

## Bepaling van het totale gehalte (som van de stofvormige- en gasvormige fractie) aan metalen in een geleide gasstroom

---

**INHOUD**

<b>1</b>	<b>Toepassingsgebied</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Aanvullingen, afwijkingen ten opzichte van de normen en AANDACHTSPUNTEN</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Validatie</b>	<b>5</b>
<b>4</b>	<b>Bepaling van de meetonzekerheid</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>Referenties</b>	<b>6</b>

## 1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure is van toepassing voor de bepaling van het totale gehalte, dit is de som van de stofvormige- en gasvormige fractie aan volgende metalen en hun verbindingen in geleide emissies: Sb, As, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, Tl, V, Se, Sn, Be en Zn en Hg.

Volgende Europese normen zijn van toepassing:

- EN 14385: 2024  
De norm specificeert een manuele referentiemethode voor de bepaling van de massaconcentratie van specifieke elementen in emissies van stationaire bronnen en werd gevalideerd voor de bepaling van de massaconcentratie van metalen in rookgassen van verbrandingsinstallaties — met toepassing van de prestatiecriteria zoals vermeld in hoofdstuk 9 — voor de volgende elementen: arseen (As), cadmium (Cd), chroom (Cr), kobalt (Co), koper (Cu), mangaan (Mn), nikkel (Ni), lood (Pb), antimoon (Sb), thallium (Tl) en vanadium (V), evenals hun verbindingen. De methode is toepasbaar voor elk van de specifieke elementen in het concentratiebereik van 0,005 mg/m<sup>3</sup> tot 5 mg/m<sup>3</sup>.  
De norm kan eveneens gebruikt worden voor de bepaling van andere metalen dan de hierboven vermelde zoals bijvoorbeeld seleen (Se), telluur (Te), beryllium (Be), tin (Sn) en zink (Zn). Deze metalen worden vaak opgelegd in nationale regelgeving, maar de norm werd momenteel nog niet gevalideerd voor de bepaling van deze metalen.
- EN 13211: 2001 voor de concentratie aan totaal kwik in een concentratiegebied van 0,001 mg/m<sup>3</sup> tot 0,5 mg/m<sup>3</sup> (afvalverbranding)

Bovenstaande normen gelden behalve waar expliciet andere of aanvullende eisen in deze compendiumprocedure onder 2 worden opgelegd.

## 2 AANVULLINGEN, AFWIJKINGEN TEN OPZICHTE VAN DE NORMEN EN AANDACHTSPUNTEN

- De ontsluitingsmethode conform de EN-normen dient toegepast te worden.
- In WAC/III/B zijn de analysemethoden voor elementen in water opgenomen die ook voor analyse van de destructievloeistoffen en absorptievloeistoffen afkomstig van emissiemetingen mogen toegepast worden.
- Er dient voldaan te worden aan de kwaliteitseisen voor de analysemethoden van WAC/VI/A/003. Bij de analyse van destructievloeistoffen van filters dient als controlestandaard QC2 een vliegasstaal meegenomen dat de volledige procedure inclusief ontsluiting doorloopt. Dit kan een CRM zijn, een reëel vliegasstaal of een ringteststaal. Bij analyse van absorptievloeistoffen dient een multi-elementstandaard voor de betreffende metalen aangemaakt te worden in de absorptievloeistof = matrix-effect standaard
- Bij combinatie van stof met totaal metalen volgens NBN EN 14385 moet de filter buiten de schouw in een verwarmd filterhuis op 160°C geplaatst worden indien de rookgastemperatuur lager is dan 160°C en een na-conditionering van de filter op 160°C wordt toegepast voor de bepaling van het stofgehalte. Door deze na-conditionering op 160°C kan namelijk vervluchtiging van metalen die bij de afgastemperatuur in stofvorm

- voorkomen, optreden. De temperatuur tijdens de na-conditionering van de filter mag nooit de filtratie-temperatuur overschrijden.
- De voorwaarden voor uitvoering van de lekttest staan beschreven in de procedure ‘Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen’ (LUC/0/005).
  - Een veldblanco moet steeds genomen, geanalyseerd en gerapporteerd worden. De procedure en het criterium is per norm opgenomen in de procedure ‘Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen’ (LUC/0/005).
  - De maximum toegelaten relatieve uitgebreide onzekerheid van de gasvolumemeter en van de temperatuur- en drukmeting ter hoogte van de gasmeter is opgenomen in procedure LUC/0/005.
  - Gezien de hoge reactiviteit van een mengsel van 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en 65% HNO<sub>3</sub>, moeten deze oplossingen in volgende volgorde samengevoegd worden voor de bereiding van de absorptievloeistof (massafractie 1,6% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en 4,4% HNO<sub>3</sub> in water): eerst water, dan waterstofperoxide en dan HNO<sub>3</sub> waarbij goed gemengd wordt bij iedere stap. Deze absorptievloeistof moet steeds vers bereid worden aangezien H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in functie van de tijd ontbindt.
  - Voor vluchtige metalen moet de laatste wasfles bij iedere meting afzonderlijk geanalyseerd worden. Volgende doorslagcriteria gelden conform de normen EN 14385 en EN 13211:

- EN 14385:

Voor een efficiënte absorptie van metalen in de gasfase moeten drie wasflessen in serie worden geplaatst. De massa van het element in de laatste wasfles mag maximaal 10% bedragen van de totale opgevangen massa van dat element (filter, sonde-spoelsel en alle wasflessen samen). Dit komt overeen met een absorptie-efficiëntie  $\geq 90\%$ .

Een aantal metalen wordt vaak samen als groep gemeten en opgeteld ter vergelijking met een emissiegrenswaarde (EGW) voor totale metalen:

- Groep A-elementen (As, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb en V)
- Groep B-elementen (Cd en Tl)

In dat geval moet de test van de absorptie-efficiëntie afzonderlijk toegepast worden voor elke groep metalen.

Indien één van de individuele metalen in de laatste wasfles (bijvoorbeeld Sb) meer bedraagt dan 10 % van de totale gecombineerde massa voor dat individuele element (d.w.z. de filter, spoeloplossing van de sonde en wasflessen samen), dan moet het resultaat voor alle metalen in die groep worden verworpen.

De controle van de absorptie-efficiëntie wordt minder effectief naarmate de concentratie van de verontreinigende stof in het afgas afneemt. Daarom is het voor elke groep niet vereist om te voldoen aan de absorptie-efficiëntiecontrole in de volgende gevallen:

- voor individuele metalen waarvan de massa in het eindresultaat minder bedraagt dan 1 % van de totale massa van metalen in de groep; of
- indien het totale gecombineerde resultaat voor de metalen in de groep minder bedraagt dan 30 % van de emissiegrenswaarde (EGW).

- EN 13211:

De hoeveelheid kwik in de tweede wasfles mag maximum 5% van de totale hoeveelheid kwik in beide impingers of minder dan 2  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  (het grootste van beide criteria) bedragen.

### 3 VALIDATIE

In het algemeen moet een meetmethode in het kader van Vlarem toepasbaar zijn tussen 0,1 keer en 3 keer de emissiegrenswaarde. Voor normmethodes moeten volgende parameters gevalideerd worden:

- (Intra-) reproduceerbaarheid, bijvoorbeeld vanuit controlekaarten;
- Juistheid, bijvoorbeeld uit ringtestgegevens;
- Werkgebied;
- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens;
- Meetonzekerheid;

Indien mogelijk dienen deze prestatiekenmerken gevalideerd te worden voor de combinatie van bemonstering en aansluitende analyse. Indien niet mogelijk dient de validatie minimaal op de analysemethode uitgevoerd te worden en dit conform de procedure WAC/VI/A/001. In deze procedure zijn eveneens definities voor de verschillende prestatiekenmerken opgenomen.

### 4 BEPALING VAN DE MEETONZEKERHEID

Elk erkend laboratorium dient voor de bepaling van metalen in een gaskanaal te beschikken over een evaluatie van de meetonzekerheid waarbij rekening gehouden moet worden met de bijdragen van de bemonstering enerzijds en van de analyse anderzijds. De meetonzekerheid kan berekend worden volgens de "Guide to the expression of uncertainty in measurement" of kortweg GUM of via de alternatieve "top-down" methode die in procedure WAC/VI/A/002 beschreven wordt.

## 5 REFERENTIES

NBN EN 14385:~~2004~~ 2024

Emissies van stationaire bronnen – Bepaling van de totale emissie van As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl en V

NBN EN 13211:2001

Luchtkwaliteit – Emissies van stationaire bronnen – Manuele methode voor het bepalen van de concentratie aan totaal kwik

EN 13284-1:-2017

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

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

Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen

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

Methode WAC/III/B

Methoden voor de bepaling van elementen

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

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

Methode WAC/VI/A/001

Prestatiekenmerken

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

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

Methode WAC/VI/A/002

Meetonzekerheid

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

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

Methode WAC/VI/A/003

Kwaliteitseisen voor de analysemethoden

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

ISO/IEC Guide 98-3: 2008 Uncertainty of measurement - part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement