
DEFINITIEF RAPPORT

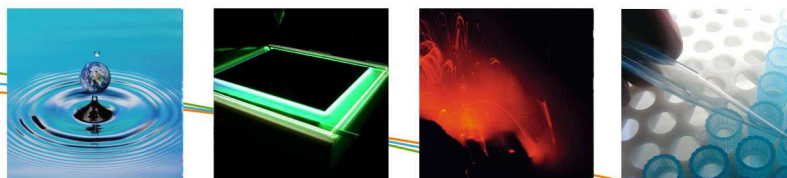
Derdelijnscontrole Lucht georganiseerd in opdracht van de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen VKL uit Nederland

Externe kwaliteitscontrole voor laboratoria "Lucht" van de
Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen

B. Baeyens, E. Damen, R. De Fré, F. Maes, G. Otten

2009/MRG/R/182

Augustus 2009



Alle rechten, waaronder het auteursrecht, op de informatie vermeld in dit document berusten bij de Vlaamse Instelling voor Technologisch Onderzoek NV ("VITO"), Boeretang 200, BE-2400 Mol, RPR Turnhout BTW BE 0244.195.916. De informatie zoals verstrekt in dit document is vertrouwelijke informatie van VITO. Zonder de voorafgaande schriftelijke toestemming van VITO mag dit document niet worden gereproduceerd of verspreid worden noch geheel of gedeeltelijk gebruikt worden voor het instellen van claims, voor het voeren van gerechtelijke procedures, voor reclame of antireclame en ten behoeve van werving in meer algemene zin aangewend worden

SAMENVATTING

Op woensdag 28 en donderdag 29 april 2009 werd er door de Vlaamse Instelling voor Technologisch Onderzoek VITO, in de eigen labo-infrastructuur een derdelijnscontrole "lucht" georganiseerd in opdracht van de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen, kortweg VKL, uit Nederland.

De VKL verenigt in Nederland een aantal onafhankelijke meetinstanties en heeft als doel het waarborgen, ontwikkelen, toepassen en in stand houden van de kwaliteit van luchtmetingen in Nederland binnen de kaders van Europese en Nationale wet- en regelgeving. Eén lid van VKL is eveneens erkend voor uitvoering van lucht-emissiemetingen in Vlaanderen. Een ander Nederlands laboratorium is tevens kandidaat erkend laboratorium in Vlaanderen.

Aan de ringtest namen naast de leden van de VKL, ook een aantal provinciale laboratoria en een aantal bedrijfslaboratoria deel (mogelijk toekomstige leden van VKL).

Voor de beoordeling van de meetlaboratoria worden in dit rapport de criteria (prestatiekenmerken) genomen die door VKL aan VITO werden bezorgd. Deze criteria zijn op drie uitzonderingen na dezelfde als deze die worden gehanteerd bij de beoordeling van de derdelijnscontrole georganiseerd voor de in Vlaanderen erkende laboratoria. Met name voor temperatuur, voor snelheid en voor de lage stofgehalten gelden andere criteria.

In dit rapport worden alle deelnemers aan de ringtesten van 28 en 29 april beoordeeld volgens de "Nederlandse criteria".

Volgende vijf parameterpakketten werden bij de ringtest aangeboden.

1. LABSVKL2009-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2009-3: stofweging
3. LABSVKL2009-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
4. LABSVKL2009-5: de continue meting van anorganische rookgassen
5. LABSVKL2009-6: de bepaling van gasvormig waterstofchloride

De aangeboden concentraties binnen de verschillende pakketten liggen steeds op emissieniveau.

LABSVKL2009-2 Parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte

De ringtest voor de bepaling van temperatuur, druk, volume en watergehalte werd doorlopend gehouden in gebouw LAN op 28 en 29 april. In totaal namen 10 laboratoria deel aan de ringtest. Eén laboratorium nam enkel deel aan de snelheidsbepaling.

Voor de volumebepaling werd aan elk laboratorium gevraagd een hoeveelheid gas van ongeveer 100 liter aan te zuigen met een uitrusting voor het bemonsteren van rookgassen voor natchemische analyses en hiervan nauwkeurig het volume te meten. Bij de temperatuurmetingen werd één temperatuur in de range van 50 tot 200°C aangeboden.

Voor de bepaling van de gassnelheid werden twee snelheden aangeboden op twee verschillende niveau's (tussen 4 en 20 m/s gemeten). Aan laboratoria die zowel standaard- als s-pitotbuizen gebruiken, werd gevraagd om met beide types de testen uit te voeren.

Verspreid over de twee dagen kreeg elk laboratorium de kans om gedurende een periode van maximum 1 uur een waterbepaling uit te voeren. Het gegenereerde watergehalte lag tussen 5 en 15 vol%.

Bij elk van de vier parameters was de opdracht de metingen uit te voeren met de operationele apparatuur die voor rookgasmetingen op locatie wordt gebruikt.

Voor elke parameter werden per laboratorium de absolute en relatieve afwijkingen van de meetwaarde ten opzichte van de referentiewaarde berekend. Tevens werd een meet-onzekerheid van de groep tegenover de referentiewaarde, s_D , bepaald als

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{n-1} \left[\sum_{i=1}^n z_i^2 - \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n z_i \right)^2 \right]}$$

met

- s_D de standaarddeviatie op het verschil tussen de meetwaarde en de referentiewaarde
- $z_i = (x_i - y_i)/y_i$ is het verschil tussen de koppels meetwaarden
- n is het aantal vergelijkende metingen.

Aan de laboratoria wordt gevraagd een actieplan met corrigerende maatregelen op te stellen indien afwijkingen werden gerapporteerd die hoger zijn dan deze hieronder vermeld.

- Voor volume een afwijking van 8%
- Voor temperatuur een absolute afwijking van 2,7°C
- Voor snelheid een afwijking van 12,5%
- Voor water een afwijking van 15%

In het totaal worden 2 actieplannen opgevraagd: geen voor volume, geen voor temperatuur, 1 voor de snelheidsmeting (laboratorium 2) en 3 voor de waterbepaling (laboratorium 4, 5, 8)

LABSVKL2009-3 Stofweging

Voor de belading met lage en hoge stofgehalten namen 9 laboratoria deel aan de ringtest. Voor beide testen werd aan de laboratoria gevraagd telkens een set van 5 filters te bezorgen aan het referentielaboratorium.

Elk laboratorium dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 10 % voor de lage gehalten en 10 % voor de hoge gehalten dient een actieplan op te stellen. Van de laboratoria 2 en 13 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

LABSVKL2009-4 Totaal koolwaterstoffen

Tien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. De ringtest werd gehouden op 29 april in gebouw Prodem.

In totaal werden dertien stappen aangeboden van ongeveer telkens 10 minuten.

Elk laboratorium dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 15 % t.o.v. de referentiewaarde voor de stappen 1, 2, 3 en 13 dient een actieplan op te stellen. Van de laboratoria 12, 13 en 16 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

Voor de stappen 4 t.e.m. 12 worden de relatieve afwijkingen vergeleken met een aantal criteria voor de relatieve responsfactoren (RRF) zoals weergegeven in de Europese normen (zie referenties 2 en 3).

Een aantal laboratoria wijken voor twee of meer stappen meer dan 0,1 af van de aangegeven ranges van RRF conform de hoger vermelde normen.

Het betreft hier laboratoria 2, 12 en 16 voor chloroform en laboratoria 2 en 4 voor aceton.

LABSVKL2009-5 Ringtest anorganische rookgassen

Elf laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest anorganische rookgassen.

De ringtest werd gehouden op 29 april in gebouw Prodem

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-rookgassen ter bemonstering aangeboden. Alle negen deze rookgassen bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen waren er vijf 'kalibratiestappen' met één component in droge N₂ of lucht (< 0,8 vol% vocht absoluut); 1 kalibratiestap (SO₂) bevatte een sterk bevochtigd dragergas en drie stappen bevatte meerdere componenten waarvan één stap meerdere componenten bevatte in een sterk bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,8 vol% absoluut).

De laboratoria die een relatieve afwijking rapporteerden van 10 % of meer (0,2 vol % absoluut voor O₂) voor de stappen 2, 8 en 9 of 20 % of meer (0,3 vol% voor O₂) voor de andere stappen dienen een actieplan op te stellen. Het betreft hier de laboratoria 1, 4, 5, 9, 10, 12, 13 en 16

LABSVKL 2009-6 Ringtest gasvormig waterstofchloride

Twaalf laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstofchloride. Bij de ringtest werden drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-50 mg/Nm³.

Nederlandse laboratoria die voor 1 van de 3 stappen een resultaat hebben met een afwijking van meer dan 20 % t.o.v. de referentiewaarde dienen een actieplan op te stellen. Van volgende laboratoria wordt verwacht dat zij een actieplan opstellen, omdat zij voor één of meerdere stappen een afwijking van meer dan 20 % t.o.v. de referentiewaarde vertonen: laboratoria 2, 4, 8, 10, 11, 15 en 16

INHOUD

Samenvatting	I
Inhoud	IV
Lijst van tabellen	VI
Lijst van figuren	VII
Deel1: bespreking	8
1 SITUERING VAN DE LABSVKL-RINGTEST	8
2 AANMAAK REFERENTIE	9
2.1 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	9
2.1.1 Temperatuur	9
2.1.2 Volume	9
2.1.3 Gassnelheid	10
2.1.4 Watergehalte	11
2.2 Stof belading	12
2.2.1 Validatie	12
2.2.2 Ringtest stofweging	13
2.3 Totaal koolwaterstoffen	14
2.3.1 Inleiding	14
2.3.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas	14
2.4 Anorganische rookgassen	15
2.4.1 Inleiding	15
2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren testgas	15
2.5 Gasvormig HCl	16
3 STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN	17
3.1 Ringtesten LabsVKL2009-1, LabsVKL2009-4, LabsVKL2009-5 en LabsVKL2009-6	17
3.2 Ringtesten LabsVKL2009-2 en LabsVKL2009-3	17
4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN	19
4.1 Fysische parameters	19
4.1.1 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	19
4.1.2 Volumebepaling	20
4.1.3 Temperatuur	20
4.1.4 Snelheidsmeting	21
4.1.5 Waterbepaling	23
4.2 Stof	23

4.2.1	Lage stofconcentraties	24
4.2.1.1	KCl laag	24
4.2.1.2	KNO ₃ laag	24
4.2.1.3	(NH ₄) ₂ SO ₄ laag	25
4.2.2	Hoge stofconcentraties	25
4.2.2.1	KCl hoog	25
4.2.2.2	KNO ₃ hoog	26
4.2.2.3	(NH ₄) ₂ SO ₄ hoog	26
4.2.3	Blanco's	26
4.2.4	Besluit stofbelading	27
4.3	<i>Totaal koolwaterstoffen</i>	27
4.4	<i>Anorganische rookgassen</i>	27
4.5	<i>Gasvormig waterstofchloride</i>	28
4.5.1	Bespreking	28
4.5.2	Stap 1	28
4.5.3	Stap 2	28
4.5.4	Stap 3	29
4.5.5	Besluit HCl	29
Deel 2: Resultaten per laboratorium voor de ringtesten LABSVKL2009-4, LABSVKL2009-5 en LABSVKL2009-6		30
Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABSVKL2009-4, LABSVKL2009-5 en LABSVKL2009-6		30
Deel 4: Resultaten per laboratorium en per parameter voor LABSVKL2009-2 en LABSVKL2009-3		30
Deel 5: Methodes per laboratorium		30
	Bijlage 1: Uitnodiging	32
	Bijlage 2: Lijst van de deelnemende laboratoria	38
	Bijlage 3: Prestatiekenmerken VKL Ringonderzoeken	40

LIJST VAN TABELLEN

Tabel 1: Procentuele afwijking na 1, 2, 3 en 16 u droging bij een temperatuur van 160 °C	13
Tabel 2: Concentratie, zuurstofgehalte en aanwezige component in de distributieleiding tijdens de inter-laboratorium vergelijking	14
Tabel 3: Concentraties rookgassen tijdens de ringtest.....	15
Tabel 4: Referentie concentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in	28

LIJST VAN FIGUREN

Figuur 1 Schematische voorstelling van de: windtunnel	11
Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels	12

DEEL1: BESPREKING

1 SITUERING VAN DE LABSVKL-RINGTEST

Op woensdag 28 en donderdag 29 april 2009 werd door VITO in het kader van de externe kwaliteitscontrole voor een aantal Nederlands meetlaboratoria een derdelijnscontrole "Lucht" georganiseerd in opdracht de VKL uit Nederland. Volgende vijf parameterpakketten werden bij de ringtest aangeboden. (zie ook bijlage 1)

1. LABSVKL2009-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2009-3: stofweging
3. LABSVKL2009-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
4. LABSVKL2009-5: de continue meting van anorganische rookgassen
5. LABSVKL2009-6: de bepaling van gasvormig ammoniak

Aan de ringtest namen alle leden van de VKL deel , verder een aantal provinciale laboratoria en een aantal bedrijven, mogelijk toekomstige leden van de VKL, met een eigen meetlabo.

Aan de hand van overzichtstabellen en -grafieken wordt in voorliggend rapport met bijlagen de afwijking van elke individuele meting gesitueerd ten opzichte van de referentiemeetwaarden en de meetwaarden van de andere laboratoria. Voor de beoordeling van de meetlaboratoria worden in dit rapport de criteria (prestatiekenmerken) genomen die door VKL aan VITO werden bezorgd (zie bijlage 3).

De resultaten worden, zoals hoger aangegeven, op anonieme basis verwerkt. Elk deelnemend laboratorium kent evenwel zijn eigen deelnemingsnummer. De volgorde van toekenning van deze nummers gebeurt willekeurig en is niet gekoppeld aan enig criterium.

2 AANMAAK REFERENTIE

2.1 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte

In de volgende paragrafen worden voor de parameters temperatuur, volume, gassnelheid en watergehalte de gebruikte toestellen en generatiemethode beschreven.

2.1.1 Temperatuur

De temperatuurmetingen werden uitgevoerd met behulp van een gefluïdiseerd zandbad van het merk Techne, type SBL-2. Dit bad heeft een diameter van 22,8 cm, een nuttige diepte van 14 cm en bevat ± 16 kg alundum zand. Het gedraagt zich als een geroerd gethermostatiseerd oliebad met dat voordeel dat de te controleren temperatuursondes schoon blijven. De minimum instelbare temperatuur is $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, het maximum is $600^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

Een homogene temperatuur over het volledige volume alundum wordt bereikt door het doorsturen van een voldoende hoog debiet aan zuivere, droge lucht. Dit debiet wordt mede bepaald door de gewenste temperatuur. De maximaal toegestane afwijking op de verschillende punten en diepten bedraagt $0,3^{\circ}\text{C}$.

Omwille van het hygroscopisch karakter van alundum wordt het bad bij een nieuwe in gebruikname voorafgaandelijk gedurende 8 uur op een temperatuur van 90°C verwarmd om het aanwezige vocht te verwijderen.

De temperatuur van het alundum wordt geregeld met een TC-8D temperatuur controller van Techne. Deze is uitgerust met een chromel alumel (type K) thermokoppel. Het regelbereik is begrepen tussen 0°C en 630°C .

De temperatuurcontrole van het bad gebeurt door middel van een Ametek Digital Temperature Indicator (DTI) 100 van Jofra Instruments. Dit is een draagbaar systeem dat ontworpen is voor snelle en natrekbare kalibratie. Het toestel heeft een resolutie van $0,01^{\circ}\text{C}$ en wordt serieel uitgelezen via een RS232. De sensor die met de DTI 100 verbonden is, is een Pt 100. Het geheel is BKO gekalibreerd.

Vooraleer de eigenlijke ringtest georganiseerd werd, werd de integrale opstelling uitgebreid getest en gevalideerd. De uitgebreide onzekerheid ten gevolge van de inhomogeniteit en de instabiliteit van het zandbad bedraagt bij een temperatuur van de orde van grootte van 70°C $0,8\%$. Voor een overzicht van de validatiegegevens wordt verwezen naar rapport 2001/MIM/R/21 "Referentiewerk "Lucht", LABS 2000-2" van maart 2001.

2.1.2 Volume

De volume ringtest werd georganiseerd met behulp van een Bell-prover van het merk Sierra, type MBP 20. Dit toestel bestaat uit een roestvrij stalen cilinder van 600 l die in een oliegevulde kamer wordt ondergedompeld. Wanneer het gas door de testopstelling stroomt en de Bell-prover binnenkomt wordt de cilinder verplaatst. Hij

wordt hierbij in evenwicht gehouden door twee tegengewichten die aan kettingen zijn opgehangen.

Aan de bovenkant van de cilinder is een metalen draad bevestigd die verbonden is met een lineair optisch encodersysteem, Telesco model PT101: 0 – 50 inch, dat de positie van de cilinder en zijn verplaatsing, die door de gasstroom veroorzaakt wordt, meet.

Ter hoogte van de toegangsleiding van de cilinder wordt de temperatuur van het gas gemeten evenals de verschildruk ten opzichte van de atmosfeer (0,1 tot 0,3 mbar).

De temperatuur wordt gemeten met een Pt100 en uitgelezen met een transmitter van "PR Electronics", model 2202. De meting is gevalideerd tussen omgevingstemperatuur en 0°C.

De gecertificeerde druksensor die gebruikt wordt is van het merk 'Setra', model 239 (0-15 inch H₂O) en werd vóór de ingebruikname gekalibreerd tegenover een BKO-gecertificeerde, geïnclineerde oliemanometer.

De analoge uitgangssignalen van verplaatsing, druk en temperatuur worden via een datalogger (ADAM) om de 10 s opgeslagen op PC.

De atmosferedruk wordt gemeten met een digitale barometer van Setra, model 370 die vóór gebruik vergeleken werd met een BKO-gecertificeerde barometer en eveneens opgeslagen op PC.



De bovenstaande methodologie realiseert de herleidbaarheid van de aangeboden volumes naar de primaire grootheid lengte.

De totale fout op de volumebepaling met de Bell prover werd berekend met de onzekerheden op volume, temperatuur en druk. De belangrijkste onzekerheid is afkomstig van de schommelingen in atmosferedruk en temperatuur en de diameter van de klok.

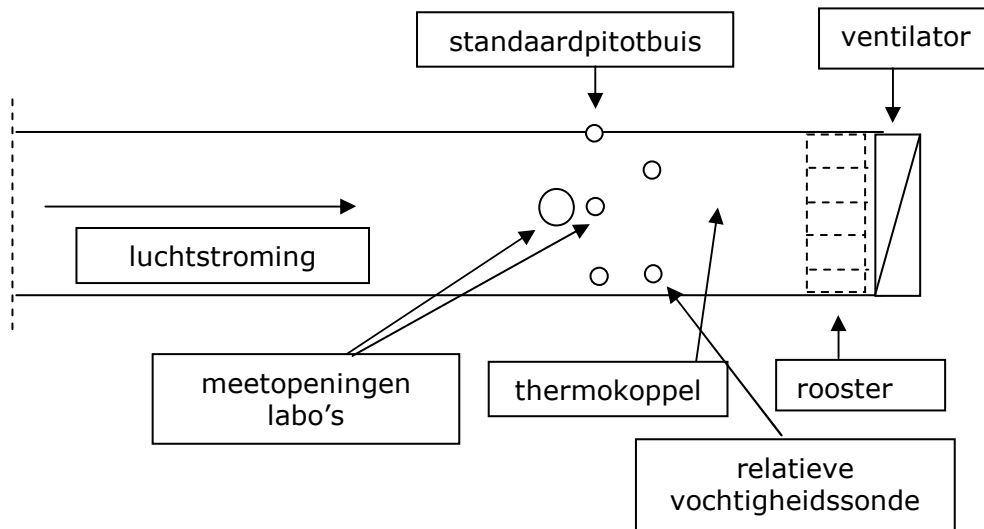
De totale relatieve fout, uitgedrukt als standaarddeviatie, bedraagt 0,2%. De geëxpandeerde meetonzekerheid (dekkingsfactor 2) of de 95% betrouwbaarheid is gelijk aan 0,4 % of 0,4 l op 100 l.

Een overzicht van de uitgevoerde validaties en de bekomen resultaten werd opgenomen in rapport 2001/MIM/R/21 "Referentiewerk "Lucht", LABS 2000-2" van maart 2001.

2.1.3 Gassnelheid

De gassnelheidsmetingen werden uitgevoerd in een windtunnel, geconstrueerd uit roestvrij staal, die door Vito gebouwd werd en schematisch wordt weergegeven in figuur 1. De tunnel heeft een inwendige diameter van 50 cm en een totale lengte van 6 m. De gassnelheid wordt gegenereerd door een frequentiegestuurde ventilator. Om een homogene snelheidsverdeling over de volledige diameter te garanderen wordt onmiddellijk vóór de ventilator een roosterstructuur geplaatst. Tevens wordt aan de ingang van de buis een draadnet gemonteerd. In de buis zijn 6 meetopeningen aangebracht, vijf met een diameter van 11 mm en één met een diameter van 40 mm. In één van de meetopeningen wordt een standaardpitotbuis als referentiemeettoestel geplaatst: deze werd tijdens de metingen in verticale richting (van boven naar beneden) gemonteerd met de opening op een diepte van 25 cm. Twee meetopeningen worden gebruikt voor respectievelijk een temperatuurmeting met een

thermokoppel en een vochtbepaling met een relatieve vochtigheidssonde. De drie overblijvende meetopeningen (1 grote en 2 kleine) staan ter beschikking van de deelnemende laboratoria.



Figuur 1 Schematische voorstelling van de: windtunnel



Vooraleer de opstelling voor de ringtest werd gebruikt werden de volgende parameters gevalideerd:

- vergelijkbaarheid meetpunt-referentiepunt
- homogeniteit van de meetdoorsnede
- stabiliteit van de ingestelde snelheid in functie van de tijd
- herhaalbaarheid

Voor de bijhorende resultaten wordt verwezen naar rapport 2001/MIM/R/21 "Referentiewerk "Lucht", LABS 2000-2" van maart 2001.

Uit de gegevens van de homogeniteits-, stabiliteits- en herhaalbaarheidstesten werd een uitgebreide meetonzekerheid van 5,2% voor de lage en 2,1% voor de hoge snelheid afgeleid.

2.1.4 Watergehalte

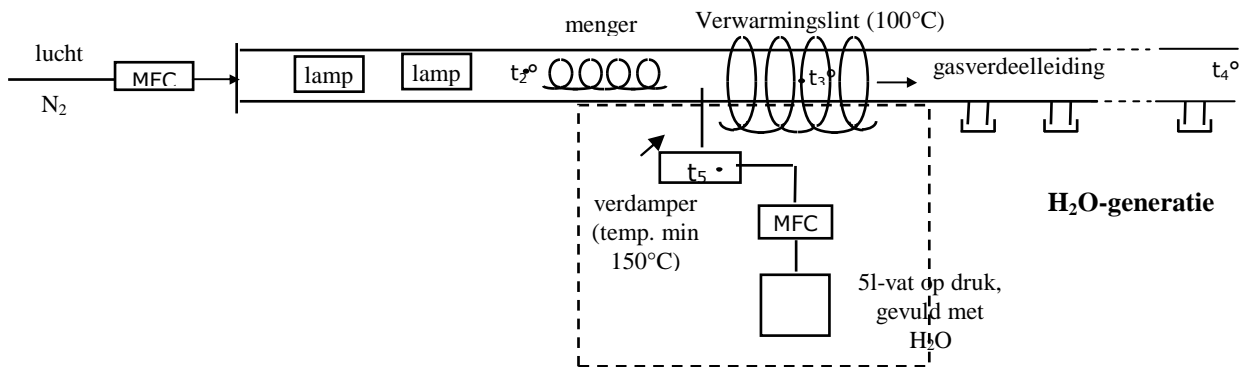
Het genereren van waterdamp gebeurt met een watergevuld vat van 5 liter, een massadebietsmeter voor water (0-1000 g/h) en een verdamer (= stoempot). Het vat wordt op 1 bar overdruk gezet waardoor het water naar de mass flow controller (MFC) geperst wordt die het debiet meet en controleert. Vervolgens stroomt het water in de verwarmde verdamer. De geproduceerde stoom wordt na een statische menger in een glazen buis geïnjecteerd waar het op 100°C, voorverwarmde verdunningsgas de gasstroom kan verdunnen tot een dauwpunt van maximum 80°C. De MFC wordt geijkt door dit waterdebiet in een erlenmeyer op een balans te leiden. Deze balans registreert de gewichtstoename m.b.v. een PC. De stoempot heeft een capaciteit van maximum 25 ml water per minuut. De temperatuur van de stoempot wordt

automatisch geregeld met een temperatuurregelaar en gemeten met een voeler (type-K) op 1 cm boven de bodem in de pot. De temperatuur in de pot wordt geregeld tussen de 150 en 250°C. Met bovenstaand systeem kunnen vochtgehaltes tot 50% gegenereerd worden.

Om de afgifte te kunnen registreren worden de data van de MFC gelogd, bij voorkeur met intervallen van 1 minuut.

Een schematische voorstelling van de generatieopstelling wordt weergegeven in figuur 2.

De uitgebreide meetonzekerheid op het generatiesysteem voor water werd bepaald op 2% (rel) bij een watergehalte van 5 tot 25%.



Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels

2.2 Stof belading

2.2.1 Validatie

De meetonzekerheid op de stofbepaling in de geconditioneerde weegruimte wordt hoofdzakelijk bepaald door de gravimetrische bepaling, de periode van droging en de droogtemperatuur.

Bij de keuze van de zouten voor het beladen van de filters werd de droogtijd geëvalueerd in functie van de temperatuur van droging. Onderstaande tabel geeft een overzicht van de procentuele afwijking (verschil tussen gewogen stof en beladen stof) van vier zouten en een blanco (ultrapuurwater) in functie van de droogtijd bij een droogtemperatuur van 160 °C (EN 13284-1). De tabel geeft voor de zouten KCl, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, KNO_3 en de blanco filter (UPW) telkens een gemiddelde waarde weer van 3 filters.

In tabel 1 is op te merken dat bij de droging van de met $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ beladen filters, er een grote afwijking is tegenover de theoretische referentiewaarde. Het zout kopersulfaat-pentahydraat bevat verschillende gehydrateerde watermoleculen die in 3 duidelijk gescheiden temperatuursdomeinen vrijgesteld worden nl. rond 75 °C, rond 120 °C en ten slotte rond 230 °C. Rond de temperatuur van 160 °C kan men verwachten dat 4 watermoleculen afgedampt zijn. Indien de referentiewaarde

hiervoor wordt gecorrigeerd is de afwijking beduidend lager (in de tabel tussen haakjes weergegeven).

Bij een droogtemperatuur van 160 °C kan voor KCl, KNO₃ en de blanco filter (UPW) reeds na 1 uur droging, een weging worden uitgevoerd. Voor CuSO₄.5H₂O kan bij een droging bij 160 °C, na 3 u een stabiele uitlezing van het gewicht worden bekomen. De filters beladen met het zout (NH₄)₂SO₄ vertonen bij een droogtemperatuur van 160 °C een onstabiel gedrag en verliezen irreversibel stof.

Tabel 1: Procentuele afwijking na 1, 2, 3 en 16 u droging bij een temperatuur van 160 °C

Filterdroging EN 13284-1				
% afw.	1u	2u	3u	16u
KCl	2,0	1,6	0,8	0,7
(NH ₄) ₂ SO ₄	-1,0	-3,5	-6,1	-11,2
CuSO ₄ .5H ₂ O	-27,7 (1,7)*	-27,8 (1,5)*	-28,2 (0,9)*	-28,0 (1,2)*
KNO ₃	0,5	0,6	0,7	0,7
blanco UPW	-100,0	-100,0	-100,0	-100,0

*: gecorrigeerde referentiewaarden

2.2.2 Ringtest stofweging

De filters worden in een geconditioneerd ruimte beladen met verschillende stofgewichten.

Voor de belading van de filters wordt een bepaalde hoeveelheid van een suspensie van een zout op de filter gebracht en gewogen.

Voor de ringtest stofweging werd voorzien dat elk laboratorium wegingen uitvoert op een set van 5 filters, waarvan er 4 beladen werden met respectievelijk KCl, KNO₃, (NH₄)₂SO₄ en ultrapuur water. De vijfde filter werd niet beladen en fungeert als blanco.

Aan de laboratoria werd de mogelijkheid geboden om deel te nemen aan een ringtest voor lage stofconcentraties met gehalten tot 20 mg/Nm³ en aan de test met de hoge gehalten van 20 tot 120 mg/Nm³.

2.3 Totaal koolwaterstoffen

2.3.1 Inleiding

Tijdens de ringtest werden propaan, chloroform, aceton en toluen aangeboden waarbij de concentraties varieerden van 19,1 tot 125,0 mgC/Nm³. De proef was opgebouwd uit 13 stappen van ongeveer 10 minuten. Tijdens elke stap was er telkens maar 1 organische component aanwezig. De stabiliteit van het testgas werd tijdens de oefening opgevolgd m.b.v. GC-FID en een TKWS monitor.

2.3.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas

In tabel 2 worden de concentratie, het zuurstofgehalte en de aanwezige component in de distributieleiding weergegeven voor de verschillende stappen. De aangeboden afgassen waren droog.

Voor de generatie van de gewenste chloroform-, aceton- en toluenconcentraties werd gebruik gemaakt van een capillaire dosage systeem (ref. 1), de verdunningsdebieten werden gegenereerd met behulp van thermische massadebietregelaars, die gekalibreerd worden met referentie naar een primaire standaard. De generatie van propaan gebeurde met een thermische massadebietregelaar aan een gasfles. Alle concentraties zijn berekend steunende op gegevens bekomen door referentie naar primaire standaarden.

Tabel 2: Concentratie, zuurstofgehalte en aanwezige component in de distributieleiding tijdens de inter-laboratorium vergelijking

Stap	Component	Concentratie (mgC/Nm ³) (*)	O ₂ -gehalte (%)
1	propaan	37,9	0,0
2	propaan	19,1	20,9
3	propaan	94,0	8,3
4	chloroform	67,8	8,1
5	chloroform	87,0	0,0
6	chloroform	76,3	20,4
7	aceton	109,7	20,4
8	aceton	95,4	7,9
9	aceton	125,0	0,0
10	tolueen	43,2	0,0
11	tolueen	51,3	20,3
12	tolueen	40,0	8,1
13	propaan	37,9	0,0

(*) De concentraties worden berekend a.h.v. debiet- en gravimetrische metingen. De gecumuleerde fout op de concentratie bedraagt maximaal ± 3 %.

2.4 Anorganische rookgassen

2.4.1 Inleiding

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-rookgassen ter bemonstering aangeboden. Alle negen deze rookgassen bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen waren er zes 'kalibratiestappen' met één component in droge N₂ of lucht (< 0,8 vol% vocht absoluut); 1 kalibratiestap (SO₂) bevatte een sterk bevochtigd dragergas en drie stappen bevatte meerdere componenten waarvan één stap meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,8 vol% absoluut).

2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren testgas

Voor de aanmaak van de testgassen is gebruik gemaakt van een ééntrapsverduunning. De generatie van de rookgassen CO en CO₂ gebeurt vanuit een gasfles met een zuiver gas; SO₂, NO en NO₂ is gegenereerd vanuit een gasfles die de component in een verdunde vorm bevat, maar waarbij de waarde vermeld op het analysecertificaat in voortesten gecontroleerd is met behulp van de zuivere component.

De verduunning van de zuivere gassen gebeurde met stikstof en/of lucht. De regeling van alle gasdebieten gebeurt met behulp van thermische massadebietsregelaars, die gekalibreerd werden met referentie naar een primaire standaard.

Tijdens de oefening werd de stabiliteit van de testgassen opgevolgd door middel van een NGA-2000 toestel voor SO₂, CO en CO₂ en een NGA-XStream voor NO, NO₂ en O₂.

Uit de uitgevoerde metingen tijdens de ringtest (digitaal via data-acquisitie) blijkt dat de aangeboden concentraties in de verschillende stappen constant waren (relatieve standaardafwijking < 1,5 %). De referentiewaarden van de concentraties van de rookgassen tijdens de ringtest worden in tabel 3 weergegeven.

Tabel 3: Concentraties rookgassen tijdens de ringtest

Stap	Concentratie (mg/Nm ³)					Concentratie (%)		Absoluut vochtgehalte (%) (per volume-eenheid droog gas)
	CO	SO ₂	NO (als NO ₂)	NO ₂	NO _x	O ₂	CO ₂	
1				31,41	31,41	20,95		< 0,4
2						19,84	5,30	< 0,4
3		54,7				20,94		< 0,4
4		99,8				17,61		4,8
5	66,6	141,8	163,5	31,69	195,19	6,72	4,65	4,8
6	126,2	151,3	71,3		71,3	4,46		< 0,4
7	113,5	30,9	185,8		185,8	3,50	2,74	< 0,4
8			67,0		67,0			< 0,1
9	84,7							< 0,1

Bij vorige ringtesten en validatiewerk is vastgesteld dat over de lengte van de proefluchtverdeelteenheid bij hoge NO-concentraties een kleine hoeveelheid NO wordt omgezet

in NO_2 ($\pm 1,4 \text{ mg/Nm}^3$). Hierdoor ontstaat een concentratiegradiënt voor NO en NO_2 over de lengte van de proefluchtverdeelteenheid. De som van beide stikstofoxides is evenwel constant en wordt bijgevolg als referentiewaarde genomen.

Normaal condities zijn gerefereerd naar 273 K en 101,3 kPa, droog gas. Voor O_2 en CO_2 betreft het concentraties in volumeprocent droog gas.

2.5 Gasvormig HCl

Bij de ringtest gasvormig HCl werden in 2 stappen van een half uur en 1 stap van een uur 3 concentraties aangeboden in de range van 1-50 mg/Nm^3 .

Een verdunde HCl-oplossing ($\pm 0,2 \text{ g HCl/l}$, $\pm 1,4 \text{ g HCl/l}$ of $\pm 6 \text{ g HCl/l}$ afhankelijk van de aan te maken HCl-concentratie) wordt met behulp van een vloeistofpomp opgezogen. De verpompte hoeveelheid HCl wordt continu gewogen en de balansuitlezing wordt op PC gelogd. Een verwarmd N_2 -gasstroom van $\pm 160 \text{ l/min}$ wordt als verdunningsgas bijgevoegd.

De debieten aan verdunningsgas worden met een Bell-provervat van het merk Sierra, type MPB 20 (MIE-ILU-319) gekalibreerd. Deze kalibraties vinden voor en na de bemonsteringen op eenzelfde dag plaats.

De HCl-generatie-oplossingen worden aangemaakt door verdunning vanuit een aangekochte 31,2% HCl-stockoplossing. De titer van de stockoplossingen werd gecontroleerd door titratie met Na_2CO_3 , hier werd een gemiddelde afwijking van $\pm 2\%$ tegenover de certificaatwaarde vastgesteld.

De verschillende oplossingen werden ter controle met ionchromatografie geanalyseerd.

3 STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN

3.1 Ringtesten LabsVKL2009-1, LabsVKL2009-4, LabsVKL2009-5 en LabsVKL2009-6

In deel 2 (Resultaten per deelnemer) wordt voor elk deelnemend laboratorium een overzicht gegeven waarbij de resultaten van alle ringtesten waaraan het laboratorium in 2009 deelnam vergeleken worden ten opzichte van de resultaten van de andere laboratoria.

Deel 3 (Resultaten per parameter) geeft een overzicht per parameter en per stap van alle resultaten van laboratoria die aan de betreffende stap deelnamen.

De datasets werden eerst onderworpen aan een uitschietertest. Als uitschietertest wordt de Grubbstest gebruikt (90 % confidentie, 2 zijdige toetsing). De uitschieters worden vetgedrukt weergegeven. Na deze uitschietertest wordt met de Shapiro-Wilk test de normaliteit van de verdeling van de resterende dataset getoetst.

Voor elke meetwaarde werd een z-score berekend.

$$z\text{-score} = \frac{x_i - \text{ref. waarde}}{s}$$

waarbij x_i de meetwaarde is van laboratorium i
 ref. waarde: referentiewaarde : zie tabel
 s: standaarddeviatie berekend t.o.v. de ref. waarde

Bij een z-score > 1,96 werd (puur informatief) een * geplaatst. De laatste kolom geeft aan of het laboratorium al dan niet een uitschieter behaalde.

In deel 2 zijn telkens de referentiewaarden, de resultaten van het laboratorium en de procentuele afwijkingen t.o.v. de referentiewaarden opgenomen. Vervolgens worden de gemiddelden, de standaarddeviaties, de relatieve standaarddeviaties (RSD%) en de z-scores weergegeven.

Deel 3 geeft een overzicht per parameter en per stap van alle resultaten van de laboratoria die aan de betreffende stap hebben deelgenomen.

3.2 Ringtesten LabsVKL2009-2 en LabsVKL2009-3

In deel 4 worden de resultaten van elk laboratorium vergeleken met de referentiewaarden en worden de afwijkingen van alle laboratoria en voor elke parameter in grafiekvorm tov de gemiddelde afwijking weergegeven.

De datasets werden eerst onderworpen aan een uitschietertest. Als uitschietertest wordt de Grubbstest gebruikt (90 % confidentie, 2 zijdige toetsing). De uitschieters

worden vetgedrukt weergegeven. De gemiddelde waarde van de afwijkingen wordt berekend na verwerping van de uitschieters.

Om een schatting te maken van de **uitgebreide meetonzekerheid** werd een dekkingsfactor van 2 toegepast op de standaardafwijking tegenover de referentiewaarde s_D volgens onderstaande vergelijking en na verwerping van de uitschieters

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{n-1} \left[\sum_{i=1}^n z_i^2 - \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n z_i \right)^2 \right]} \quad [1]$$

met

- s_D de standaarddeviatie van de meetwaarden x_i t.o.v. de referentiewaarden y_i
- $z_i = (x_i - y_i)/y_i$ is het relatieve verschil tussen de koppels meetwaarden
- n is het aantal vergelijkende metingen

Naast een berekening van de totale meetonzekerheid werd eveneens voor elke parameter nagegaan of er een **significante systematische fout** optreedt. Als criterium werd hiervoor beroep gedaan op het resultaat van de vergelijking tussen de

waarden van $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ [2] en $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ [3]. Wanneer $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ in absolute waarde

groter of gelijk is aan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ mag besloten worden dat er een significante systematische fout aanwezig is.

4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN

4.1 Fysische parameters

4.1.1 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte

Voor de ringtest LABSVKL2009-2 "Fysische parameters" namen in het totaal 10 laboratoria deel, laboratorium 14 deed enkel mee met de snelheidsbepaling.

Aan de laboratoria wordt gevraagd een actieplan met corrigerende maatregelen op te stellen indien afwijkingen werden gerapporteerd die hoger zijn dan deze hieronder vermeld.

- Voor volume een afwijking van 8%
- Voor temperatuur een absolute afwijking van 2,7°C
- Voor snelheid een afwijking van 12,5%
- Voor water een afwijking van 15%

Om een schatting te maken van de **uitgebreide meetonzekerheid** werd een dekkingsfactor van 2 toegepast op de standaardafwijking tegenover de referentiewaarde s_D volgens onderstaande vergelijking en na verwerping van de uitschieters

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{n-1} \left[\sum_{i=1}^n z_i^2 - \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n z_i \right)^2 \right]} \quad [1]$$

met

- s_D de standaarddeviatie van de meetwaarden x_i t.o.v. de referentiewaarden y_i
- $z_i = (x_i - y_i)/y_i$ is het relatieve verschil tussen de koppels meetwaarden
- n is het aantal vergelijkende metingen

Naast een berekening van de totale meetonzekerheid werd eveneens voor elke parameter nagegaan of er een **significante systematische fout** optreedt. Als criterium werd hiervoor beroep gedaan op het resultaat van de vergelijking tussen de

waarden van $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ [2] en $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ [3]. Wanneer $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ in absolute waarde

groter of gelijk is aan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ mag besloten worden dat er een significante systematische fout aanwezig is.

4.1.2 Volumebepaling

Het aantal deelnemers bedraagt 9.

De aangezogen volumes bij de bepaling van deze parameter waren gelegen tussen 44,2 Nldr en 131,9 Nldr. Er werden geen uitschieters berekend met behulp van de Grubbstest. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,17 %

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- alle laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 10%,
- 8 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%,
- voor 4 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%,

Geen laboratorium rapporteert een relatieve afwijking van meer dan **8 %**.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters de wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt **6,4 % relatief** op een gemiddelde referentiewaarde van 81,51 Nldr of 5,22 Nldr.

Uit de waarden voor $\bar{z} = 0,0017$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0213$ kan besloten worden dat er voor

de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt bij de volumemetingen.

4.1.3 Temperatuur

Het aantal deelnemers bedraagt 9.

Bij de temperatuurmeting varieerden de aangeboden waarden van 123,9°C tot 124,6°C.

Er worden geen uitschieters berekend. De gemiddelde absolute afwijking bedraagt -0,17°C absoluut.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 7 laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 1°C
- 4 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 0,5°C,
- voor 2 deelnemers was de afwijking kleiner dan 0,2°C,

Aan de laboratoria die een afwijking vertonen van meer dan **2,7 °C absoluut**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Geen enkel laboratorium heeft een afwijking hoger dan 2,7°C.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters werd de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt **1,47 °C absoluut** op een gemiddelde referentiewaarde van 124,22 °C of 1,18 %.

Om na te gaan of er een significante systematische fout optrad werd een vergelijking gemaakt tussen de absolute waarden van vergelijking [2] en [3]. Deze berekeningen

leidt tot $\bar{z} = 0,1698$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,4892$ en hieruit mag besloten worden dat er **geen**

significante systematische fout optreedt bij de temperatuurbepaling.

4.1.4 Snelheidsmeting

Er worden twee snelheden aangeboden waarvan één op laag niveau en één op hoog niveau. De deelnemers kunnen deelnemen met zowel standaard pitotbuizen of met S-pitotbuizen.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een standaard of L-pitot bedraagt 6. De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 6,23 en 6,37 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 6,31 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 16,46 en 16,88 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 16,70 m/s.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een S-pitot bedraagt 8. Vijf deelnemers hiervan (laboratoria 2, 10, 13, 14 en 16) nemen deel met 2 verschillende exemplaren.

De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 6,19 en 6,42 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 6,32 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 16,43 en 16,95 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 16,73 m/s.

Een laboratorium (laboratorium 5) nam deel aan de snelheidsmeting met een vleugelrad. de resultaten van dit laboratorium werden niet statistisch verwerkt met de andere resultaten. Het laboratorium rapporteerde afwijkingen van -5,9 % voor de lage en -5,7 % voor de hoge snelheid.

Samengevat kan besloten worden dat:

A. Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid

- 1 laboratoria (laboratorium 2) een waarde rapporteerde die meer dan 10 % (uitschieter) afweek
- 4 van de 6 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- 4 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken
- de gemiddelde afwijking met uitschieters -3,83 % en zonder uitschieters -0,55 % bedraagt.

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **12,5 %**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier laboratorium 2.

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als $2s_D$, bedraagt 0,42 m/s of 6,72% van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting laag met een standaardpitotbuis werd **geen significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0055$ kleiner

is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0300$.

B. Voor de S-pitotbuizen lage snelheid

- één enkel laboratorium (laboratorium 15) een waarde rapporteerden die meer dan 10 % afweek
- 6 van de 8 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- 3 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken
- de gemiddelde afwijking 1,45 % bedraagt
- er geen uitschieters zijn

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **12,5 %** wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier geen enkel labo.

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ bedraagt 0,63 m/s of 9,98 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting laag met een s-pitotbuis werd **geen significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0145$ kleiner is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0277$.

C. Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid

- één enkel laboratorium een waarde rapporteerde die meer dan 10 % afweek (uitschieter)
- 5 van de 6 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- 4 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken
- de gemiddelde afwijking met -1,64 % en zonder uitschieters 1,16 % bedraagt.

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **12,5 %**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Laboratorium 2 heeft een afwijking hoger dan 12,5 %.

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als $2s_D$, bedraagt 0,59 m/s of 3,56 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting hoog met een standaardpitotbuis werd **geen significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0116$ kleiner is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0159$

D. Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid

- 1 laboratorium (laboratorium 15) een waarde rapporteerde die meer dan 10 % afweek
- 6 van de 8 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- 4 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken
- de gemiddelde afwijking 1,73 % bedraagt
- er geen uitschieter is

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **12,5 %** wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier geen enkel labo.

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ bedraagt 1,70 m/s of 10,15 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting hoog met een s-pitotbuis werd **geen significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0173$ kleiner is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0281$.

4.1.5 Waterbepaling

Voor de waterbepaling werd er een waterconcentratie van 67,77 g/Nm³dr aangeboden. Het aantal deelnemers bedraagt 9. Er is één uitschieter. De gemiddelde relatieve afwijking met uitschieters bedraagt -8,87 %, zonder uitschieters -3,19 % .

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 4 laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 10%,
- 2 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%,
- voor 2 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%,

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **15 %**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier laboratoria 4, 5 en 8.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ berekend. Deze bedraagt 24,6 % relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 67,8 g/Nm³dr of 16,7 g/Nm³dr.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0319$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0870$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt bij de waterbepaling.

4.2 Stof

Voor de ringtest LABSVKL-3 "Stofweging" namen in het totaal 9 laboratoria deel.

Als drempel voor het opstellen van een actieplan wordt voor de belading van stoffilters een relatieve afwijking van 10 % voor de lage stofgehalten en 10% voor de hoge gehalten ten opzichte van de referentiewaarde genomen.

Om een schatting te maken van de **uitgebreide meetonzekerheid** werd een dekkingsfactor van 2 toegepast op de standaardafwijking tegenover de referentiewaarde s_D volgens onderstaande vergelijking en na verwerping van de uitschieters

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{n-1} \left[\sum_{i=1}^n z_i^2 - \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n z_i \right)^2 \right]} \quad [1]$$

met

- s_D de standaarddeviatie van de meetwaarden x_i t.o.v. de referentiewaarden y_i
- $z_i = (x_i - y_i)/y_i$ is het relatieve verschil tussen de koppels meetwaarden
- n is het aantal vergelijkende metingen

Naast een berekening van de totale meetonzekerheid werd eveneens voor elke parameter nagegaan of er een **significante systematische fout** optreedt. Als criterium werd hiervoor beroep gedaan op het resultaat van de vergelijking tussen de waarden van $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ [2] en $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ [3]. Wanneer $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ in absolute waarde

groter of gelijk is aan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ mag besloten worden dat er een significante systematische fout aanwezig is.

4.2.1 Lage stofconcentraties

4.2.1.1 KCl laag

Voor de belading van stoffilters met KCl (lage concentratie) werd er geen resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde.

8 laboratoria rapporteerden een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -1,37 % met uitschieters, -0,79 % zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 2,27 % relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 9,23 mg of 0,21 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0079$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0080$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

4.2.1.2 KNO₃ laag

Voor de belading van stoffilters met KNO₃ (lage concentratie) werd er één resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde

(laboratorium 13). Aan dit laboratorium wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen.

Acht laboratoria rapporteerde een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,82 % met uitschieters, -0,36 % zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 3,67 % relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 10,9 mg of 0,40 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0036$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0130$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

4.2.1.3 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ laag

Voor de belading van stoffilters met $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (lage concentratie) werd er 1 resultaten gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde. Aan dit laboratorium (laboratorium 13) wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen.

7 laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -4,13 % met uitschieters en -3,20 % zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 4,39% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 12,46 mg of 0,55 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0320$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0155$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een significante systematische fout** optreedt.

4.2.2 Hoge stofconcentraties

4.2.2.1 KCl hoog

Voor de belading van stoffilters met KCl (hoge concentratie) is er geen laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde. Er werd 1 uitschieter vastgesteld (laboratorium 10). Alle laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 1,09 % met uitschieter, 1,20 % zonder uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,46 % relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 43,59 mg of 0,20 mg.

Uit de waarden voor $\bar{z} = 0,0120$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0016$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een significante systematische fout** optreedt.

4.2.2.2 KNO₃ hoog

Voor de belading van stoffilters met KNO₃ (hoge concentratie) is er geen laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde. Er werden geen uitschieters vastgesteld. Alle laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5% . De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -0,76 %.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,99% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 70,58 mg of 0,70 mg.

Uit de waarden voor $\bar{z} = 0,0076$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0033$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een significante systematische fout** optreedt.

4.2.2.3 (NH₄)₂SO₄ hoog

Voor de belading van stoffilters met (NH₄)₂SO₄ (hoge concentratie) is er één laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde. Aan dit laboratorium (laboratorium 2) wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. 7 laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5% . De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -3,62 % .

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 7,70% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 95,49 mg of 7,35 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0362$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0257$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een significante systematische fout** optreedt.

4.2.3 Blanco's

Bij elke set filters werd 1 filter met UPW beladen en bleef 1 filter onaangeroerd. Deze beide filters fungeren als blanco's.

Er is geen enkel deelnemend laboratorium dat een waarde > 1 mg rapporteerde voor deze blanco's.

4.2.4 Besluit stofbelading

De overall gemiddelde afwijking voor de lage stofbeladingen bedraagt -1,56%; voor de hoge stofbeladingen bedraagt dit -1,10 %.

Omwille van het overschrijden van de grens van respectievelijk 10 % (lage concentraties) en 10 % (hoge concentraties) afwijking ten opzichte van de aanmaakwaarde wordt van de laboratoria 2 en 13 verwacht dat ze een actieplan opstellen.

4.3 Totaal koolwaterstoffen

Tien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. In totaal werden dertien stappen aangeboden van ongeveer telkens 10 minuten.

Elk laboratorium dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 15 % t.o.v. de referentiewaarde voor de stappen 1, 2, 3 en 13 dient een actieplan op te stellen. Van de laboratoria 12, 13 en 16 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

Voor de beoordeling van de RRF waarden is gebruik gemaakt van de criteria weergegeven in de Europese normen EN 12619 (ref. 2) en EN 13526 (ref. 3) (voor beide normen is dit in Tabel 1: Minimum performance requirements of FIDs). Dit resulteert in de volgende bereiken voor:

- aceton: 0,7 – 1,0 volgens EN 13526 ketones
- chloroform: 0,7 – 1,2 is het verbrede bereik van methyleenchloride op basis van EN 12619
- toluen: 0,8 – 1,1 volgens EN13526 aromatic hydrocarbons

Een aantal laboratoria wijken voor twee of meer stappen meer dan 0,1 af van de aangegeven ranges van RRF conform de hoger vermelde normen. Het betreft hier laboratoria 2, 12 en 16 voor chloroform en de laboratoria 2 en 4 voor aceton.

4.4 Anorganische rookgassen

Twaalf laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest anorganische rookgassen.

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-atmosferen ter bemonstering aangeboden. Alle negen deze atmosferen bevatten rookgassen met constante concentraties. Van deze negen waren er vier 'kalibratiestappen' met één component in droge N₂ of lucht (< 0,8 vol% vocht absoluut); 1 kalibratiestap (SO₂) bevatte een sterk bevochtigd dragergas en drie stappen bevatte meerdere componenten waarvan één stap meerdere componenten bevatte in een sterk bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,8 vol% absoluut).

De laboratoria die een relatieve afwijking rapporteerden van 10 % of meer (0,2 vol % absoluut voor O₂) voor de stappen 2, 8 en 9 of 20 % of meer (0,3 vol% voor O₂) voor de andere stappen dienen een actieplan op te stellen. Het betreft hier de laboratoria 1, 4, 5, 9, 10, 12, 13 en 16.

4.5 Gasvormig waterstofchloride

Twaalf laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstofchloride. Bij de ringtest werden drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-50 mg/Nm³. In onderstaande tabel 4 worden de referentie-waarden weergegeven.

Tabel 4: Referentie concentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in

	concentratie
Stap 1	31,5 mg/Nm ³
Stap 2	1,19 mg/Nm ³
Stap 3	7,1 mg/Nm ³

4.5.1 Bespreking

Als drempel voor het opstellen van een actieplan voor de bemonstering en analyse van gasvormig HCl wordt voor de 3 stappen een afwijking van 20 % ten opzichte van de referentiewaarde genomen.

4.5.2 Stap 1

In stap 1 werd een referentiewaarde van 31,47 mg/Nm³ HCl aangeboden. Acht laboratoria rapporteren voor deze stap een concentratie die minder dan 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde; 4 laboratoria (laboratoria 2, 4, 11 en 16) wijken meer dan 20 % af van de referentiewaarde.

4.5.3 Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 1,19 mg/Nm³ HCl aangeboden. Zeven laboratoria rapporteren voor deze stap een concentratie die minder dan 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde; 4 laboratoria (laboratoria 2, 8, 10 en 15) wijken meer dan 20 % af van de referentiewaarde. Eén laboratorium (laboratorium 16) rapporteerde een "<-waarde".

4.5.4 Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde van 7,05 mg/Nm³ HCl aangeboden. Negen laboratoria geven voor deze stap een concentratie die minder dan of 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde; 2 laboratoria (laboratoria 2 en 15) wijkt meer dan 20 % af van de referentiewaarde. Eén laboratorium (laboratorium 16) rapporteerde een "<-waarde".

4.5.5 Besluit HCl

Over de resultaten van de ringtest kunnen volgende besluiten getrokken worden:

- op de in totaal 36 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (3 stappen, 12 laboratoria per stap) zijn er 25 die 20 % of minder afwijken ten opzichte van de referentiewaarde;
- 20 van de 36 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- er zijn 5 laboratoria waarvan de resultaten voor de 3 stappen 20 % of minder verschillen van de referentiewaarde;
- Er is 1 laboratorium dat twee "<-waarden" rapporteert.
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden (zonder uitschieters) t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk -2,96%, -0,36 en -3,97 % voor de stappen 1, 2 en 3
- van volgende laboratoria wordt verwacht dat zij een actieplan opstellen, omdat zij voor één of meerdere stappen een afwijking van meer dan 20 % t.o.v. de referentiewaarde vertonen: laboratoria 2, 4, 8, 10, 11, 15, 16

DEEL 2: RESULTATEN PER LABORATORIUM VOOR DE RINGTESTEN LABSVKL2009-4, LABSVKL2009-5 EN LABSVKL2009-6

zie bijgevoegde file 'LABSVKL2009-4Deel2.xls'
zie bijgevoegde file 'LABSVKL2009-5Deel2.xls'
zie bijgevoegde file 'LABSVKL2009-6Deel2.xls'

DEEL 3: RESULTATEN PER PARAMETER VOOR DE RINGTESTEN LABSVKL2009-4, LABSVKL2009-5 EN LABSVKL2009-6

zie bijgevoegde file 'LABSVKL2009-4Deel3.xls'
zie bijgevoegde file 'LABSVKL2009-5Deel3.xls'
zie bijgevoegde file 'LABSVKL2009-6Deel3.xls'

DEEL 4: RESULTATEN PER LABORATORIUM EN PER PARAMETER VOOR LABSVKL2009-2 EN LABSVKL2009-3

zie bijgevoegde file 'LABSVKL2009-2,3Deel4.xls'

DEEL 5: METHODES PER LABORATORIUM

zie bijgevoegde file 'LABSVKL2009Deel5.xls'

Referenties :

- (1): Development and performance characteristics of a capillary dosage unit with in situ weight sensor for the preparation of known amounts of gaseous VOC's in air.
E. Goelen, M. Lambrechts, F. Geyskens and T. Rymen, Intern. J. Environ. Anal. Chem., Vol 47, pp 217-225, 1992
- (2): EN 12619: Stationary source emissions – determination of the mass concentration of total gaseous organic carbon at low concentrations in flue gases – continuous flame ionisation detector method.
- (3): EN 13526: Stationary source emissions – determination of the mass concentration of total gaseous organic carbon at high concentrations in flue gases – continuous flame ionisation detector method

Bijlage 1: Uitnodiging

datum
13.03.2009

Ringtesten VKL 2009

Geachte heer, mevrouw

Hierbij nodigen we uw laboratorium uit om deel te nemen aan de derdelijns kwaliteitscontrole Lucht die door VITO jaarlijks wordt georganiseerd.

De ringtesten voor de leden van VKL zullen dit jaar plaatsvinden op **dinsdag 28 en woensdag 29 april 2009**. Volgend programma wordt aangeboden:

Dinsdag 28 april	<ul style="list-style-type: none">• bepaling van gasvormig HCl (VKL 2009-6)• identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies (VKL 2009-1)• bepaling van de fysische parameters in emissies (VKL 2009-2)• stofweging (VKL 2009-3)
woensdag 29 april	<ul style="list-style-type: none">• bepaling van de fysische parameters in emissies (VKL 2009-2)• stofweging (VKL 2009-3)• continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (VKL 2009-4)• bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (VKL 2009-5)

De ringtest voor de bepaling van fysische parameters wordt gespreid over 2 opeenvolgende dagen. Nochtans wordt er gevraagd aan de laboratoria die niet deelnemen aan VKL 2009-1 en VKL 2009-6 om VKL 2009-2 af te werken op woensdag 29 april. Aan de laboratoria die deelnemen aan VKL 2009-1 en/of VKL 2009-6 wordt gevraagd om bij voorkeur de testen van VKL 2009-2 uit te voeren op dinsdag 28 april. In bijlage vindt u de praktische informatie over de verschillende ringtesten.

Gelieve voor **3 april 2009** een bevestiging van deelname via e-mail reply te bezorgen op bart.baeyens@vito.be, met vermelding van de ringtesten waaraan u wil deelnemen. **Deze vermelding dient te gebeuren op het bijgevoegde inschrijvingsformulier dat u in bijlage van uw e-mail reply dient mee te sturen.**

Hopende op Uw actieve medewerking, verblijven wij,

Hoogachtend,
Voor VITO – Milieumetingen

R. De Fré

E. Goelen

H. Van den Broeck

BIJLAGE

Hieronder vindt u welke ringtesten in welk gebouw op VITO gebeuren.

gebouw Prodem (PRD)	<ul style="list-style-type: none">• identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies (VKL 2009-1)• continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (VKL 2009-4)• bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (VKL 2009-5)
gebouw Luchtanalyse n (LAN)	<ul style="list-style-type: none">• bepaling van de fysische parameters in emissies (VKL 2009-2)• stofweging (VKL 2009-3)• bepaling van gasvormig HCl (VKL 2009-6)

Een routeplan naar Vito kan u op de website (<http://www.vito.be/>) vinden.

De invulbladen voor zowel de resultaten als de gebruikte meetmethodes kan u in de bijgevoegde Excel-formulieren terugvinden.

Belangrijke opmerking ivm het invullen van het resultatenformulier:

Zoals vorige jaren wordt gevraagd om voor de ringtesten VKL 2009-2, VKL 2009-4 en VKL 2009-5 de resultaten op de dag van de ringtest af te geven. Hiervoor zullen in de gebouwen LAN en Prodem de nodige "post"bussen voorzien worden waar u de resultaten kan deponeren. Nochtans wordt gevraagd deze resultaten eveneens, ook indien er geen wijzigingen zijn, elektronisch door te sturen samen met de resultaten van de overige ringtesten (ringtesten VKL 2009-1, VKL 2009-3 en VKL 2009-6) en dit op het email adres bart.baeyens@vito.be. De maximale termijn voor het elektronisch doorsturen bedraagt 1 maand.

VKL 2009-1

Tijdens de ringtest **identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies** (dinsdag 28 april van 14u00-14u30) wordt een afgas aangeboden met organische componenten op emissieniveau in een glazen distributieleiding die voorzien is van de nodige staalnamepunten. De verbinding met de leiding dient door de laboratoria zelf gerealiseerd te worden. Dit gebeurt d.m.v. een vrouwelijk stuk (Rotulex 19/9) met een bevestigingsklem (690-23) en een dichting (690-03). Indien de deelnemer niet beschikt over dergelijke koppeling wordt deze voorzien door VITO.

Uit onderstaande lijst van componenten uit parameterpakket 12 wordt er een selectie gemaakt van een aantal componenten die dienen geïdentificeerd en gekwantificeerd te worden.

De concentraties van de componenten zijn constant. In het aangeboden afgas komt geen vocht voor. Een component wordt beschouwd als zijnde aanwezig indien de concentratie groter is dan 0,1 maal de algemene emissiegrenswaarde (cfr. bijlage 4.4.2. van Vlarems titel II).

De bemonsteringsperiode is beperkt tot 30 minuten, waarbij ieder laboratorium verplicht is om gedurende heel deze periode te bemonsteren. Bij de uitnodiging vindt u ook een invulformulier waarbij dient aangegeven te worden op welk adsorbens er wordt bemonsterd en met welk solvent gedesorbeerd wordt. Gelieve dit reeds in te vullen op het excell- invulformulier en bij de bevestiging voor deze ringtest via e-mail reply bij te voegen. Bedoeling is uiteraard om dezelfde methodes te gebruiken dan tijdens veldmetingen, hierop zal verder toegezien worden tijdens audits. Voor **elke methode** mogen er **maximaal 2** stalen bemonsterd worden, dus voor drie methodes

mogen er 6 stalen genomen worden, allemaal simultaan in die periode van 30 minuten.

De resultaten dienen ons uiterlijk 1 maand na de ringtest te bereiken.

Voor bijkomende inlichtingen kan u contact opnemen met Frederick Maes (tel. 014/336961).

Componenten uit basis parameterpakket 12

1. aromatische koolwaterstoffen

benzeen
isopropenylbenzeen (alfa-methylstyreen)
isopropylbenzeen (cumeen)
styreen
tolueen
trimethylbenzeen (som van 1,2,3-tmb; 1,2,4-tmb en 1,3,5-tmb)
xyleen (som van o-xyleen, m-xyleen en p-xyleen)
chloorbenzeen
ethylbenzeen

2. alifatische halogeenkoolwaterstoffen

tetrachloorethyleen
1,1,2-trichloorethaan
1,1,1-trichloorethaan
tetrachloormethaan
1,2-dibroomethaan
trichloorethyleen
trichloormethaan
1,2-dichloorethaan
dichloormethaan
2-chloorpropaan
1,1-dichlooretheen

3. esters

methylacetaat
vinylacetaat
butylacetaat (som van iso-butylacetaat, n-butylacetaat en t-butylacetaat)
ethylacetaat
methylacrylaat
ethylacrylaat

4. ketonen

cyclohexanon
2,6-dimethylheptaan-4-on
methylcyclohexanon
aceton
2-butanon
4-methyl-2-pentanon

VKL 2009-2

De ringtest voor de parameters **temperatuur, druk, volume en watergehalte** zal doorgaan zowel op 28 als op 29 april 2009 van 8.00 tot 18.00 uur. Van de erkende laboratoria wordt verwacht dat zij de volgende metingen uitvoeren:

- Bepaling van een rookgastemperatuur gelegen in de range van 50 tot 200°C. Voor deze bepaling wordt een periode van 10 minuten voorzien. Speciale

voorzieningen inzake aansluiting van de meetapparatuur zijn niet van toepassing. De temperatuursensor mag op een pitotbuis gemonteerd zijn. Combinaties op stofsonde met in-stack filterhuis zijn niet mogelijk tenzij het filterhuis verwijderd wordt.

- Twee snelheidsmetingen met gassnelheden in de orde van grootte van 4 m/s tot 20 m/s. Hierbij dient rekening gehouden te worden met een doorsnede van de meetopening van ± 4 cm. De duur van de meting wordt geschat op tweemaal 10 minuten. Laboratoria die over meerdere meetwagens beschikken moeten met evenveel pitotsondes deelnemen. Laboratoria die zowel standaard- als s-pitotbuizen gebruiken, moeten van allebei een exemplaar meebrengen. Het totaal aantal pitot-buizen wordt beperkt tot 3
- Bepaling van een volume in de orde van grootte van 100 l. Hiervoor moet door de deelnemers de mogelijkheid voorzien worden om de meetapparatuur te koppelen aan een slangenpilaar met een uitwendige diameter van 6 mm (bv siliconendarm met een inwendige diameter van 6 mm). Voor deze proef wordt een totaalduur van 20 minuten per deelnemer voorzien.
- Eén waterbepaling waarbij gedurende 1 uur een constant watergehalte gegenereerd wordt gelegen in een range van 5 tot 15%. De duur van de individuele bemonstering mag binnen deze periode door het desbetreffende laboratorium zelf bepaald worden, maar dient conform de norm EN 14790 minimaal 30 min. te bedragen. De aansluiting van de meetapparatuur op de leiding gebeurt via een koppeling type GL18. Indien de deelnemer niet beschikt over dergelijke koppeling wordt deze voorzien door VITO.

Bij de verschillende testen dienen de deelnemers gebruik te maken van de operationele meetapparatuur die zij op locatie toepassen (geen referentie- of kalibratietoestellen). Voor de volumetest wordt hierbij verwezen naar een operationele opstelling die gebruikt wordt voor de natchemische bemonstering van HCl, SO₂ e.d., **met twee wasflessen met water** als eerste element van de trein. Met de laboratoria die geen erkenning voor natchemische proeven bezitten wordt individueel een alternatieve opstelling afgesproken.

De ringtesten voor fysische parameters gaan gedurende de hele dag door van 08.00 tot 18.00 uur met, met uitzondering voor de bepaling van het watergehalte, één deelnemer tegelijk per test. Ze wordt simultaan georganiseerd met de andere ringtesten.

De verschillende metingen kunnen in principe door één persoon worden uitgevoerd en gaan door in het gebouw LAN.

We willen u op voorhand al verwittigen dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden.

Bij het opstellen van een tijdsschema voor de ringtest "fysische parameters" is het noodzakelijk dat de deelnemende laboratoria die niet in de mogelijkheid zijn de verschillende ringtesten gelijktijdig af te werken Vito hiervan op de hoogte brengen.

Voor bijkomende inlichtingen kan u contact opnemen met Gert Otten (tel. 014/335351).

VKL 2009-3

Voor de ringtest **stofweging** wordt voorzien dat elk laboratorium wegingen uitvoert op één of twee sets van 5 filters (tweede set is specifiek voor lage stofgehalten en is verplicht indien het laboratorium erkend is voor pakket 3 en/of pakket 5) De

weegprocedure zoals die beschreven wordt in de NBN EN 13284-1 dient gevolgd te worden.

Een gedetailleerde beschrijving van de gevolgde methode (conditionering en weging) en de gevolgde norm worden (door u) toegevoegd op het invulformulier.

De ringtest stofweging is opgesplitst in twee fasen:

- In een eerste fase worden door uzelf de filters voorbehandeld en gewogen. De filters worden meegebracht op de dag van de ringtesten zelf en worden bezorgd aan Gert Otten (gebouw LAN). Mogen wij u hierbij vragen om de filters en de eventuele verpakking op een gepaste wijze te identificeren. De filterbelading wordt voorzien op de dagen van de ringtesten zelf en de filters worden op deze dagen terug bezorgd aan deze laboratoria.

Voor bijkomende inlichtingen kan u contact opnemen met Gert Otten (tel. 014/335351).

VKL 2009-4

Tijdens de ringtest voor de **continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren** (woensdag 29 april 10u00-12u00) bevindt het testgas zich in een glazen distributieleiding die voorzien is van de nodige staalnamepunten. De verbinding van de totaal koolwaterstofmonitor met de leiding dient door de laboratoria zelf gerealiseerd te worden. Dit gebeurt d.m.v. een vrouwelijk stuk (Rotulex 19/9) met een bevestigingsklem (690-23) en een dichting (690-03). Indien de deelnemer niet beschikt over dergelijke koppeling wordt deze voorzien door VITO.

Tijdens deze ringtest worden er dertien afgassen ter bemonstering aangeboden. In elk afgas dient het totaal koolwaterstofgehalte bepaald te worden. De emissies verschillen in samenstelling (organische componenten), concentratie en zuurstofgehalte. De aangeboden afgassen zijn droog. De concentraties van de organische componenten in de verschillende emissies variëren van 10 tot 150 mgC/Nm³.

Voor en na de ringtest bevindt zich nulgas (N₂) in de distributieleiding. De totaal koolwaterstofmonitoren dienen met eigen ijkgasen gekalibreerd te worden.

VITO vraagt om de **totaal koolwaterstofmonitoren in het laboratorium op te stellen**. Bij de meting van organische koolwaterstoffen dient de lengte van de aanzuigleiding immers zo kort mogelijk gehouden worden.

In het gebouw Prodem is er een lift aanwezig die kan gebruikt worden om de totaal koolwaterstofmonitoren naar de tweede verdieping te transporteren.

Voor bijkomende inlichtingen kan u contact opnemen met Frederick Maes (tel. 014/336961).

We willen u op voorhand al verwittigen dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden.

VKL 2009-5

Bij de ringtest voor de continue meting van **anorganische rookgassen** (woensdag 29 april van 13u30 tot 16u00 in gebouw Prodem) zullen er 9 stappen ter bemonstering worden aangeboden, al of niet in aanwezigheid van vocht. De laboratoria dienen dan ook de nodige maatregelen te treffen om condensatie in de aanzuigleiding te vermijden. We vragen om aanzuigleidingen van minimaal 30 m te gebruiken (laboratorium ligt op de tweede verdieping).

In alle stappen (duurtijd: 15 minuten) zijn de concentraties van de rookgassen constant.

De concentraties van de aangeboden rookgassen situeren zich op volgende niveaus

- CO : 0-100 ppm
- SO₂ : 0-100 ppm
- NO : 0-100 ppm

De concentraties van de andere rookgassen situeren zich tussen :

- NO₂ : 0 en 20 ppm
- CO₂ : 0 en 20 vol%
- H₂O : 0 en 10 vol% absoluut
- O₂ : 0 en 25 vol %

De verbinding van de meetapparatuur met de distributieleiding (staalnamepunten met isodraad GL 18) dient door de laboratoria zelf gerealiseerd te worden. Hiervoor dienen zij te beschikken over een holle schroefdop voor schroefdraad GL 18 + bijhorende dichtingsring:

diam. uitw. x inw.	voor buis uitw.
Φ mm	Φ mm
16 x 6	5.5 tot 6.5
16 x 8	7.5 tot 9.0
16 x 10	9.0 tot 11.0

Indien de deelnemer niet beschikt over dergelijke koppeling wordt deze voorzien door VITO.

Zoals de vorige keer zal de voeding van ALLE meetwagens moeten voldoen aan artikel 97 van het A.R.E.I.. Hou er rekening mee dat laboratoria die niet in regel zijn, niet mogen deelnemen aan de ringtest.

We willen u op voorhand al verwittigen dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden.

Voor verdere informatie kan u terecht bij Dhr. F. Maes (tel nr. 014/336961).

VKL 2009-6

Bij de ringtest voor gasvormig HCl (dinsdag 28 april van 10u00-12u00) worden in het totaal drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 0-50 mg/Nm³.

Deze metingen kunnen in principe door één persoon worden uitgevoerd. Als bemonsteringsapparatuur moet gebruik gemaakt worden van een operationele opstelling die normaal bij metingen in het veld gebruikt wordt. Sonde en stoffilter zijn evenwel niet vereist. Water kan zich wel in het afgas bevinden.

De koppeling voor de aansluiting op de ringleiding wordt door VITO voorzien. Het laboratorium moet enkel de aanzuigleiding voorzien (aanzuigleiding van 6 mm buitendiameter).

De ringtest wordt aangeboden in gebouw LAN.

Voor eventuele vragen kan u terecht bij Gert Otten (tel nr. 014/335351).

Bijlage 2: Lijst van de deelnemende laboratoria

Corus Environmental Management
Postbus 10000,
1970 CA IJmuiden

Kema
Utrechtseweg 310,
6812 AR Arnhem

Provincie Noord Brabant
Brabantlaan 1
5216 TV 's-Hertogenbosch

Royal Haskoning
Chopinlaan 12
9722 KE Groningen

Buro Blauw BV
Nude 54 a
6702 DN Wageningen

Bureau Veritas
Terminalweg 45
3821 AJ Amersfoort

Tauw
Handelskade 11
7400 AC Deventer

Provincie Gelderland
Markt 9, PO Box 9090
6800 GX Arnhem

Intertek Polychemlab BV
Koolwaterstofstraat 1
6160 AP Geleen

Provincie Zeeland
Het Groenewoud1
4330 AD Middelburg

Pro Monitoring BV
Mercuriusweg 37
3771 NC Barneveld

SGS Nederland BV
Leemansweg 51
6827 BX Arnhem

PRA Odournet BV
Singel 97

1012 VG Amsterdam

Stichting Technisch Centrum voor de Keramische Industrie (TCKI)
Florijnweg 6
6883 JP Velp

DOW Eco chem lab
H.H. Dowweg 5
4542 Hoek

BIEM
Samuel Morsestraat 4
7442 DH Nijverdal

Bijlage 3: Prestatiekenmerken VKL Ringonderzoeken

Prestatiekenmerken

Voorgesteld wordt om de onderstaande criteria voor de Nederlandse bedrijven toe te passen.

VOS:	20% van de referentiewaarde
Stoffilters:	10% van de referentiewaarde
Temperatuur	maximaal 2,7 °C afwijking
Volume	maximaal 8% afwijking
Snelheid	maximaal 12,5%
Vocht	maximaal 15% afwijking
Continue meting	maximaal 20% van de referentiewaarde bij normale stappen (meerdere componenten worden aangeboden) maximaal 10% van de referentiewaarde bij de kalibratiestap (één component wordt aangeboden)
Zuurstof	maximaal 0,3 vol% absoluut van de referentiewaarde bij normale stappen (meerdere componenten worden aangeboden) maximaal 0,2 vol% absoluut van de referentiewaarde bij de kalibratiestap (één component wordt aangeboden)
FID	maximaal 15% van de referentiewaarde