenlijke rendementsmetingen dient er een homogeniteitscontrole van het emitterend oppervlak uitgevoerd te worden. Op basis van deze controle wordt nadien de effectieve monsternemingsstrategie gekozen.

Op minimum 6 meetplaatsen, gelijkmatig verdeeld over het totale oppervlak van de luchtwasser, worden NH_3 -metingen met behulp van gasmeetbuisjes uitgevoerd (zie Figuur 3). Het grootste aantal meetpunten wordt hierbij gekozen in de lengterichting. Een voorbeeld van een gelijkmatige verdeling van de monsternemingspunten wordt gegeven in Figuur 4.



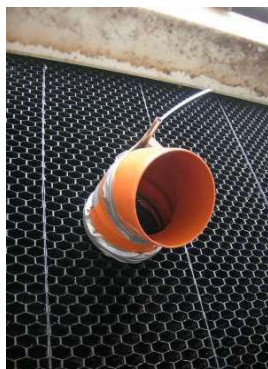
Figuur 3: Gasdetectiebuisjes voor homogeniteitscontrole van het oppervlak van de luchtwasser

●	●	●
●	●	●

Figuur 4: Gelijkmatige verdeling van de monsternemingspunten over het oppervlak van de luchtwasser

Tijdens de metingen worden de gasmeetbuisjes tegen windinslag afgeschermd, bijvoorbeeld door gebruik van een opzetstuk (zie Figuur 5).

Een schema of foto van het waspakket met een aanduiding van de genummerde meetpunten van de homogeniteitstest alsook een tabel met de meetresultaten moeten in het verslag opgenomen worden. Voorbeelden hiervan zijn opgenomen in Figuur 19 t.e.m. Figuur 23.



Figuur 5: Toepassing van een opzetstuk om windinslag te vermijden

De NH_3 -gasmeetbuisjes moeten steeds het gepaste meetbereik hebben om de aflezing zo nauwkeurig mogelijk te maken. Voor lage NH_3 -concentraties aan de uitgang tot 3 ppm kan bijvoorbeeld een Dräger-gasmeetbuisje van het type 0.25/a met een bereik van 0,25-3 ppm en een relatieve standaardafwijking (rsd) van 10 tot 15% gebruikt worden. Er zijn eveneens Dräger-gasmeetbuisjes voor ammoniak met hogere meetbereiken beschikbaar:

- type 2/a van 2 tot 30 ppm (rsd 10 à 15%)
- type 5/a van 5 tot 70 ppm of van 50-700 ppm (rsd 10 à 15%)
- type 5/b van 5 tot 100 ppm (rsd 10 à 15%)

Deze door de leverancier opgegeven relatieve standaardafwijking werd in het labo gecontroleerd door het herhaaldelijk meten van ingaande en uitgaande ventilatielucht, bemonsterd in een inerte gaszak. De vastgestelde spreiding was lager dan 5% (zie 10.4).

Alternatief kan eveneens een NH_3 -sensor (bijvoorbeeld Dräger Pac 7000) of een on-line monitor (bijvoorbeeld een NEO Lasergas NH_3 -monitor) voor de homogeniteitscontrole gebruikt worden. De herhaalbaarheid **van de gebruikte meetmethode** dient **conform WAC/VI/A/001** gecontroleerd te worden en mag maximaal 10% bedragen.

Met herhaalbaarheid wordt volgens WAC/VI/A/001 de precisie bedoeld die wordt verkregen bij uitvoering van alle betreffende metingen door dezelfde analist, met dezelfde meetapparatuur, op zo dicht mogelijk bij elkaar gelegen tijdstippen. De gebruikelijke maat is de herhaalbaarheidsstandaardafwijking of de herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt (relatieve herhaalbaarheidsstandaardafwijking). Bepaling van de herhaalbaarheid van een meetmethode gebeurt in principe op praktijkmonsters of monsters die hierop zoveel mogelijk gelijken. Eén van de beschreven methoden uit WAC/VI/A/001 is herhaalde analyse (minstens 5 keer) van eenzelfde monster.

De herhaalbaarheid van de meetmethode ter bepaling van de homogeniteit van de gaswasser dient ten minste op 2 NH_3 -concentratieniveaus (resp. in het bereik 1 - 3 ppm en 5 - 25 ppm) gecontroleerd te worden.

Indien de relatieve standaardafwijking op de gemiddeld gemeten concentratie aan gasvormig NH_3 met de gasmeetbuisjes binnen de 30% ligt, dan volstaat een eigenlijke natchemische monsterneming in de gekozen 6 meetpunten. De punten worden tegen windinslag afgeschermd bijvoorbeeld door toepassing van een opzetstuk (voorbeelden hiervan in Figuur 5 en Figuur 11). Dit 30%-criterium werd bepaald uit combinatie van de maximum spreiding op het gemiddelde van 6

meetpunten bij luchtwassers die volgens EN 15259 homogeen zijn (zie 10.2) en de herhaalbaarheid van gasdetectiebuisjes (10 à 15%).

Indien de relatieve standaardafwijking groter is dan 30%, dan wordt de luchtwasser als een niet homogeen emitterende bron beschouwd. In dat geval dient een zo groot mogelijk deel van het emitterend oppervlak bemonsterd te worden. Hierbij wordt als minimum vereiste 10% van het totale oppervlak (voor luchtwassers tot 40 m² minimaal vier deelvlakken van 1 m²) gesteld waarbij gerefereerd wordt naar de norm VDI 3880 (paragraaf 5.2.2.3) die bij geurmetingen voor oppervlakken tot 100 m² monsterneming van minstens 10 m² voorschrijft.

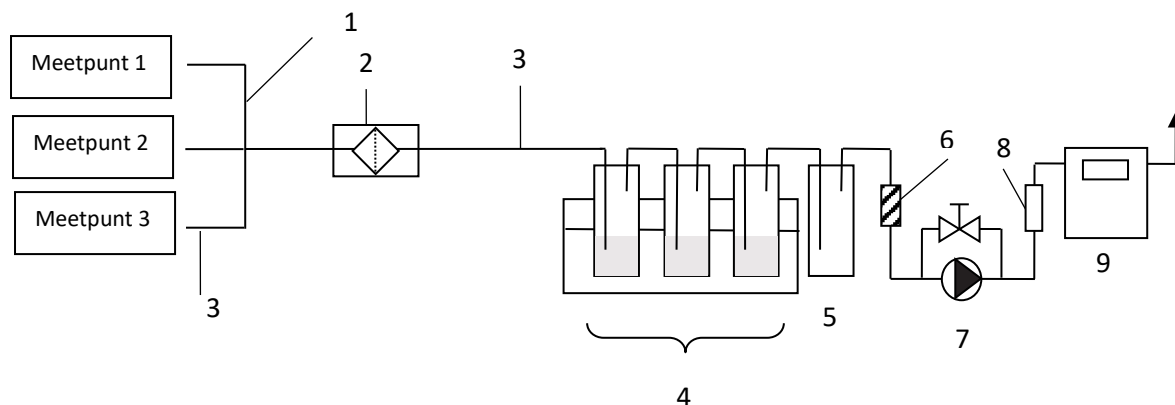
De meetstrategie voor een niet homogene luchtwasser kan in ieder geval ook steeds toegepast worden bij homogene luchtwassers.

4.2.3 METING VAN DE VENTILATIELUCHT AAN DE INGANG VAN DE LUCHTWASSER

De monsterneming van de ventilatielucht aan de ingang van de luchtwasser gebeurt gelijktijdig op minimaal 3 plaatsen verspreid in de drukkamer. Hiervoor kan bijvoorbeeld een glazen verdeelstuk gebruikt worden (zie Figuur 10). Er dient hierbij voor gezorgd te worden dat de debieten doorheen de verschillende aanzuigleidingen naar het verdeelstuk onderling maximaal 20% verschillen. Het erkende laboratorium dient aan te tonen dat het gebruikte verdeelsysteem voldoet aan dit criterium.

De aangezogen gasstroom wordt gefilterd om stof en eventueel aanwezige ammoniumaërosolen uit de gasstroom te verwijderen. De temperatuur van de filter en van de staalnameleidingen tot aan het filterhuis of van het filterhuis naar de impingers/wasflessen dient boven het dauwpunt van de ventilatielucht te liggen zodat condensatie vermeden wordt.

De monsternemingsduur van een meting bedraagt minimaal 30 minuten. Figuur 6 geeft een schematische voorstelling van de monsternemingsopstelling. De pompen van de monsternemingstreinen aan de in- en uitgang van de luchtwasser dienen gelijktijdig gestart te worden. Nadat alle meetpunten aan de uitgang van de luchtwasser bemonsterd zijn, worden de pompen gelijktijdig gestopt.



1. glazen verdeelstuk (zie Figuur 10) voor simultane monsterneming in minimum 3 punten
2. filter (temperatuur > dauwpunt)
3. teflonleiding (temperatuur > dauwpunt)
4. 2 of 3 impingers of wasflessen gevuld met 0,1 N H_2SO_4 (koeling in (ijs)water)
5. veiligheidsfles (optioneel)
6. droger
7. pomp
8. debietmeter
9. gasteller

Figuur 6: Opstelling voor de natchemische monsterneming van NH_3 in de ventilatielucht aan de ingang van de luchtwasser



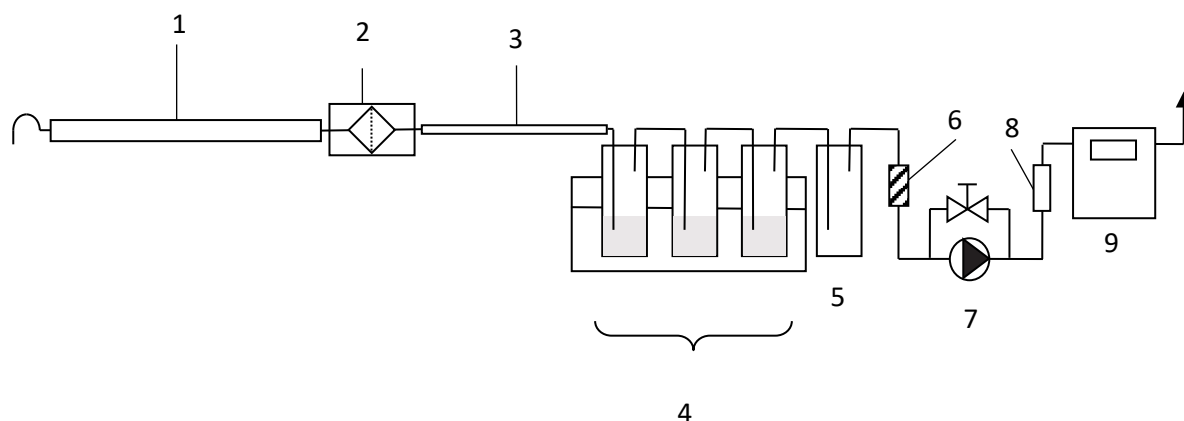
Figuur 7: NH₃-metingen in de ventilatielucht aan de ingang van de luchtwasser

De verschillende stappen voor de eigenlijke monsterneming worden beschreven onder paragraaf 0.

4.2.4 METING VAN DE VENTILATIELUCHT AAN DE UITGANG VAN DE LUCHTWASSER

Op basis van de voorafgaande controle van de homogeniteit (zie 4.2.2) wordt de effectieve monsternemingsstrategie gekozen.

Indien de relatieve standaardafwijking op de gemiddeld gemeten concentratie aan gasvormig NH₃ met de gasmeetbuisjes binnen de 30% ligt, dan volstaat een eigenlijke natchemische monsterneming in de 6 meetpunten die gelijkmatig verdeeld zijn over het totale oppervlak van de luchtwasser (zie 4.2.2). De punten worden tegen windinslag afgeschermd bijvoorbeeld door toepassing van een opzetstuk (voorbeelden hiervan in Figuur 5 en Figuur 11). Verder wordt een verwarmde sonde gebruikt of een verwarmde leiding die rechtstreeks aan het opzetstuk aangesloten wordt (zie Figuur 14). Bij gevaar voor verdunning door windinslag is het gebruik van een niet afgeschermd teflonleiding niet voldoende. Een schematische weergave van een dergelijke opstelling voor de natchemische monsterneming van ammoniak in de ventilatielucht aan de uitgang van een luchtwasser is weergegeven in Figuur 8. In Figuur 9 zijn enkele praktijkfoto's van deze meetopstelling weergegeven.



1. nozzle en verwarmde monsternemingssonde (105°C)
2. verwarmde filter (105°C)
3. verwarmde leiding (105°C)
4. 2 of 3 impingers of wasflessen gevuld met 0,1 N H₂SO₄ (koeling in (ijs)water)
5. veiligheidsfles (optioneel)
6. droger
7. pomp
8. debietmeter
9. gasteller

Figuur 8: Opstelling voor de natchemische monsterneming van NH₃ in de ventilatielucht na de luchtwasser



Figuur 9: Natchemische monsternemingen van NH₃ in de ventilatielucht na de luchtwasser

Indien de relatieve standaardafwijking groter is dan 30%, dan wordt de luchtwasser als een niet homogeen emitterende bron beschouwd. In dat geval dient een zo groot mogelijk deel van het emitterend oppervlak bemonsterd te worden waarbij een minimum vereiste van 10% van het totale oppervlak geldt. Deze 10%-vereiste is afkomstig uit de norm VDI 3880 (paragraaf 5.2.2.3) die bij geurmetingen voor oppervlakken tot 100 m² monsterneming van minstens 10 m² voorschrijft. Het 10% oppervlak wordt gelijkmatig verdeeld over een aantal deeloppervlakken. In de VDI 3880 is het aantal deelvlakken gedefinieerd in functie van de totale oppervlakte voor een biofilter. In Tabel 1 is dit aantal volgens VDI 3880 voor oppervlakken tot 100 m² weergegeven. Dit aantal geldt als richtlijn bij de monsterneming op niet homogene NH₃-luchtwassers. Voor luchtwassers tot 40 m² dienen minimaal 4 deelvlakken van 1 m² bemonsterd te worden. Het aantal deelvlakken,

gelijkmatig verspreid over de volledige oppervlakte kan hierbij verhoogd worden, met inachtneming van een totale oppervlakte van minimaal 4 m².

De meetstrategie voor een niet homogene luchtwasser kan in ieder geval ook steeds toegepast worden bij homogene luchtwassers.

Onder 5.3 worden een aantal meetmethoden beschreven om grotere deeloppervlakken van het totale oppervlak te bemonsteren. De monsterneming van de ventilatielucht in de verschillende punten/deeloppervlakken aan de uitgang van de luchtwasser kan simultaan of achtereenvolgens gebeuren. Bij niet homogene luchtwassers wordt gebruik gemaakt van een rooster dat simultane monsterneming op verschillende punten over een totaal oppervlak van ≈ 1 m² mogelijk maakt. Dit rooster wordt op verschillende deeloppervlakken gelijkmatig verspreid over de luchtwasser geplaatst zodat in totaal minimum 10% van het oppervlak bemonsterd wordt. Bij luchtwassers met een oppervlak kleiner dan 40 m², gelden bovenvermelde bepalingen. Twee alternatieve systemen voor omzetting van de uitgaande gasstroom naar een meer geleide gasstroom bij niet homogene luchtwassers worden beschreven in 5.3.3.

Tabel 1: Aantal deelvlakken voor de monsterneming van de geurconcentratie op een biofilter met een oppervlakte tot 100 m²

Oppervlakte van de biofilter in m ²	Aantal deelvlakken van tenminste 1 m ² voor de monsterneming
Tot 40	4
Tot 50	5
Tot 60	6
Tot 70	7
Tot 80	8
Tot 90	9
Tot 100	10

De totale monsternemingsduur bedraagt minimaal 30 minuten. De ventilatielucht na de luchtwasser bevat mogelijk kleine waterdruppels die in het monsternemingssysteem aanleiding kunnen geven tot absorptie en dus verlies van gasvormig ammoniak. Daarom dienen de aanzuigsonde (indien van toepassing), het filterhuis en leidingen tot aan de wasflessen op 105°C verwarmd te worden. Stof en aërosolen worden eveneens bij deze temperatuur verwijderd door filtratie over een huls- of vlakfilter.

Bij gebruik van een rooster met verschillende monsternemingspunten wordt de verwarmde leiding en het verwarmde filterhuis rechtstreeks aangekoppeld zonder sonde.

De verschillende stappen voor de eigenlijke monsterneming worden beschreven onder paragraaf 0.

5 UITRUSTING

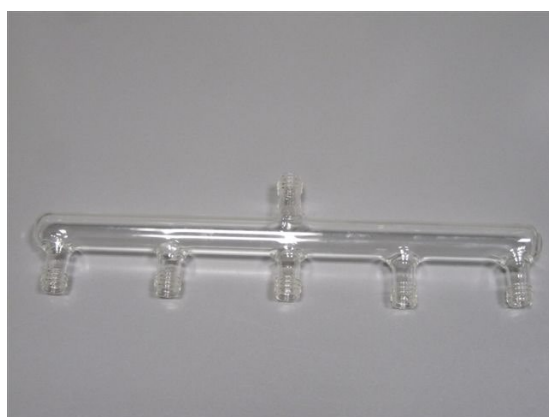
5.1 TE GEBRUIKEN MATERIALEN

Alle delen van de uitrusting vóór de impingers/wasflessen die in contact komen met de gassen, met inbegrip van de nozzle, dichtingen en flexibele verbindingstukken moeten tegen corrosie en hoge temperatuur bestand zijn. Het materiaal van de uitrusting mag geen NH_3 adsorberen of ermee reageren. Borosilicaatglas en titanium zijn geschikt, PTFE (polytetrafluoretheen) mag ook gebruikt worden bijvoorbeeld voor dichtingen of flexibele verbindingstukken.

De vereisten voor het materiaal zijn minder streng voor de delen van het monsternemingssysteem na de impingers/wasflessen (pompen, gasmeter), maar ook hier wordt materiaal aanbevolen dat bestand is tegen corrosie.

5.2 VERDEELSTUK VOOR SIMULTANE MONSTERNEMING OP VERSCHILLENDE MEETPUNTEN IN DE DRUKKAMER

De monsterneming van de ventilatielucht aan de ingang van de luchtwasser gebeurt gelijktijdig op minimaal 3 plaatsen verspreid in de drukkamer. Dit kan met behulp van een glazen verdeelstuk uitgevoerd worden. Een voorbeeld van een dergelijk verdeelstuk wordt weergegeven op Figuur 10.



Figuur 10: Voorbeeld van een glazen verdeelstuk voor monsterneming van de ventilatielucht op verschillende plaatsen vóór de luchtwasser

5.3 APPARATUUR VOOR MONSTERNEMING VAN GROTERE DEELOPPERVLAKKEN AAN DE UITGANG VAN DE LUCHTWASSER

5.3.1 GEBRUIK VAN EEN OPZETSTUK

De monsterneming van de ammoniakconcentratie aan de uitgang van een homogene luchtwasser wordt in minimum 6 punten gelijkmatig verdeeld over het wasoppervlak uitgevoerd. Bij voorkeur wordt voor deze metingen gebruik gemaakt van een opzetstuk met een diameter van ≈ 15 cm waardoor reeds iets grotere oppervlakken van de luchtwasser bemonsterd worden en er geen windinslag kan plaatsvinden (zie Figuur 11). Met behulp van een dergelijk opzetstuk wordt een deelgasstroom omgezet tot een geleide emissie. De metingen vinden vervolgens plaats met de meetmethode voor geleide emissies die onder 4.2.4 beschreven wordt. De aanzuigmond van de sonde wordt hierbij in het middelpunt van de dwarsdoorsnede van het opzetstuk aangebracht om wandeffecten te vermijden.



Figuur 11: Meting van de ventilatielucht aan het oppervlak van de luchtwasser met behulp van een opzetstuk

Bij niet homogene luchtwassers (zie 4.2.2) dient een zo groot mogelijk deel en minimum 10% van het emitterend oppervlak bemonsterd te worden. Voor luchtwassers tot 40 m^2 dienen minimaal 4 deelvlakken van 1 m^2 bemonsterd te worden. Het aantal deelvlakken, gelijkmatig verspreid over de volledige oppervlakte kan hierbij verhoogd worden, met inachtneming van een totale oppervlakte van minimaal 4 m^2 .

De te kiezen meetopstelling hangt voornamelijk af van de bereikbaarheid en constructie van de luchtwasser. Bij voorkeur wordt gebruik gemaakt van een rooster voor simultane monsterneming op verschillende meetpunten van een groter deeloppervlak (Figuur 12). Dit rooster wordt dan op een aantal deelvlakken (zie Tabel 1) homogeen verspreid over de luchtwasser opgesteld.

In het meetverslag dient steeds een schematische voorstelling van de (genummerde) meetpunten of meetvlakken opgenomen te worden.

5.3.2 ROOSTER VOOR SIMULTANE MONSTERNEMING OP VERSCHILLENDE MEETPUNTEN VAN EEN GROTER DEELOPPERVLAKE

Bij een rooster (zie voorbeeld in Figuur 12) wordt de ventilatielucht aan de uitgang van de luchtwasser simultaan op minimaal 6 punten aangezogen en vervolgens via één centraal punt naar een verwarmde leiding op 105°C, een filter op 105°C en de wasflessen geleid. De verschillende punten worden verdeeld over het rooster. Er dient met een debietsmeter geverifieerd te worden dat de aanzuigdebieten doorheen de verschillende aanzuigleidingen onderling maximaal 20% verschillen. Het rooster dient eveneens tot 105°C verwarmd te worden om condensatie te vermijden. Hiertoe werd in het getoonde voorbeeld een verwarmingslint met regelaar en bijkomende isolatie rond de leidingen aangebracht. Het roosteroppervlak bedraagt $\approx 1 \text{ m}^2$. Het rooster moet zo dicht mogelijk tegen de luchtwasser aangebracht worden (anders afdichting kieren!) en de aanzuigleidingen dienen tegen windinslag afgeschermd te worden.



Figuur 12: Rooster voor simultane monsterneming op verschillende meetpunten van een groter deelopervlak

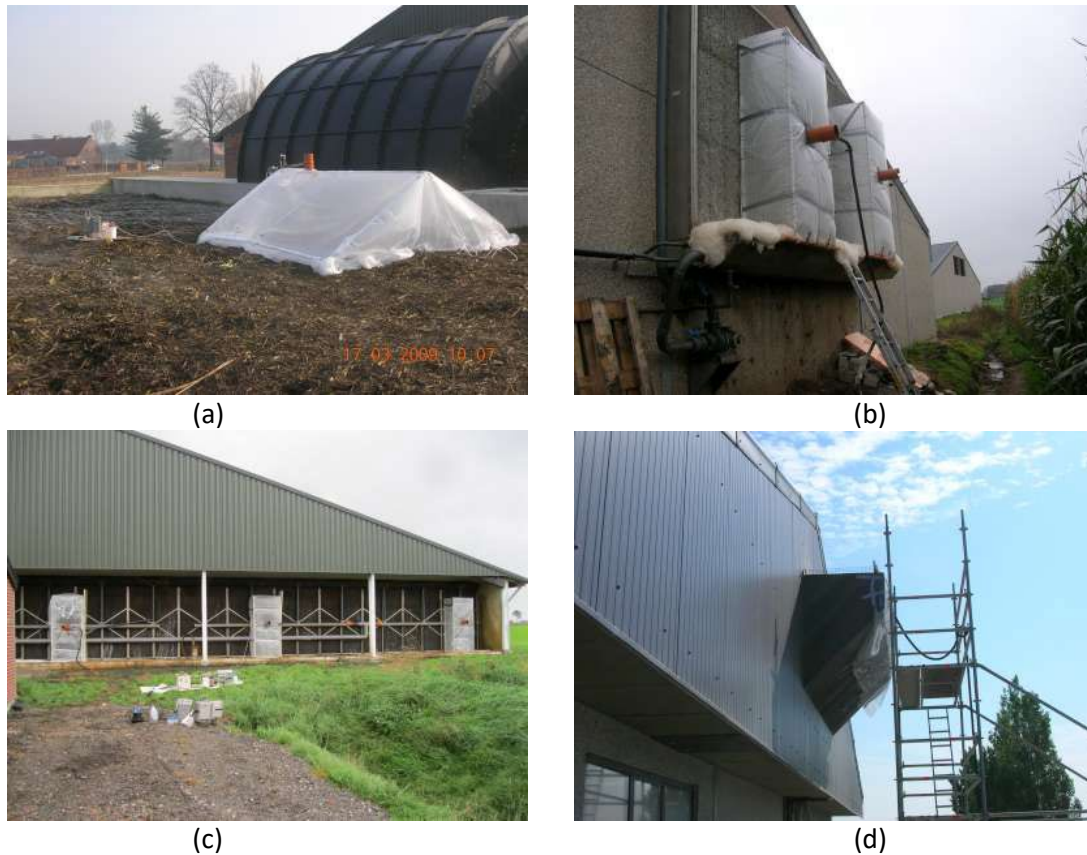
5.3.3 ALTERNIEVE APPARATUUR VOOR MONSTERNEMING VAN DE VENTILATIELUCHT AAN DE UITGANG VAN DE LUCHTWASSER

In Figuur 13 worden twee alternatieve methoden getoond om de ventilatielucht na de luchtwasser over grotere deelopervlakken te bemonsteren:

- Figuur 13 (a): meting met een tent met een oppervlakte van $\approx 15 \text{ m}^2$
- Figuur 13 (b) en (c): metingen met een box met een oppervlakte van $\approx 2,25 \text{ m}^2$

Bij de methoden (a) en (b)/(c) wordt gebruik gemaakt van een box of een tent die uitgerust zijn met een opzetstuk voor omzetting van de uitgaande gasstroom naar een meer geleide emissie. Dit opzetstuk kan bijvoorbeeld gevormd worden door een PVC-buis.

Figuur 13d toont een situatie waarbij het praktisch onmogelijk is om gebruik te maken van bijvoorbeeld een box. De luchtwasser werd langs de voorkant met plastic afgedicht om windinslag te vermijden en bovenaan de luchtwasser werden puntmetingen uitgevoerd.



Figuur 13: Methoden voor monsterneming van grotere deelopervlakken van luchtwassers

5.4 SONDE

De monsterneming aan de uitgang van de luchtwasser wordt met een temperatuurgecontroleerde sonde op 105°C uitgevoerd (zie voorbeeld in Figuur 9). De aanzuigsonde bevindt zich in de verwarmingsmantel en kan bestaan uit borosilicaatglas of kwartsglas of titaan [...].

In de praktijk is het wegens plaatsgebrek niet altijd mogelijk om een verwarmde sonde met verwarmd filterhuis te gebruiken. In dergelijke situaties kan de ventilatielucht aan de uitgang van de luchtwasser alternatief bemonsterd worden via een verwarmde leiding die rechtstreeks aan een opzetstuk met aanzuigmond aangesloten wordt (zie Figuur 14). Achter deze verwarmde leiding volgt dan een afzonderlijk verwarmd filterhuis.



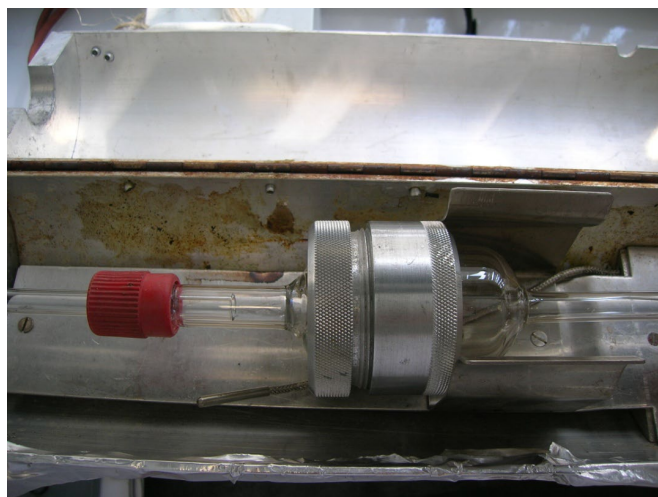
Figuur 14: Opzetstuk met aanzuigmond voor rechtstreekse aankoppeling van een verwarmde leiding zonder aanzuigsonde

Ook bij gebruik van een rooster (5.3.2) bij niet homogene (of homogene) luchtwassers worden de verwarmde leiding en het filterhuis op 105°C rechtstreeks aangekoppeld zonder sonde.

5.5 FILTER VOOR STOFAFSCHIEDING

De filterhouder voorzien van een kwarts vlak- of hulsfilter voor afscheiding van stof en ammoniumaërosolen dient op een temperatuur boven het dauwpunt (metingen ingang luchtwasser) of op een temperatuur van 105°C (metingen uitgang luchtwasser) te worden ingesteld. Bij toename van de temperatuur (> 105°C) van het filterhuis kunnen ammoniumaërosolen van de filter vervluchtigen waardoor de gasvormige fractie NH_3 bijgevolg overschat wordt.

Een voorbeeld van een filterhouder voor vlakfilters bestaande uit borosilicaatglas en titanium is weergegeven op Figuur 15.



Figuur 15: Filterhouder voor vlakfilters

5.6 IMPINGERS OF WASFLESSEN

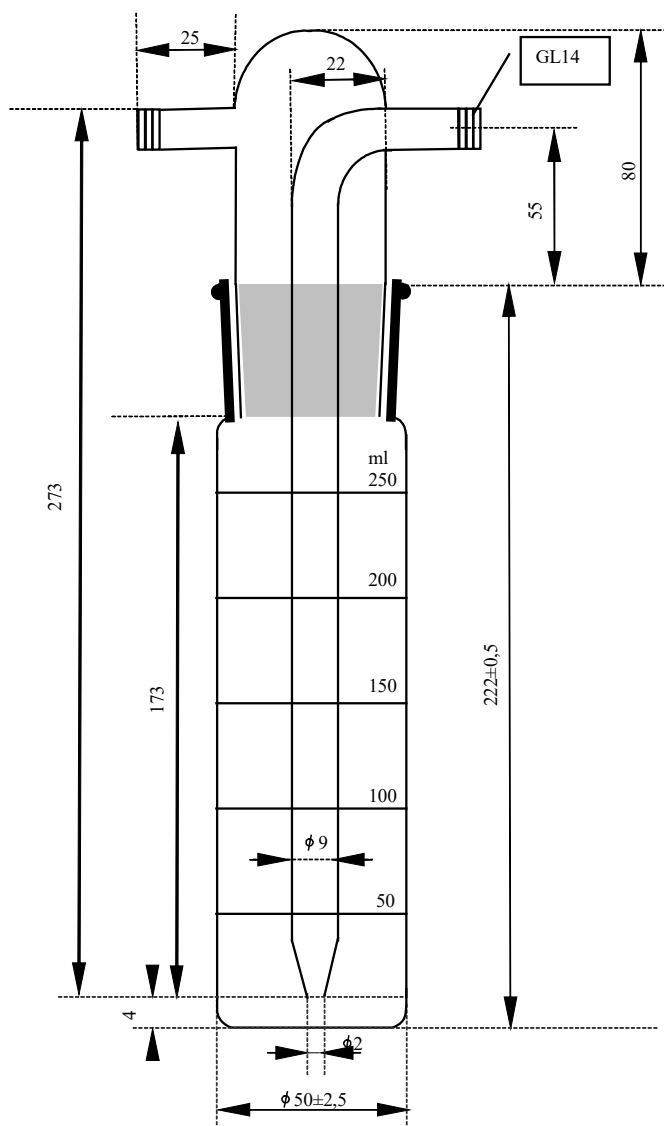
Impingers of wasflessen met frit (frit porositeit D1 of fijner) bestaande uit borosilicaat- of kwartsglas, polytetrafluoretheen (PTFE) of polyethyleen (PE) kunnen gebruikt worden.

De efficiëntie van de impingers of wasflessen moet minstens bij de gekozen monsternemingsuitrusting en monsternemingscondities (aanzuigdebiet, tijd) bepaald worden door afzonderlijke analyse van de absorptie-oplossing uit de laatste impinger/wasfles. Het gasdebiet, vulling met vloeistof, de vorm en diameter van de tip, en afstand tot de bodem zijn kritische parameters. [...] De absorptie-efficiëntie moet ten minste 95% bedragen. Indien het criterium voor de absorptie-efficiëntie in de eerste wasfles niet gehaald kan worden bij zeer lage concentraties, dan dient de concentratie in de tweede wasfles beneden de bepalingslimiet te liggen.

In een door VITO uitgevoerde validatiestudie (Swaans et al, 2007) van gasvormig ammoniak in emissies, werd gebruik gemaakt van 2 impingers uit borosilicaatglas in serie elk met een volume van 250 ml per impinger. Een schets van de impingers is in Figuur 16 opgenomen. Beide impingers werden met ongeveer 100 ml absorptievloeistof gevuld. Bij de hoogst gegenereerde concentratie van $\approx 5000 \text{ mg/Nm}^3$ gasvormig NH_3 of $\approx 6600 \text{ ppm}$ NH_3 werden drie impingers in serie geplaatst en werd de laatste impinger afzonderlijk geanalyseerd om eventuele doorbraak te controleren. In de derde impinger werd maximum 0,08% van de totaal bemonsterde hoeveelheid ammoniak gemeten. Tot een [...] concentratie aan gasvormig NH_3 van 5000 mg/m^3 blijkt gebruik van twee impingers dus voldoende bij het geteste aanzuigdebiet van 5 l/min en een gebruikte hoeveelheid absorptievloeistof in de eerste 2 impingers na spoelen van $\approx 300 \text{ ml}$.

De impingers/wasflessen moeten gekoeld worden tot een temperatuur beneden 20°C .

Koude punten tussen filterhuis en impingers/wasflessen dienen vermeden te worden aangezien hierin ammoniak door condensatie kan achterblijven. Indien niet-verwarmde stukken in de koppeling tussen filterhuis en impingers/wasflessen voorkomen, dan dient deze leiding met absorptievloeistof gespoeld te worden. Deze spoelvloeistof wordt bij de eerste impinger/wasfles gevoegd.



Figuur 16: Schets van de impinger gebruikt bij de validatie van de meetmethode voor gasvormig ammoniak in emissies

5.7 MONSTERNEMINGSLEIDING

Bestaand uit glas, PTFE (polytetrafluoretheen), of polyethyleen. Rubberen leidingen mogen niet gebruikt worden.

5.8 EENHEID MET POMP EN DROGE GASMETER

Bij toepassing van de door het referentielaboratorium tijdens validatie gebruikte impingers wordt de pomp ingesteld op een aanzuigdebiet van circa 5 l/min. Vóór de pomp wordt een toestel geplaatst om water te verwijderen, een condensor of droger bijvoorbeeld. De pomp zelf moet leklicht zijn.

Met een droge gasmeter voor of na de pomp wordt de hoeveelheid aangezogen gas geregistreerd.

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.

Indien de gasmeter na de pomp geplaatst is, dan kan de barometerdruk als absolute druk ter hoogte van de gasmeter gebruikt worden. Indien de gasmeter voor de pomp geschakeld is, dan moet de verschilddruk over de gasmeter eveneens in rekening worden gebracht.

5.9 BAROMETER

De atmosferedruk moet gekend zijn om het aangezogen gasvolume om te rekenen naar normaalomstandigheden. Indien de gasmeter het laatste onderdeel van de bemonsteringsopstelling is, dan kan de druk ten opzichte van de atmosferedruk verwaarloosd worden en de absolute druk in de gasmeter aan de atmosferedruk gelijkgesteld worden. De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de drukmeting ter hoogte van de gasmeter is opgenomen in procedure LUC/0/005.

5.10 STAALNAMERECIPIËNTEN

Na de monsterneming wordt de absorptievloeistof uit de verschillende impingers/wasflessen ter plaatse onder zuivere omstandigheden overgebracht naar polyethyleen of glazen staalname-recipiënten die afgesloten kunnen worden.

5.11 ABSORPTIEVLOEISTOF

Als absorptievloeistof wordt 0,1 N H₂SO₄ (analytische kwaliteit) voorgeschreven. Deze absorptie-oplossing wordt bereid door al roerend langzaam 2,8 ml 96% zwavelzuur geconcentreerd toe te voegen aan een 1 l-maatkolf gevuld met ≈ 900 ml gedeïoniseerd water en vervolgens met water aan te lengen tot 1 liter. Alternatief kunnen eveneens geconcentreerde volumetrische oplossingen in ampoulevorm voor de bereiding van de absorptievloeistof 0,1 N H₂SO₄ door verdunning gebruikt worden.

6 MONSTERNEMINGSPROCEDURE

Kies de gepaste monsternemingsapparatuur voor de metingen aan de uitgang van de luchtwasser aan de hand van de voorafgaande indicatieve homogeniteitsmetingen (zie 4.2.2), de bereikbaarheid en de constructie van de luchtwasser en breng deze aan:

- Tenminste een opzetstuk tegen windinslag bij een homogene luchtwasser
- Apparatuur voor simultane monsterneming op verschillende meetpunten van een groter deelopervlak (5.3.2) of monsterneming van een groter deelopervlak (5.3.3) bij een niet homogene luchtwasser

Maak een opstelling volgens Figuur 6 aan de ingang van de luchtwasser. De monsternemingsleidingen naar het verdeelstuk aan de ingang van de luchtwasser kunnen bijvoorbeeld met behulp van statieven opgehangen worden.

De opstelling aan de uitgang van de luchtwasser wordt bepaald door de voorafgaande homogeniteitsbepaling.

Foto's van de meetopstellingen aan de in- en uitgang dienen in het meetverslag opgenomen te worden.

Bij het opstellen van de monsternemingstrein worden volgende stappen gevolgd:

- Reinig de sonde, aanzuigleiding en filterhouders vóór elke reeks metingen en installeer een filter in het filterhuis.
- Installeer de sonde in de verwarmingsmantel.
- Vul minimum 2 zuivere impingers of wasflessen met frit per trein met het vereiste volume absorptievloeistof (≈ 100 ml 0,1 N H_2SO_4 per wasfles).
- Stel de pompen in op een vast aanzuigdebiet van ≈ 3 -7 l/min (bij gebruik van de impingers gebruikt tijdens validatie door het referentielaboratorium); het aanzuigdebiet kan afhankelijk van de gebruikte impingers of wasflessen variëren.
- Maak de verbindingen tussen alle verschillende onderdelen (sonde, opzetstuk of rooster-filterhuis-leidingen-impingers (of wasflessen met frit)-pomp-gasteller).
- Stel de temperatuur van de sonde (uitgang luchtwasser), filterhuis en (verwarmde) leidingen in en laat alles op temperatuur komen. Controleer de goede werking van de sonde en het filterhuis.
- Controleer de monsternemingstreinen vóór elke monsterneming op lekdichtheid. De monsternemingstrein wordt aan de ingang afgesloten en het lekdebiet mag maximaal 2% van het nominaal aanzuigdebiet bedragen.
- Tenminste 1 keer per dag moet een blanco van de uitrusting genomen worden.
- Breng de meetapparatuur aan in het eerste meetpunt of deelvlak aan de uitgang van de luchtwasser.
- Registreer de begin-gastellerstand, de druk en de temperatuur ter hoogte van de gasmeters.
- Start gelijktijdig de pompen van de monsternemingstreinen aan de in- en uitgang van de luchtwasser. De totale monsternemingsduur bedraagt 30 minuten. Aan de uitgang van de luchtwasser dient de monsternemingsduur evenredig verdeeld te worden over het totaal aantal meetpunten/deelvlakken (bv 5 minuten per meetpunt). Tijdens een wissel naar een ander meetpunt wordt de pomp tijdelijk gestopt. De monsterneming aan de ingang van de luchtwasser blijft hierbij doorlopen. De monsterneming aan de uitgang van de luchtwasser wordt uitgevoerd in minimum 6 punten (homogene luchtwasser) of in een minimum aantal deelvlakken (zie Tabel 1) die samen minstens 10% van het totale oppervlak uitmaken en bij luchtwassers tot 40 m² 4 deelvlakken van minstens 1 m², gelijkmatig verspreid over de

luchtwasser. Het aantal deelvlakken, gelijkmatig verspreid over de volledige oppervlakte kan hierbij verhoogd worden, met inachtneming van een totale oppervlakte van minimaal 4 m².

- Controleer het aanzuigdebiet en noteer regelmatig druk en temperatuur aan de gasmeters; eventueel kan ook een monsternemingseenheid met gasmeter gebruikt worden die de gemiddelde temperatuur over de ganse monsterneming registreert.
- Stop de pompen aan de in- en uitgang van de luchtwasser nadat alle meetpunten aan de uitgang van de luchtwasser bemonsterd zijn.
- Registreer de eind-gasmeterstanden alsook de druk en temperatuur aan de gasmeters.
- Koppel de impingers/wasflessen met aanzuigleiding los van de sonde; indien niet verwarmde leidingen in de koppeling tussen filterhuis en impingers/wasflessen voorkomen, dan dienen deze leidingen met absorptievloeistof gespoeld te worden. Deze spoelvloeistof wordt bij in de eerste impinger/wasfles opgevangen.
- De inhoud van de verschillende impingers/wasflessen wordt ter plaatse overgebracht naar 1 of meerdere staalname-recipienten. Voor een test van de absorptie-efficiëntie moet de inhoud van de eerste impinger/wasfles naar een afzonderlijk monsternemingsreceptiënt overgebracht voor latere analyse in het laboratorium. Het gewicht aan absorptievloeistof wordt tot op 1 g nauwkeurig bepaald door weging van de staalnamepotten voor en na monsterneming. Alternatief kan de hoeveelheid absorptie-vloeistof eveneens volumetrisch (tot op 1 ml nauwkeurig) bepaald worden met een gekalibreerde maatcilinder.

7 ANALYSE

Volgende methoden voor analyse van ammonium of ammonium-stikstof in de absorptie-oplossing kunnen toegepast worden:

- Fotometrische bepaling van ammonium volgens WAC/III/E/020/ISO 7150
- Bepaling van ammonium met ionchromatografie (EPA CTM-027, ISO 14911)
- Bepaling van ammonium-stikstof met doorstroomanalyse (CFA en FIA) en spectrofotometrische detectie (WAC/III/E/021, ISO 11732)
- Bepaling van ammonium met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie (WAC/III/C/002, ISO/DIS 15923-1)

De kalibratiestandaarden bij de analyse moeten steeds worden aangemaakt in eenzelfde medium als waarin de stalen gemeten worden, indien het medium invloed heeft. In ieder geval dient bij iedere analysereeks steeds een controlestandaard in het medium van de stalen meegenomen te worden.

Bij toepassing van een discreet analysesysteem, dient per meetplaats minstens éénmalig en bij elke belangrijke proceswijziging aangetoond te worden dat er geen matrixinterferentie is door:

- Analyse van het staal met minimum 1 dopering waarvan de bias t.o.v. de theoretische waarde max. 10% mag bedragen.
- Het uitvoeren van minstens 2 verdunningen van hetzelfde monster waarvan de verdunningsfactor minstens een factor 2 verschilt resulterend in 2 meetresultaten binnen het meetgebied die max. 10% van elkaar verschillen.

Het toepassingsbereik van de rendementsbepaling wordt bepaald door de bepalingsgrens van de analysemethode. In de meeste praktijksituaties zal een bepalingsgrens van maximum 0,5 mg NH₃/l toereikend zijn. Deze analytische bepalingsgrens komt met een volume absorptievloeistof na

spoelen van 220 ml en een aangezogen volume van 0,150 Nm³dr overeen met ≈ 1 ppm NH₃ in de gasstroom. Indien aan de uitgang van de luchtwasser een concentratie gemeten wordt die beneden deze bepalingsgrens ligt, dan kan pas een rendement van minimum 70% aangetoond worden vanaf een ingaande concentratie die gelijk is aan 3,2 ppm of meer. In de praktijk zal de [...] concentratie aan gasvormig NH₃ aan de ingang van de luchtwasser meestal veel hoger liggen. Voor een rendementsbepaling bij een luchtwasser met een lagere ingangconcentratie, dient de bepalingsgrens van de analysemethode verlaagd te worden.

8 BEREKENINGEN

8.1 AANGEZOGEN GASVOLUME ONDER NORMAALOMSTANDIGHEDEN

$$V_{T,p} = V_1 - V_0 \quad V_n = V_{T,p} \cdot \frac{273,15}{T} \cdot \frac{p}{1013,25}$$

met

- V_1 : de stand van de gasmeter na de monsterneming in m³
- V_0 : de stand van de gasmeter voor de monsterneming in m³
- V_n : volume onder normaalcondities ($p_n = 1013,25$ hPa, $T_n = 273,15$ K) in m³, droog
- $V_{T,p}$: volume onder actuele condities van temperatuur en druk in m³, droog
- T : is de actuele temperatuur aan de gasmeter in K
- p : is de totale druk aan de gasmeter in hPa (dit is de atmosferedruk+de verschildruk over de gasmeter); indien de gasmeter na de pomp staat, dan is de druk in de gasmeter gelijk aan de atmosferedruk.

8.2 GASVORMIG NH₃

De concentraties aan gasvormig ammoniak gemeten aan de in- en de uitgang van de luchtwasser, worden met onderstaande formules berekend.

Bij analyse van ammonium in de absorptie-vloeistof:

$$C_{NH_3}(\text{gas}) = \frac{C(NH_4^+) \times a \times \frac{17}{18}}{V_n}$$

Bij analyse van stikstof in de absorptie-vloeistof:

$$C_{NH_3}(\text{gas}) = \frac{C(N) \times a \times \frac{17}{14}}{V_n}$$

$$a = \frac{m_1 - m_0}{\rho_w}$$

met:

$C_{\text{NH}_3(\text{gas})}$:	de concentratie aan gasvormig ammoniak in de gasstroom bij normaaldruk en -temperatuur (resp. 1013,25 hPa en 273,15 K), in mg per m ³ (droog)
$C_{(\text{NH}_4^+)}$:	de gemeten NH ₄ ⁺ -concentratie in de absorptieoplossing uit de impingers of wasflessen met frit in mg/ml
$C_{(\text{N})}$:	de gemeten N-concentratie in de absorptieoplossing uit de impingers of wasflessen met frit in mg/ml
a :	het totale volume van de absorptievloeistof in ml
m_1 :	het gewicht van het monsternamereciënt met absorptievloeistof, in g
m_0 :	het leeg gewicht van het monsternamereciënt, in g
ρ_w :	de dichtheid van water in kg/l
V_n :	het aangezogen gasvolume, in Nm ³ (droog)

8.3 RENDEMENT VAN DE LUCHTWASSER

Het verwijderingsrendement van ammoniak door de luchtwasser η wordt met volgende formule berekend en moet minimaal 70% bedragen:

$$\eta = \frac{C_{\text{NH}_3 \text{ ingang}} - C_{\text{NH}_3 \text{ uitgang}}}{C_{\text{NH}_3 \text{ ingang}}} \times 100\%$$

Waarbij

C_{NH_3} (ingang):	de concentratie gasvormig NH ₃ (mg/Nm ³ droog) gemeten aan de ingang van de luchtwasser (temperatuur filter en aanzuigleidingen boven het dauwpunt van de ventilatielucht)
C_{NH_3} (uitgang):	de concentratie gasvormig NH ₃ (mg/Nm ³ droog) gemeten aan de uitgang van de luchtwasser (temperatuur sonde met out-stack filter en verwarmde leidingen op 105°C)

Voor een rendementsbepaling moeten drie metingen van de ammoniakconcentratie in de ventilatielucht aan de in- en uitgang van de luchtwasser tijdens de piekbelasting van het luchtwassysteem uitgevoerd worden. Het gemiddelde van deze drie metingen bepaalt het verwijderingsrendement van het luchtwassysteem. Conform bijlage II van MB mag het gemeten verwijderingsrendement maximaal 5% lager liggen dan het vereiste rendement van 70%.

9 AANDACHTSPUNTEN

- De homogeniteit van de ammoniakconcentratie aan de uitgang van de luchtwasser dient voorafgaand aan de eigenlijke metingen steeds indicatief bepaald te worden met gasdetectiebuisjes. Alternatief kan hiervoor eveneens een online monitor of NH_3 sensor gebruikt worden. De herhaalbaarheid dient gecontroleerd te worden en mag maximaal 10% bedragen. Een schema of foto van het waspakket met aanduiding van de genummerde meetpunten van deze homogeniteitscontrole alsook een tabel met de meetresultaten dienen in het meetverslag opgenomen te worden.
- De monsternemingsmethode wordt gekozen in functie van de homogeniteit en de bereikbaarheid van de luchtwasser. Bij niet homogene luchtwassers dient minimaal 10% van het volledig oppervlak bemonsterd te worden.
- Windinslag van buitenaf moet tijdens de metingen zoveel mogelijk vermeden worden.
- Aangezien de ventilatielucht aan de uitgang van de luchtwasser kleine waterdruppels kan bevatten, moet met verwarmde sondes/leidingen gewerkt worden. De temperatuur wordt ingesteld op 105°C. Bij deze temperatuur treedt geen condensatie op en is de verdamping van ammoniumzouten van de filter minimaal.
- De ventilatielucht voor en na de luchtwasser moet steeds gefilterd worden om ammoniumaërosolen en stof af te scheiden.
- Een beschrijving van de gevolgde meetmethodiek, een schematische voorstelling van de (genummerde) meetpunten of meetvlakken en een verduidelijking aan de hand van foto's dienen in het rapport opgenomen worden.
- De voorwaarden voor uitvoering van de lektest staan beschreven in de compendiumprocedure LUC/0/005 "Essentiële kwaliteitsvereisten bij emissiemetingen".
- Bij iedere rendementsbepaling moet één veldblanco van de aan de uitgang gebruikte apparatuur genomen, geanalyseerd en gerapporteerd worden. Bedoeling van de veldblanco is om de zuiverheid van de gebruikte apparatuur en absorptievloeistof te testen. Bij rendementsbepalingen bij verschillende luchtwassers op eenzelfde locatie volstaat het nemen van 1 veldblanco indien de metingen worden uitgevoerd met materiaal dat op eenzelfde moment en volgens eenzelfde procedure werd voorbereid.
- De veldblanco kan op 2 manieren genomen worden. In beide gevallen wordt de volledige opstelling voor de monsterneming aan de uitgang van de gaswasser gemonteerd:
 - Methode 1: ofwel wordt 2 minuten omgevingslucht- iets verder weg van de luchtwasser en niet in de wind -doorheen de opstelling gezogen. Daarna wordt de inhoud van de impingers/wasflessen naar staalnamereciënten overgebracht (=veldblanco-staal) en wordt de opstelling opnieuw klaargemaakt voor de eigenlijke bemonstering aan de uitgang.
 - Methode 2: er wordt een lektest op de opstelling uitgevoerd dwz dat de volledige opstelling wordt afgedicht en dat de gasmeter gestart wordt. Na uitvoering van de lektest op de veldblanco-opstelling, wordt de inhoud van de impingers/wasflessen naar staalnamereciënten overgebracht (=veldblanco-staal) en wordt de opstelling opnieuw klaargemaakt voor de eigenlijke bemonstering aan de uitgang.

Volgende criteria gelden voor de veldblanco:

- concentratie aan gasvormig NH_3 aan de uitgang < 10 ppm: de veldblanco mag maximum 1 ppm bedragen

- concentratie aan gasvormig NH_3 aan de uitgang ≥ 10 ppm: de veldblanco mag maximum 10 % bedragen
- Afwijkingen van deze compendiumprocedure en de redenen daarvoor moeten onderbouwd worden en in het meetrapport opgenomen worden.

10 VALIDATIE

10.1 VALIDATIE VAN DE NATCHEMISCHE MONSTERNEMING

De natchemische monsterneming van gasvormig ammoniak in zwavelzuur werd in 2007 door het referentielaboratorium gevalideerd bij concentraties van $\approx 0,5$, 10, 50 en 5000 mg NH_3/Nm^3 . Hierbij werd gebruik gemaakt van twee impingers gevuld met ≈ 100 ml 0,1 N H_2SO_4 , een aanzuigdebiet van 5 l/min en een monsternemingsduur van 30 minuten. De invloed van koeling van de impingers, concentratie van de absorptie-oplossing (0,01 N in plaats van 0,1 N H_2SO_4) en variatie van het aanzuigdebiet tussen 3 en 7 l/min werd onderzocht. Er werden geen significante invloeden op een 95% betrouwbaarheidsniveau van koeling, aanzuigdebiet en concentratie van de absorptie-oplossing in het geteste gebied vastgesteld. Alle monsternemingen leverden een goede terugvinding ten opzichte van de aangemaakte NH_3 -concentratie ($> 93\%$) en spreiding ($< 5,6\%$) op.

In een tweede deel van de validatiestudie werd de vervluchtiging van ammoniumzouten op de filter onderzocht. Kwartsvezel vlakfilters werden met verschillende ammoniumzouten NH_4Cl , NH_4NO_3 en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ beladen en in een monsternemingssonde gemonteerd. Temperaturen in de sonde en het filterhuis werden voor de filtertesten op 105 tot 160°C ingesteld en er werd telkens gedurende 30 minuten omgevingslucht aan een debiet van 5 l/min over de filters gezogen zoals bij NH_3 -praktijkmetingen. Tijdens de filtertesten werd een natchemische monsternemingstrein voor gasvormig ammoniak na de filter geplaatst om vluchtige ammoniumverbindingen te meten. Bij drie temperaturen (105, 130 en 160°C) werden de testen eveneens herhaald en werd na de filter met een NEO LaserGas NH_3 -monitor gemeten. Deze monitor meet enkel gasvormig ammoniak in tegenstelling tot de natchemische monsternemingsmethode waarbij zowel gasvormig ammoniak als vluchtige ammoniumverbindingen als ammoniumionen in de absorptievloeistof geabsorbeerd worden.

Uit de filtertesten bleek dat bij NH_4Cl en NH_4NO_3 vanaf 105°C reeds vervluchtiging van de zouten van de filter optreedt. Bij 105°C blijven deze verliezen beperkt, bij 160°C is reeds meer dan 60% van de zoutmassa van de filter verdwenen. Bij NH_4Cl en NH_4NO_3 wordt met de monitor geen gasvormig NH_3 na de filters gemeten. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ontbindt bij hogere temperaturen (160°C) met vrijstelling van gasvormig NH_3 . Bij 105°C wordt praktisch geen verlies van dit laatste zout vastgesteld. Uit deze testen werd de filtratietemperatuur van 105°C voor de monsterneming van gasvormig NH_3 afgeleid.

10.2 HOMOGENITEIT LUCHTWASSERS

Bij de meeste bestaande luchtwassystemen gebeurt de emissie van de gezuiverde stallucht niet via een geleidend kanaal maar via een emitterend oppervlak. Omwille van mogelijke concentratieverschillen over het volledig oppervlak en dus niet-homogeniteit dient er volgens LUC/0/001 in principe een arbeidsintensieve rastermeting in plaats van een éénpuntsmeting uitgevoerd te worden.

Ammoniakmetingen met een NEO lasergas NH_3 -monitor bij verschillende types van luchtwassers werden door VITO uitgevoerd om:

- de homogeniteit van verschillende types van luchtwassers in kaart te brengen; hierbij werd getracht om luchtwassers te selecteren waar een mogelijke niet-homogeniteit te verwachten was;
- na te gaan op hoeveel meetpunten/deeloppervlakken minimaal moet bemonsterd worden zodat een staal bekomen wordt dat representatief is voor het totaal emitterend oppervlak;
- na te gaan of de gemeten concentratie aan gasvormig NH_3 beïnvloed wordt indien een groter oppervlakte wordt afgedekt (bijvoorbeeld bij gebruik van een box met plastic); door gebruik te maken van een dergelijk systeem kunnen verdunningseffecten door windeffecten vermeden of geminimaliseerd worden.

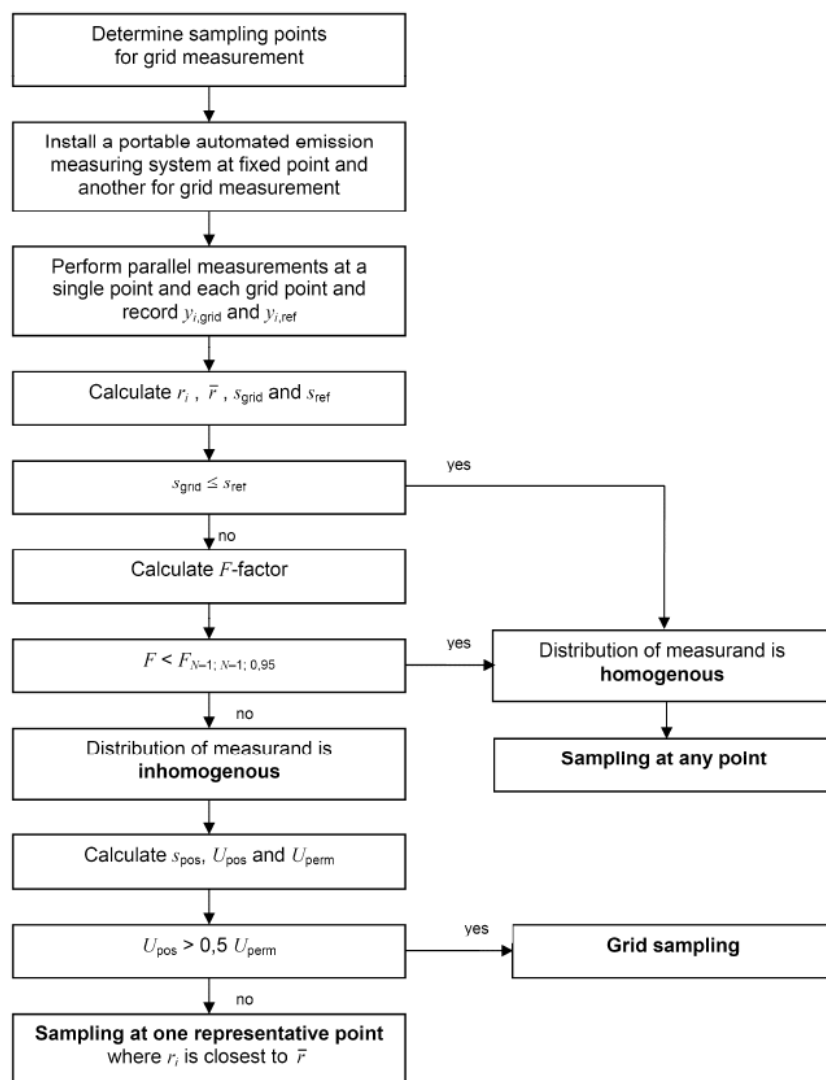
Op in totaal 5 luchtwassers bij varkensstallen, 4 biologische en 1 chemische, werden in 2011 homogeniteitsmetingen door het referentielaboratorium uitgevoerd.

Voor de uitvoering van de rastermetingen werd gebruik gemaakt van een PVC-buis met een diameter van ≈ 15 cm om deeloppervlakken verspreid over het totale oppervlak van de luchtwasser als geleide emissie te bemonsteren (zie Figuur 17).



Figuur 17: Homogeniteitsmetingen met een Lasergas-monitor op een biologische luchtwasser

Om aan te tonen of een luchtwasser al dan niet homogeen is, wordt een homogeniteitstest conform de norm EN 15259:2007 (Luchtkwaliteit- Meting van emissies van stationaire bronnen – Eisen voor meetvlakken en meetlocaties en voor doelstelling, meetplan en rapportage van de meting) uitgevoerd. De meetstrategie ter bepaling van de (niet-)homogeniteit van een meetoppervlak volgens deze norm en de statistische evaluatie wordt schematisch weergegeven op Figuur 18. De meetstrategie bestaat uit het uitvoeren van rastermetingen enerzijds en metingen in een vast referentiepunt anderzijds en het vergelijken van de spreiding (standaardafwijking) op de gemiddeld gemeten concentraties van de rastermetingen (" s_{grid} ") en in het referentiepunt (" s_{ref} "). De standaardafwijking op de gemiddeld gemeten concentratie aan gasvormig NH_3 in het referentiepunt is een maat voor de variatie van de concentratie in de tijd. Indien de variantie door plaats (s^2_{grid}) volgens een F-test significant groter is dan de variantie in het referentiepunt (s^2_{ref}), dan is de sectie niet homogeen.



Figuur 18: Schematische weergave van de homogeniteitstest conform EN 15259

Tabel 2 geeft een overzicht van de resultaten bij de verschillende luchtwassers. De ligging van de meetpunten en de gemeten concentraties aan gasvormig NH₃ over het wasoppervlak worden per luchtwasser weergegeven op Figuur 19 tot en met Figuur 23.

Tabel 2: Overzicht van de resultaten van de homogeniteitstest

Type luchtwasser	Lokatie	Afmetingen (≈)	Aantal raster meetpunten	Homogeen volgens test ?
Biologisch	Tielt	B: 4,5 m H: 2 m S: 9 m ²	8	Neen
Chemisch	Rijkevorsel	B: 6 m H: 2,5 m S: 15 m ²	12	Ja
Biologisch	Hoogstraten	B: 20 m H: 3 m S: 60 m ²	20	Ja
Biologisch	Pittem	B: 4,5 m H: 2 m S: 9 m ²	6	Neen*
Biologisch	Tessenderlo	2 gedeelten <u>Deel links:</u> B: 5 m H: 2,5 m <u>Deel rechts:</u> B: 3 m H: 2,5 m S totaal: 20 m ²	9	Neen (sterk niet homogeen)

B: breedte; H: hoogte; S: oppervlakte

* voor de homogeniteitsmetingen was geen hoogtewerker beschikbaar. Hierdoor was het enkel mogelijk om een verwarmde teflonleiding aan een verlengstuk te bevestigen en de opening van de leiding voor de luchtwasser te houden. Deze metingen zijn indicatief aangezien de meetpunten niet voldoende konden afgeschermd worden tegen windinslag en de (harde) wind pal op de wasser stond.

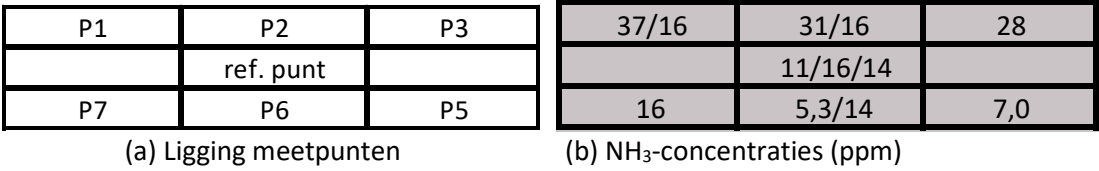
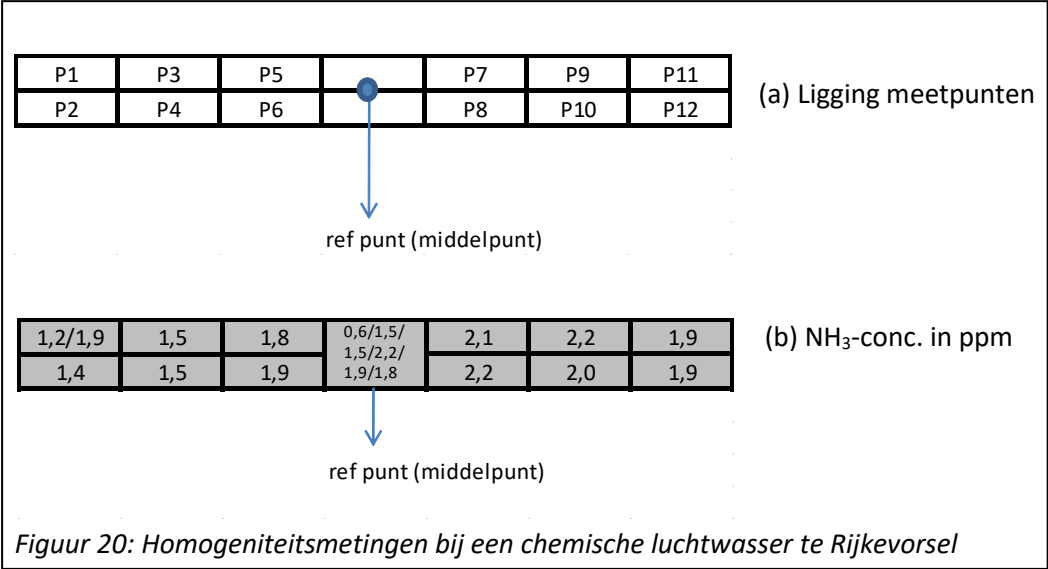
P1	P4	P7
P2	ref. punt	P8
P3	P6	P9

(a) Ligging meetpunten

1,1/1,7	3,5	2,5
1,3	1,3/1,9	2,3
2	1,2	2,3

(b) NH₃-concentraties (ppm)

Figuur 19: Homogeniteitsmetingen bij een biologische luchtwasser te Tielt



Figuur 21: Homogeniteitsmetingen bij een biologische luchtwasser te Pittem



Figuur 22: Homogeniteitsmetingen bij een biologische luchtwasser te Hoogstraten

P5	P3	P1			P6	P8
			ref. punt			
	P4	P2			P7	P9

(a) Ligging van de meetpunten

13,9	12,5	4,9			3,1	2,7
			4,1±0,8			
	10,3	7,3			2,3	1,4

(b) gemeten NH₃-concentraties in ppm

Figuur 23: Homogeniteitsmetingen bij een biologische luchtwasser te Tessenderlo

10.3 VERGELIJKING VAN VERSCHILLENDE MONSTERNEMINGSSYSTEMEN

Bij de biologische luchtwasser in Hoogstraten werd eveneens een vergelijking gemaakt tussen de concentratie aan gasvormig NH₃ gemeten met een box (zie Figuur 24) en de concentraties aan gasvormig op enkele kleinere deelopervlakken. De resultaten zijn weergegeven in Tabel 3. De met de box gemeten concentratie aan gasvormig NH₃ over een groter oppervlak is vergelijkbaar met de metingen op de kleinere deelopervlakken.

Figuur 24: NH₃ meting met box

Op een andere luchtwasser werd een vergelijking gemaakt tussen een meting met een pyramidevormige hoed en 6 monsternemingen op hetzelfde grondoppervlak met Dräger gasdetectiebuisjes. Deze resultaten zijn eveneens opgenomen in Tabel 3. Er werden geen significante verschillen gedetecteerd.

Tabel 3: Vergelijking van monsternemingsmethoden voor kleinere en grotere deeloppervlakken

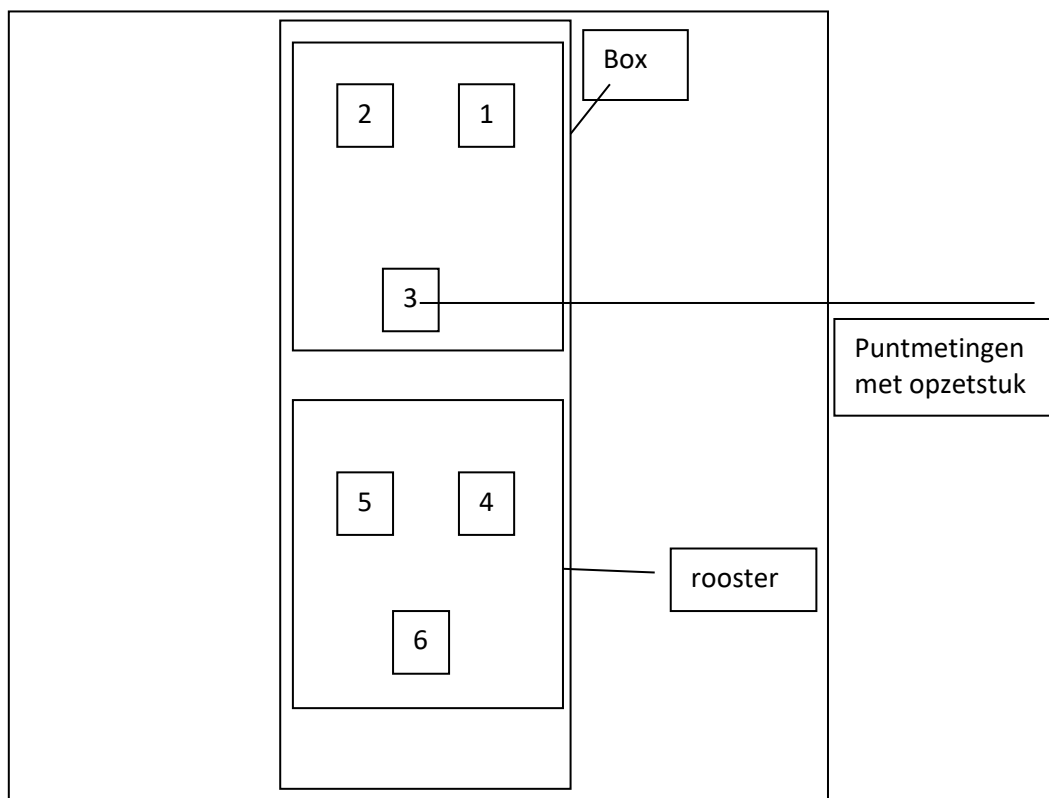
Meetplaats	Monsterneming en analyse	Tijdstip monsterneming	NH ₃ -concentratie (ppm)
Biologische luchtwasser 1			
1	Met opzetstuk met $\phi = 15$ cm Lasermonitor	12h14-12h20	11,5
2	Met opzetstuk met $\phi = 15$ cm (zie Figuur 5) Lasermonitor	12h21-12h27	12,5
Groter deeloppervlak (punten 1 en 2 maken deel uit van het totale oppervlak van $\approx 2,25$ m ²)	Box (zie Figuur 24) Lasermonitor	12h31-12h38	12,5-13
Biologische Luchtwasser 2			
1	Puntmetingen met Dräger gasdetectiebuisjes (type 0,25/a van 0,25-3 ppm)		2,0
2			1,9
3			2,1
4			1,8
5			1,8
Groter deeloppervlak over punten 1 tem 5	Pyramide +Dräger gasdetectiebuisje		1,8

Een vergelijking tussen verschillende monsternemingssystemen werd eveneens uitgevoerd op een biologische luchtwasser in Ravels. Hierbij werden volgende systemen voor bemonstering van kleine en grotere deeloppervlakken vergeleken:

- Een box met een oppervlakte van 1,8 m²
- Een rooster dat simultane monsterneming op verschillende punten over een totaal oppervlak van ≈ 1 m² mogelijk maakt
- 6 metingen met opzetstuk (diameter ≈ 15 cm) verspreid over het oppervlak dat met box bemonsterd wordt

In Figuur 25 is een schema met de bemonsterde punten en oppervlakken weergegeven. Dit bemonsteringsschema werd op 2 verschillende delen van de luchtwasser toegepast. Tijdens de metingen werd regelmatig naar een referentiepunt teruggekeerd om de fluctuaties van de concentratie aan gasvormig NH₃ in functie van de tijd op te volgen.

De concentraties aan gasvormig NH_3 werden gemeten met een NEO Lasergas monitor. De resultaten zijn opgenomen in Tabel 4. Er werden geen significante verschillen tussen de verschillende monsternemingssystemen vastgesteld.



Figuur 25: Vergelijkende metingen met verschillende monsternemingssystemen op een biologische luchtwasser te Ravels

Tabel 4: Vergelijking van monsternemingsmethoden voor kleinere en grotere deelopervlakken op een luchtwasser in Ravels

Monsternemings-systeem	Gem. conc ppm NH ₃ LaserGas monitor	Standaardafwijking ppm NH ₃	%rsd
Metingen deel 1 luchtwasser			
BOX (meting begin)	9,8		
BOX (meting einde)	10,5		
Gemiddelde BOX	10,2	0,5	4,9
PUNT1	12,6		
PUNT2	10,2		
PUNT3	11,9		
PUNT4	12,0		
PUNT5	9,7		
PUNT6	9,5		
Gem. punten 1 t.e.m 6	11,0	1,3	12,2
ROOSTER-onder	10,8		
ROOSTER-boven	11,8		
Gemiddelde ROOSTER	11,3	0,7	6,3
Gemiddelde conc. in het referentiepunt	12,7	0,5	4,0
Metingen deel 2 luchtwasser			
BOX (meting begin)	11,1		
BOX (meting einde)	11,5		
Gemiddelde BOX	11,3	0,3	2,5
PUNT1	11,3		
PUNT2	12,6		
PUNT3	12,0		
PUNT4	13,0		
PUNT5	12,1		
PUNT6	9,6		
Gem. punten 1 t.e.m 6	11,8	1,2	10,3
ROOSTER-onder	11,8		
ROOSTER-boven	12,5		
Gemiddelde ROOSTER	12,2	0,5	4,1
Gemiddelde conc. in het referentiepunt	13,0	0,5	3,6

% rsd: relatieve standaardafwijking (= standaardafwijking/gemiddelde *100%)

10.4 HERHAALBAARHEID VAN INDICATIEVE METINGEN MET GASDETECTIEBUISJES

Onder 4.2.2 wordt voorgeschreven dat de homogeniteit van een luchtwasser voorafgaand van de meting moet gecontroleerd worden met gasdetectiebuisjes. Indien de spreiding op de gemeten concentratie op 6 verschillende punten binnen 30% blijft, dan volstaat het om in 6 punten metingen uit te voeren. Om na te gaan of gasdetectiebuisjes voor dit doeleinde gebruikt kunnen worden, werd de herhaalbaarheid door het referentielaboratorium geverifieerd. Met herhaalbaarheid wordt bedoeld de precisie verkregen bij uitvoering van alle betreffende metingen door dezelfde analist, met dezelfde meetapparatuur, op zo dicht mogelijk bij elkaar gelegen tijdstippen. De gebruikelijke maat is de herhaalbaarheidsstandaardafwijking of de relatieve standaardafwijking in %.

Aan de in- en uitgang van een luchtwasser werden door het referentielaboratorium onverdunde stalen in gaszakken bemonsterd. In het laboratorium werden vanuit die gaszakken herhaaldelijk monsternemingen met gasdetectiebuisjes uitgevoerd om de herhaalbaarheid te bepalen. De resultaten zijn samengevat in Tabel 5.

Tabel 5: Herhaalbaarheid van metingen met gasdetectiebuisjes

ZAK 1 Uitgang wasser		ZAK 2 Uitgang wasser	
Gasdetectiebuisje (type Dräger 0,25/a)	NH ₃ -concentratie (ppm)	Gasdetectiebuisje (type Dräger 0,25/a)	NH ₃ -concentratie (ppm)
1	1,9	1	1,9
2	2,0	2	2,0
3	1,9	3	1,8
4	1,9	4	1,8
5	1,8	5	1,9
Gemiddelde	1,9	Gemiddelde	1,9
stdev	0,1	stdev	0,1
% rsd	3,7	% rsd	4,5
ZAK 1 Ingang wasser		ZAK 2 Ingang wasser	
Gasdetectiebuisje (type Dräger 5/b)	NH ₃ -concentratie (ppm)	Gasdetectiebuisje (type Dräger 5/b)	NH ₃ -concentratie (ppm)
1	24	1	26
2	25	2	25
3	24	3	26
4	25	4	26
5	24	5	26
Gemiddelde	24,4	Gemiddelde	25,8
stdev	0,5	stdev	0,4
% rsd	2,2	% rsd	1,7

Stdev: standaardafwijking; rsd: relatieve standaardafwijking als maat voor de herhaalbaarheid

11 MEETONZEKERHEID

11.1 MEETONZEKERHEID VAN DE NATCHEMISCHE BEPALING VAN DE CONCENTRATIE GASVORMIG NH₃ IN EMISSIES

In 2007 werd validatie van de natchemische bepaling van NH₃ in emissies onder laboratorium-condities door het referentielaboratorium uitgevoerd (Swaans et al, 2007). In deze studie werd een gasstroom met verschillende concentraties aan gasvormig NH₃ van $\approx 0,5$ tot 5000 mg/Nm³dr (0,7 tot ongeveer 6600 ppm NH₃) gegenereerd en bemonsterd met de natchemische monsternemingsmethode voor gasvormig NH₃ volgens procedure LUC/III/003. In het concentratiegebied van 0,5 tot 50 mg NH₃/Nm³dr of 0,7 tot 66 ppm NH₃, kon uit deze validatietesten een uitgebreide meetonzekerheid volgens de "top-down methode" conform procedure WAC/VI/A/002 berekend worden van maximum 11%. Deze meetonzekerheid omvat de afwijking ten opzichte van de werkelijk aangemaakte NH₃-concentratie (bias) en de spreiding op de herhaalmetingen die op ieder concentratieniveau werden uitgevoerd (standaardafwijking s).

11.2 MEETONZEKERHEID OP DE CONCENTRATIE GASVORMIG NH₃ AAN DE UITGANG VAN DE LUCHTWASSER

Tijdens de homogeniteitsmetingen op de verschillende luchtwassers, werden concentratiemetingen van gasvormig NH₃ op 6 tot 20 meetpunten door het referentielaboratorium uitgevoerd. Voor de luchtwassers met meer dan 6 meetpunten, werden gemiddelde NH₃-concentraties berekend voor alle combinaties van 6 meetpunten die gelijkmatig verdeeld zijn over het oppervlak.

De meetonzekerheid die geïntroduceerd wordt door het meten op een beperkter aantal meetpunten (6) in plaats van op alle meetpunten, werd vervolgens berekend als de som van:

- De maximale afwijking van het gemiddelde van de 6 punten ten opzichte van het gemiddelde van alle meetpunten (=bias);
- De spreiding op de gemiddelde concentraties van de verschillende combinaties van zes meetpunten gelijkmatig verdeeld over het oppervlak

Een overzicht van de meetonzekerheid voor de verschillende luchtwassers is opgenomen in Tabel 6.

Tabel 6: Meetonzekerheid ten gevolge van een monsterneming op een beperkt aantal meetpunten

Luchtwasser	Aantal raster-meetpunten	Homogeen op basis van EN 15259	rsd op alle punten	Meetonzekerheid: max % bias + 2 x %rsd (op gem. van 6 punten)
Rijkevorsel	12 (+ herhaling in 1 meetpunt)	Ja	19%	13%
Hoogstraten	20	Ja	13%	12%
Tielt	8 (+ herhaling in 1 meetpunt)	Neen	41%	13%
Tessenderlo	9	Neen	73%	86%
Pittem	6	Neen	63%	-*

* er werden slechts 6 punten bemonsterd

Uit Tabel 6 blijkt dat de meetonzekerheid ten gevolge van de monsterneming in een beperkter aantal meetpunten (6) bij de homogene luchtwassers beperkt blijft tot 13%. Bij de niet homogene luchtwassers zal het meten in een dergelijk beperkt aantal meetpunten voor een veel grotere meetonzekerheidsbijdrage zorgen. In het concrete voorbeeld van Tessenderlo wordt een onzekerheidsbijdrage van 86% vastgesteld.

De totale uitgebreide meetonzekerheid (95% betrouwbaarheidsniveau) op de concentratie gasvormig NH₃ in de ventilatielucht aan de uitgang van een luchtwasser kan voor een homogene luchtwasser berekend worden uit de combinatie van:

- de uitgebreide meetonzekerheid op de natchemische bepaling van de [...] concentratie gasvormig NH₃-in emissies (het referentielaboratorium: maximum 11% van 0,5 tot 50 mg NH₃/Nm³dr);
- de uitgebreide meetonzekerheid ten gevolge van de monsterneming in een beperkter aantal (6) meetpunten (maximum 13%).

Combinatie van deze onzekerheden gebeurt volgens de foutenpropagatieregels uit de Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (GUM) en resulteert in een uitgebreide meetonzekerheid van 17%.

11.3 MEETONZEKERHEID OP DE RENDEMENTSBEPAALING

Het verwijderingsrendement van ammoniak door de luchtwasser η wordt met volgende formule berekend:

$$\eta = \frac{C_{\text{NH}_3} \text{ ingang} - C_{\text{NH}_3} \text{ uitgang}}{C_{\text{NH}_3} \text{ ingang}} \times 100\%$$

Deze formule kan in een vereenvoudigde vorm geschreven worden als:

$$\eta = \left(1 - \frac{C_{\text{NH}_3} \text{ uitgang}}{C_{\text{NH}_3} \text{ ingang}}\right) \times 100\%$$

De meetonzekerheid op het NH₃-verwijderingsrendement kan berekend worden via propagatie van de onzekerheden op de concentraties aan gasvormig NH₃ die aan de in- en uitgang van de luchtwasser gemeten worden:

$$u(\eta) = 100 \times \frac{C_{\text{NH}_3} \text{ uitgang}}{C_{\text{NH}_3} \text{ ingang}} \sqrt{\left(\frac{u(C_{\text{NH}_3} \text{ uitgang})}{C_{\text{NH}_3} \text{ uitgang}}\right)^2 + \left(\frac{u(C_{\text{NH}_3} \text{ ingang})}{C_{\text{NH}_3} \text{ ingang}}\right)^2}$$

Met:

- η : het verwijderingsrendement van ammoniak door de luchtwasser
- C_{NH_3} (ingang): de concentratie gasvormig NH₃ (mg/Nm³ droog) gemeten aan de ingang van de luchtwasser
- C_{NH_3} (uitgang): de concentratie gasvormig NH₃ (mg/Nm³ droog) gemeten aan de uitgang van de luchtwasser
- $u(x)$: standaardonzekerheid op x

Als onzekerheid op de concentratie gasvormig NH_3 aan de ingang van de luchtwasser wordt de onzekerheid op de natchemische bepaling gebruikt (het referentielaboratorium: maximum 11% op een 95% betrouwbaarheidsniveau in het concentratiebereik van 0,5 tot 50 mg NH_3/Nm^3). De uitgebreide meetonzekerheid op de concentratie gasvormig ammoniak aan de uitgang van een homogene luchtwasser werd bepaald onder 11.2 en bedraagt 17% op een 95% betrouwbaarheidsniveau.

In Tabel 7 wordt de uitgebreide meetonzekerheid op een individuele rendementsmeting voor een aantal situaties berekend.

Tabel 7: Meetonzekerheid op het NH_3 verwijderingsrendement van een luchtwasser

	x	Standaard-onzekerheid $u(x)$	Relatieve standaard-onzekerheid $u(x)/x$
C_{NH_3} ingang	30 ppm	1,6 ppm	0,05
C_{NH_3} uitgang	2 ppm	0,17 ppm	0,08
Rendement η	93,0%	0,7%	0,007
Uitgebreide meetonzekerheid (95% betrouwbaarheidsniveau)	93,0%	1,3%	0,014 = 1,4%
	x	Standaard-onzekerheid $u(x)$	Relatieve standaard-onzekerheid $u(x)/x$
C_{NH_3} ingang	23 ppm	1,22 ppm	0,05
C_{NH_3} uitgang	7 ppm	0,59 ppm	0,08
Rendement η	69,6%	3,0%	0,043
Uitgebreide meetonzekerheid (95% betrouwbaarheidsniveau)	69,6%	6,0%	0,087 = 8,7%
	x	Standaard-onzekerheid $u(x)$	Relatieve standaard-onzekerheid $u(x)/x$
C_{NH_3} ingang	30,0 ppm	1,6 ppm	0,05
C_{NH_3} uitgang	19,1 ppm	1,6 ppm	0,08
Rendement η	36,4%	6,3%	0,17
Uitgebreide meetonzekerheid (95% betrouwbaarheidsniveau)	36,4%	12,6%	0,35 = 35%

Ieder laboratorium dient te beschikken over een onzekerheidsberekening waarbij de eigen onzekerheid op de natchemische bepaling van gasvormig NH_3 in bovenstaande meetonzekerheidsberekening wordt ingevoerd. Voor de berekening van de meetonzekerheid op de concentratie aan gasvormig NH_3 aan de uitgang mag de meetonzekerheid ten gevolge van de monsterneming in een beperkter aantal (6) meetpunten (13%) uit deze compendiumprocedure overgenomen worden. De meetonzekerheid op de concentratie aan gasvormig NH_3 aan de uitgang dient verder berekend te worden vanuit de foutenpropagatie van de eigen standaardonzekerheid op de natchemische bepaling van gasvormig NH_3 en de hier opgegeven uitgebreide

meetonzekerheid van 13% ten gevolge van de monsterneming in een beperkter aantal (6) meetpunten.

12 REFERENTIES

M.B. ammoniakemissiearme stalsystemen

Ministerieel besluit van 19 maart 2004 houdende vaststelling van de lijst van ammoniakemissiearme stalsystemen in uitvoering van artikel 1.1.2 en artikel 5.9.2.1bis van het besluit van de Vlaamse Regering van 1 juni 1995 houdende algemene en sectorale bepalingen inzake milieuhygiëne

Bijlage I Lijst van stalsystemen voor ammoniakemissiereductie

http://www.ejustice.just.fgov.be/doc/rech_n.htm

Ministerieel besluit van 31 mei 2011 tot wijziging van bijlage I van het ministerieel besluit van 19 maart 2004 houdende vaststelling van de lijst van ammoniakemissiearme stalsystemen in uitvoering van artikel 1.1.2 en artikel 5.9.2.1bis van het besluit van de Vlaamse Regering van 1 juni 1995 houdende algemene en sectorale bepalingen inzake milieuhygiëne

http://www.ejustice.just.fgov.be/doc/rech_n.htm

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht

Procedure LUC/III/003: Bepaling van het gehalte NH₃ in een gaskanaal

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

Validatie van een meetmethode voor NH₃ in emissies

W. Swaans, R. De Fré, G. Otten, E. Damen, J. Daems, W. Aerts en N. Moonen

VITO verslag 2007/MIM/R/81, juli 2007

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

EPA Conditional Test Method CTM-027

Procedure for collection and analysis of ammonia in stationary sources

<http://www.epa.gov/>

NEN 2826

Luchtkwaliteit - Uitworp door stationaire puntbronnen

Monsterneming en bepaling van het gehalte aan gasvormig ammoniak

1e druk, april 1999

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen

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

ISO 7150-1:1984

Water quality – Determination of ammonium – Part 1:

Manual spectrometric method

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

Methode WAC/III/E/020

Bepaling van ammonium stikstof door manuele spectrofotometrie

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

ISO 11732:2005

Water quality – Determination of ammonium nitrogen –

Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection

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

Methode WAC/III/E/021

Bepaling van het gehalte aan ammonium stikstof met behulp van doorstroomanalyse

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

ISO 14911:1998

Water quality – Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography – Method for water and waste water

Bepaling van ionen met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie – ammonium, chloride, nitraat, nitriet, orthofosfaat en sulfaat

WAC/III/C/002

<https://emis.vito.be/nl/erkende-laboratoria/water-gop/compendium-wac>

ISO 15923-1:2013

Water quality - Determination of ions by a discrete analysis system and spectrophotometric detection - Part 1: Ammonium, chloride, nitrate, nitrite, orthophosphate, silicate and sulfate

EN 15259: 2007

Luchtkwaliteit- Meting van emissies van stationaire bronnen – Eisen voor meetvlakken en meetlocaties en voor doelstelling, meetplan en rapportage van de meting

Code van goede praktijk voor emissiearme stalsystemen in de varkenshouderij

Juni 2010

ILVO

<http://www.ilvo.vlaanderen.be/>

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

Methode WAC/VI/A/001

Prestatiekenmerken

<https://emis.vito.be/nl/ln-erkenningen-water>

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

Methode WAC/VI/A/002

Meetonzekerheid

<https://emis.vito.be/nl/ln-erkenningen-water>

VDI 3880: 2011

Olfactometry – Static Sampling

ISO GUM/NBN X40-001 (1995)

Guide to the expression of uncertainty in measurement

VLM

Presentatie Luchtzuiveringssystemen - aanpassingen MB ammoniak-emissiearme stalsystemen

September 2021

<https://www.vlm.be>

BIJLAGE: CHECKLIST NH₃-RENDEMENTSBEPALING VAN LUCHTWASSERS BIJ STALSYSTEMEN

Checklist NH₃-rendementsbepaling van luchtwassers bij stalsystemen

Naam/adres exploitant:

.....

1. Voorafgaand plaatsbezoek

Datum bezoek: / /

Visuele inspectie van het oppervlak van alle luchtwassers:

Luchtwaspakket:	
☐	Verzakking van het vulmateriaal/onvolledige vulling/gaten
☐	Aanwezigheid van droge plekken
☐	Aanwezigheid van lekopeningen rondom het waspakket
☐	Ongelijkmatige bevochtiging van het waspakket
☐	Zoutvorming op het waspakket
☐	Andere afwijkingen:

Luchtwaspakket:	
☐	Verzakking van het vulmateriaal/onvolledige vulling/gaten
☐	Aanwezigheid van droge plekken
☐	Aanwezigheid van lekopeningen rondom het waspakket
☐	Ongelijkmatige bevochtiging van het waspakket
☐	Zoutvorming op het waspakket
☐	Andere afwijkingen:

Luchtwaspakket:	
☐	Verzakking van het vulmateriaal/onvolledige vulling/gaten
☐	Aanwezigheid van droge plekken
☐	Aanwezigheid van lekopeningen rondom het waspakket
☐	Ongelijkmatige bevochtiging van het waspakket
☐	Zoutvorming op het waspakket
☐	Andere afwijkingen:

Luchtwaspakket:	
☐	Verzakking van het vulmateriaal/onvolledige vulling/gaten
☐	Aanwezigheid van droge plekken
☐	Aanwezigheid van lekopeningen rondom het waspakket
☐	Ongelijkmatige bevochtiging van het waspakket
☐	Zoutvorming op het waspakket
☐	Andere afwijkingen:

Keuze luchtwaspakket voor metingen:

Toegankelijkheid luchtwasser	
☐	Ladder vereist
☐	Hoogtewerker vereist
☐	Mogelijkheid tot gebruik van het rooster (opp. 1 m ²)
☐	Mogelijkheid tot gebruik van een box
☐	Andere specifieke vereisten/opmerkingen:
Karakteristieken luchtwasser	
Type luchtwasser	
Leverancier luchtwasser	
Afmetingen luchtwasser	Lengte: m / breedte: m S = L x B = m ²
Type vulmateriaal luchtwasser	
Bijlagen	
☐	Kopie logboek (laatste jaar)
☐	Kopie technische fiche
☐	Foto's
☐	Schematische weergave concept stal/luchtwasser/luchtstroom
☐	Andere:

Schematische weergave concept stal/luchtwasser(s)/luchtstroom:

Controlepunten voor de goede werking van de luchtwasser (Systemen S-1 en S-2)	
Controlepunt	Resultaat
Waswaterverdeling en sproeibeeld over het filterpakket	
Sproeiregime*	
Waswaterdebiet (l/h)	
Stand van de urenteller van de circulatiepomp van het waswater	
Draaiuren waswaterpomp	
Spuiwaterdebiet (l/h of l/spuibeurt)	
Stand van de waterpulsometer voor het spuiwaterdebiet	
Spuifrequentie	
Ventilatie-instellingen Luchtweerstand van het luchtwassysteem (drukval in Pa over het filter(pakket))	
pH van het waswater t.h.v. voorziene aftappunt	

Controlepunten voor de goede werking van de luchtwasser (Systeem S-3)	
Controlepunt	Resultaat
Bevochtigingspatroon van het vulmateriaal	
Sproeiregime*	
Stand van de watermeter	
Hoeveelheid verbruikt bevochtigings-/spoelwater	
Draaiuren waspomp	
Toename van de drukval over het vulmateriaal	

* werken de sproeiers in normale omstandigheden al dan niet continu (+ specificatie bv afwisselend 1 minuut sproeien/niet sproeien)

Homogeniteitscontrole (optioneel tijdens plaatsbezoek)	
Meetpunt	ppm NH ₃
1	
2	
3	
4	
5	
6	
Gem	
stdev	
%rsd	

2. Eigenlijke rendementsmeting

Luchtwaspakket:

Datum meting: / /

Staltype:

Dierbezetting:

Visuele inspectie van het oppervlak van de luchtwasser	
☐	Verzakking van het vulmateriaal/onvolledige vulling/gaten
☐	Aanwezigheid van droge plekken
☐	Aanwezigheid van lekopeningen rondom het waspakket
☐	Ongelijkmatige bevochtiging van het waspakket
☐	Zoutvorming op het waspakket
☐	Andere afwijkingen:

Controlepunten voor de goede werking van de luchtwasser (Systemen S-1 en S-2)	
Controlepunt	Resultaat
Waswaterverdeling en sproeibeeld over het filterpakket	
Sproeieregime*	
Waswaterdebiet (l/h)	
Stand van de urenteller van de circulatiepomp van het waswater	
Draaiuren waswaterpomp	
Spuwaterdebiet (l/h of l/spuibeurt)	
Stand van de waterpulsometer voor het spuiwaterdebiet	
Spuifrequentie	
Ventilatie-instellingen	
Luchtweerstand van het luchtwassysteem (drukval in Pa over het filter(pakket))	
pH van het waswater t.h.v. voorziene aftappunt	

* werken de sproeiers in normale omstandigheden al dan niet continu (+ specificatie bv afwisselend 1 minuut sproeien/niet sproeien)

Controlepunten voor de goede werking van de luchtwasser (Systeem S-3)	
Controlepunt	Resultaat
Bevochtigingspatroon van het vulmateriaal	
Sproeiregime*	
Stand van de watermeter	
Hoeveelheid verbruikt bevochtigings-/spoelwater	
Draaiuren waspomp	
Toename van de drukval over het vulmateriaal	

* werken de sproeiers in normale omstandigheden al dan niet continu (+ specificatie bv afwisselend 1 minuut sproeien/niet sproeien)

Homogeniteitscontrole	
Meetpunt	ppm NH ₃
1	
2	
3	
4	
5	
6	
Gem	
stdev	
%rsd	

Schematische weergave punten homogeniteitscontrole: