

EINDRAPPORT

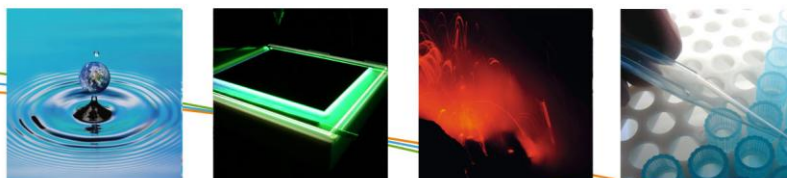
# Derdelijnscontrole Lucht georganiseerd in opdracht van de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen VKL uit Nederland

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

B. Baeyens, E. Damen, G. Lenaers, F. Maes, W. Swaans, G. Otten

2011/MRG/R/277

November 2011





## **SAMENVATTING**

Op dinsdag 18 en woensdag 19 mei 2011 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.

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

Tenslotte nam ook één kandidaat erkend Vlaams labo deel aan twee pakketten van deze derdelijnscontrole.

Voor de beoordeling van de meetlaboratoria worden in dit rapport de criteria (prestatiekenmerken, zie bijlage 4 van het rapport) genomen die door de VKL aan VITO werden bezorgd.

In dit rapport worden de Nederlandse deelnemers beoordeeld volgens de "Nederlandse criteria". Op basis van de beoordeling worden desgevallend corrigerende actieplannen opgevraagd. In een apart schrijven worden de in Vlaanderen kandidaat erkende labo's, indien relevant aangepaste criteria en de vraag naar actieplannen gecommuniceerd.

Volgende vijf parameterpakketten werden bij de ringtest aangeboden.

1. LABSVKL2011-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2011-3: stofweging
3. LABSVKL2011-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
4. LABSVKL2011-5: de continue meting van anorganische rookgassen
5. LABSVKL2011-6: de bepaling van gasvormig waterstofchloride

De aangeboden concentraties binnen de verschillende pakketten liggen op emissieniveau.

Er wordt verder bij de selectie van de verschillende stappen rekening gehouden met in de praktijk voorkomende matrices en de veranderende wetgeving en normering.

### **LABSVKL2011-2 Parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte**

De ringtest voor de bepaling van temperatuur, druk, volume en watergehalte werd doorlopend gehouden in gebouw LAN op 18 en 19 mei. In totaal namen 8 laboratoria deel aan de ringtest.

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 niveaus (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 4 actieplannen opgevraagd: Geen voor volume, geen voor temperatuur, 3 voor de snelheidsmeting (laboratoria 2, 8 en 14) en 1 voor de waterbepaling (laboratorium 14)

### **LABSVKL2011-3 Stofweging**

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

Elk laboratorium dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 10 % voor de lage of de hoge gehalten dient een actieplan op te stellen. Geen enkel laboratorium dient een actieplan op te stellen.

### **LABSVKL2011-4 Totaal koolwaterstoffen**

Tien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. De ringtest werd gehouden op 19 mei van 10u00 uur tot 12u00 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. Laboratorium 10 dient een actieplan op te stellen.

Voor de beoordeling van de relatieve responsfactoren (RRF) is gebruik gemaakt van de criteria weergegeven in de Europese normen.

Praktisch moet elk erkend of kandidaat erkend labo dat per component voor 2 of meer stappen meer dan 0,1 afwijkt van de uiterste waarden vermeld in de normen een actieplan opstellen.

Geen enkel laboratorium dient een actieplan op te stellen.

### **LABSVKL2011-5 Ringtest anorganische rookgassen**

Negen laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest anorganische rookgassen.

De ringtest werd gehouden op 19 mei van 13u30 uur tot 16u00 in gebouw Prodem

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-rookgassen ter bemonstering aangeboden. De negen mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen stappen waren er drie 'kalibratiestappen' met één component in droge N<sub>2</sub> of lucht (< 0,4 vol% vocht absoluut); 1 kalibratiestap (SO<sub>2</sub>) bevatte een bevochtigd dragergas en vijf stappen bevatten meerdere componenten waarvan twee stappen meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas.

Voor de stappen 7, 8 en 9 werd aan de deelnemende labo's de mogelijkheid geboden om een natchemische bemonstering uit te voeren voor de SO<sub>2</sub> bepaling. Zeven laboratoria hebben hieraan deelgenomen. Deze resultaten worden op dezelfde manier verwerkt en beoordeeld.

De toegepaste criteria zijn gebaseerd op de formules van de maximale toelaatbare reproduceerbaarheid SR opgegeven in de EN-normen voor CO, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> en O<sub>2</sub> en op de onzekerheid SV<sub>ito</sub> op de VITO-referentiewaarde.

Volgende methodiek wordt gehanteerd om het criterium voor alle stappen te berekenen.

- Per stap is SR berekend conform de formules uit de referentienorm
- Vervolgens is SR<sub>tot</sub> bepaald vanuit SR en SV<sub>ito</sub>
- Op basis van SR<sub>tot</sub> is het betrouwbaarheidsinterval berekend (CI)
- Het bereik waarin de meetwaarde van de meetinstantie moet liggen is gelijk aan de VITO-waarde - en + CI

- In paragraaf "4.5 Anorganische rookgassen" worden de grenzen waarbinnen de meetresultaten dienen te liggen voor elke parameter in elke stap gegeven.

Voor CO<sub>2</sub> geldt een criterium van 20%.

Volgende laboratoria liggen voor 1 of meer stappen niet binnen de berekende intervallen: 1, 3, 13 en 14. Deze laboratoria dienen een corrigerend actieplan op te stellen.

### **LABSVKL 2011-6 Ringtest gasvormig waterstofchloride**

Negen 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 1-100 mg/Nm<sup>3</sup>. Een labo dat voor de stappen 2 en 3 een resultaat heeft met een afwijking van meer dan 20 % t.o.v. de referentiewaarde dient een actieplan op te stellen. Er moeten geen actieplannen opgesteld worden.

**INHOUD**

<b>Samenvatting</b>	<b>III</b>
<b>Inhoud</b>	<b>VII</b>
<b>Lijst van tabellen</b>	<b>IX</b>
<b>Lijst van figuren</b>	<b>X</b>
<b>HOOFDSTUK 1 SITUERING VAN DE LABSVKL-RINGTEST</b>	<b>1</b>
<b>HOOFDSTUK 2 AANMAAK REFERENTIE</b>	<b>2</b>
2.1 LABSVKL 2011-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	2
2.1.1 Temperatuur	2
2.1.2 Volume	3
2.1.3 Gassnelheid	3
2.1.4 Watergehalte	4
2.2 LABSVKL 2011-3 Stof belading	5
2.2.1 Validatie	5
2.2.2 Ringtest stofweging	6
2.3 LABSVKL 2011-4 Totaal koolwaterstoffen	7
2.3.1 Inleiding	7
2.3.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas	7
2.4 LABSVKL 2011-5 Anorganische rookgassen	8
2.4.1 Inleiding	8
2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren testgas	8
2.5 LABSVKL 2011-6 Gasvormig HCl	9
<b>HOOFDSTUK 3 STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN</b>	<b>10</b>
3.1 Ringtesten LABSVKL2011-1, LABSVKL2011-4, LABSVKL2011-5 en LABSVKL2011-6	10
3.1.1 Ringtesten LABSVKL2011-2 en LABSVKL2011-3	10
<b>HOOFDSTUK 4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN</b>	<b>12</b>
4.1 Fysische parameters	12
4.1.1 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	12
4.1.2 Volumebepaling	13
4.1.3 Temperatuur	13
4.1.4 Snelheidsmeting	14
4.1.5 Waterbepaling	16
4.2 Stof	16
4.2.1 Lage stofconcentraties	17
4.2.2 KCl laag	17
4.2.3 KNO <sub>3</sub> laag	17
4.2.4 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> laag	18
4.2.5 Hoge stofconcentraties	18
4.2.6 KCl hoog	18

4.2.7	KNO <sub>3</sub> hoog	18
4.2.8	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> hoog	19
4.2.9	Blanco's	19
4.2.10	Besluit stofbelading	19
4.3	Totaal koolwaterstoffen	19
4.4	Anorganische rookgassen	20
4.5	Gasvormig waterstofchloride	22
4.5.1	Bespreking	22
4.5.2	Stap 1	22
4.5.3	Stap 2	22
4.5.4	Stap 3	22
4.5.5	Besluit HCl	23
<b>Deel 2: Resultaten per laboratorium voor de ringtesten</b>		<b>25</b>
<b>LABSVKL2011-2, LABSVKL2011-3, LABSVKL2011-4, LABSVKL2011-5 en LABSVKL2011-6</b>		<b>25</b>
<b>Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten VKL2011-4, VKL2011-5 en VKL2011-6</b>		<b>25</b>
<b>Deel 4: Resultaten per parameter voor VKL2011-2 en VKL2011-3</b>		<b>25</b>
<b>Deel 5: Methodes per laboratorium</b>		<b>25</b>
<b>Referenties</b>		<b>27</b>
<b>BIJLAGEN</b>		<b>29</b>
<b>Bijlage 1: Lijst met technisch verantwoordelijken</b>		<b>29</b>
4.5.6	Bijlage 2: Uitnodiging	30
<b>1. IDENTIFICATIE</b>		<b>30</b>
1.1	Opdrachtgever	30
1.2	Opdrachtuitvoerder(s)	30
1.3	Coördinatie (PT provider)	30
<b>2. BESCHRIJVEND GEDEELTE</b>		<b>30</b>
2.1	Doelstelling	30
2.2	Contactpersoon VITO	31
2.3	Programma 2011	31
2.4	Verloop van de ringtest	33
2.5	Verwerking van de ringtestresultaten	40
2.6	Rapportering van de beoordeling naar de laboratoria	41
<b>3. INSCHRIJVINGSMODALITEITEN</b>		<b>41</b>
4.7.1	Bijlage 3: Lijst van de deelnemende Nederlandse laboratoria	47
4.7.2	Bijlage 4: Prestatiekenmerken VKL Ringonderzoeken	49



**LIJST VAN TABELLEN**

Tabel 1: Procentuele afwijking na 1, 2, 3 en 16 u droging bij een temperatuur van 160 °C .....	6
Tabel 2: Concentratie, zuurstofgehalte en aanwezige component in de distributieleiding tijdens de inter-laboratorium vergelijking .....	7
Tabel 3: Concentraties rookgassen tijdens de ringtest.....	8
Tabel 4: Uitgebreide relatieve meetonzekerheid (2s) op de gegenereerde gasconcentraties in % .....	9
Tabel 5: LABSVKL 2011-5: criteria anorganische rookgassen .....	21
Tabel 6: Referentie concentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in .....	22

**LIJST VAN FIGUREN**

Figuur 1: Schematische voorstelling van de windtunnel ..... 4  
Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels ... 5

---

## HOOFDSTUK 1      SITUERING VAN DE LABSVKL-RINGTEST

---

Op dinsdag 18 en woensdag 19 mei 2011 werd door VITO in het kader van een externe kwaliteitscontrole voor een aantal Nederlands meetlaboratoria een derdelijnscontrole "Lucht" georganiseerd en dit in opdracht de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen (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

Aan de ringtest namen naast een aantal VKL-leden, ook een aantal Nederlandse provinciale laboratoria en bedrijfslaboratoria deel (mogelijk toekomstige leden van VKL). Ook één Vlaams, kandidaat erkend labo nam deel aan een aantal pakketten van deze derdelijnscontrole.

De volgende vijf parameterpakketten werden bij de ringtest van 2011 aangeboden.

1. LABSVKL2011-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2011-3: stofweging
3. LABSVKL2011-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
4. LABSVKL2011-5: de continue meting van anorganische rookgassen
5. LABSVKL2011-6: de bepaling van gasvormig waterstofchloride

Aan de hand van overzichtstabellen en -grafieken wordt in voorliggend rapport met bijlagen de afwijking van elke individuele meting gesitueerd ten opzichte van de referentiewaarden en de meetwaarden van de andere laboratoria. Voor de beoordeling van de Nederlandse laboratoria worden in dit rapport de criteria (prestatiekenmerken) genomen die door VKL aan VITO werden bezorgd (zie bijlage 4).

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.

De verschillende ringtesten LABSVKL2011-2 t.e.m. LABSVKL2011-6 werden aangeboden in de eigen laboinfrastructuur van VITO, gelegen in de Boeretang 200 in 2400 Mol. De organisatie, de voorbereiding, de uitvoering en de uiteindelijke rapportering wordt volledig en exclusief uitgevoerd door VITO-medewerkers. In geen enkele ringtest wordt er gewerkt met onderaannemers. In bijlage 1 wordt een overzicht gegeven van de technisch verantwoordelijken en de medewerker dataverwerking.

## **2.1 LABSVKL 2011-2 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 gefluidiseerd 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  $\pm 16$  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  $90^{\circ}\text{C}$  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  $0^{\circ}\text{C}$  en  $630^{\circ}\text{C}$ .

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. 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  $70^{\circ}\text{C}$   $0,8\%$ . 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 H<sub>2</sub>O) 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 atmosfeerdruk 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 atmosfeerdruk 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.

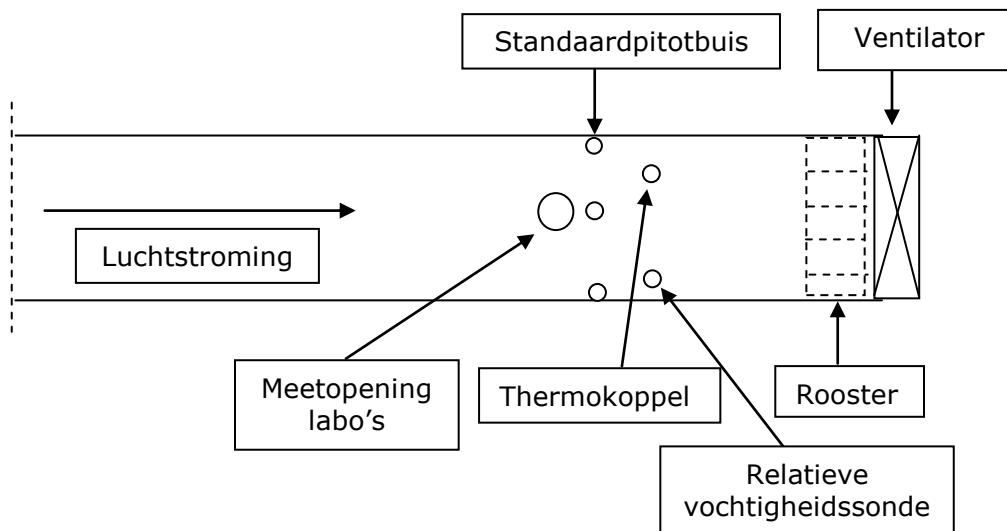
Een overzicht van de uitgevoerde validaties en de bekomen resultaten werd opgenomen in rapport 2001/MIM/R/21 "Referentiewerk "Lucht", LABS 2000-2" van maart 2001.

### 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.

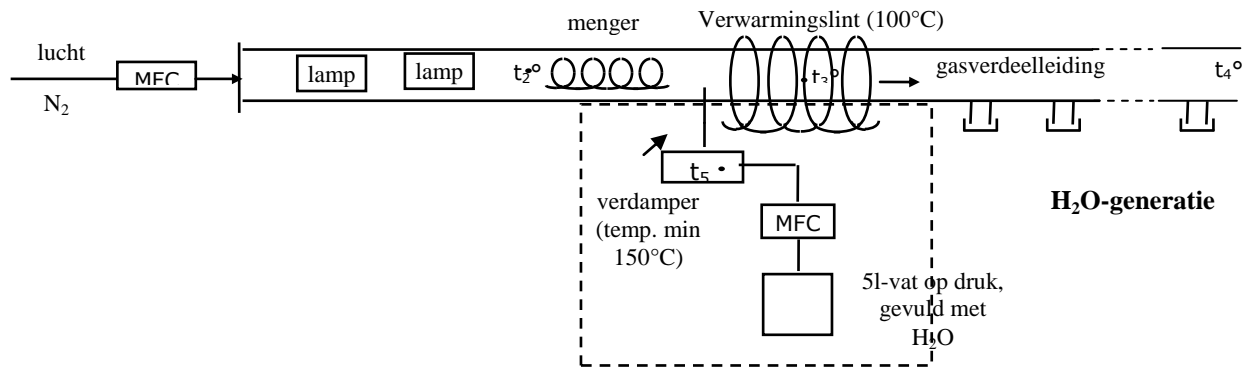
### 2.1.4 WATERGEHALTE

Het genereren van waterdamp gebeurt met een watergevuuld vat van 5 liter, een massadebietsmeter voor water (0-1000 g/h) en een verdamper (= stoompot). 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 verdamper. De geproduceerde stoom wordt na een statische menging 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 stoompot heeft een capaciteit van maximum 25 ml water per minuut. De temperatuur van de stoompot 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 vochtgehalten 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 LABSVKL 2011-3 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 2 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,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{KNO}_3$  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,  $\text{KNO}_3$  en de blanco filter (UPW) reeds na 1 uur droging, een weging worden uitgevoerd. Voor  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  kan bij een droging bij 160 °C, na 3 u een stabiele uitlezing van het gewicht worden bekomen. De filters beladen met het zout  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  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

<b>Filterdroging EN 13284-1</b>				
<b>% afw.</b>	<b>1u</b>	<b>2u</b>	<b>3u</b>	<b>16u</b>
KCl	2,0	1,6	0,8	0,7
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-1,0	-3,5	-6,1	-11,2
CuSO <sub>4</sub> .5H <sub>2</sub> O	-27,7 (1,7)*	-27,8 (1,5)*	-28,2 (0,9)*	-28,0 (1,2)*
KNO <sub>3</sub>	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 filterbelading wordt uitgevoerd in een geconditioneerde ruimte.

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, KNO<sub>3</sub>, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 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/Nm<sup>3</sup> en aan de test met de hoge gehalten van 20 tot 120 mg/Nm<sup>3</sup>.



## 2.3 LABSVKL 2011-4 Totaal koolwaterstoffen

### 2.3.1 INLEIDING

Tijdens de ringtest "Totaal Koolwaterstoffen" werden propaan, ethylacetaat, toluen en isopropanol aangeboden. De concentraties varieerden van 32,2 tot 137,7 mgC/Nm<sup>3</sup>. De proef is opgebouwd uit 13 stappen van ongeveer 10 minuten waarbij tijdens elke stap telkens 1 organische component wordt aangeboden. De stabiliteit van het referentiegas wordt 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 ethylacetaat-, toluen- en isopropanolconcentraties 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 worden berekend steunende op gegevens traceerbaar naar primaire standaarden.

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

Stap	Component	Concentratie (mgC/Nm <sup>3</sup> ) (*)	O <sub>2</sub> -gehalte (%)
1	propaan	47,9	0,0
2	propaan	32,2	20,95
3	propaan	89,3	13,4
4	ethylacetaat	84,6	20,34
5	ethylacetaat	121,6	11,8
6	ethylacetaat	65,5	0,0
7	tolueen	79,5	0,0
8	tolueen	137,7	11,9
9	tolueen	93,8	20,40
10	isopropanol	93,9	20,12
11	isopropanol	62,2	11,3
12	isopropanol	48,9	0,0
13	propaan	47,9	0,0

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

## 2.4 LABSVKL 2011-5 Anorganische rookgassen

### 2.4.1 INLEIDING

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-rookgassen ter bemonstering aangeboden. De negen mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen stappen waren er drie 'kalibratiestappen' met één component in droge N<sub>2</sub> of lucht (< 0,4 vol% vocht absoluut); 1 kalibratiestap (SO<sub>2</sub>) bevatte een bevochtigd dragergas en vijf stappen bevatten meerdere componenten waarvan twee stappen meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas.

### 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 CO<sub>2</sub> gebeurt vanuit een gasfles met een zuiver gas; SO<sub>2</sub> en NO worden 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. NO<sub>2</sub> wordt aangemaakt vanuit een gasfles die de component in een verdunde vorm bevat en de referentiewaarde wordt berekend op basis van het calibratiecertificaat.

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 SO<sub>2</sub>, CO en CO<sub>2</sub> en een NGA-XStream voor NO, NO<sub>2</sub> en O<sub>2</sub>. 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 <sup>3</sup> )					Concentratie (%)		Absoluut vochtgehalte (%) (per volume-eenheid droog gas)
	CO	SO <sub>2</sub>	NO(als NO <sub>2</sub> )	NO <sub>2</sub>	NO <sub>x</sub>	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	
1				40,32	40,32	0,39		< 0,4
2			98,92	21,28	120,20	16,16		4,6
3	84,75		175,31		175,31	5,31	3,09	< 0,4
4		45,86				6,69		< 0,4
5		46,27						4,3
6	39,40					19,73	5,82	< 0,4
7	140,07	295,60	55,54		55,54	12,44		< 0,4
8	74,44	101,26	85,38		85,38	13,64		< 0,4
9		37,70	148,26		148,26			4,5

Normaal condities zijn gerefereerd naar 273 K en 101,3 kPa, droog gas. Voor O<sub>2</sub> en CO<sub>2</sub> betreft het concentraties in volumeprocent droog gas.

Voorafgaandelijk aan de ringtesten werd de ringleiding gecontroleerd op stabiliteit en homogeniteit.

De uitgebreide generatieonzekerheid op de rookgassen werd bepaald via de GUM-methode en wordt voor de verschillende componenten weergegeven in onderstaande tabel.

Tabel 4: Uitgebreide relatieve meetonzekerheid (2s) op de gegenereerde gasconcentraties in %

Stap	CO	SO <sub>2</sub>	NO	NO <sub>2</sub>	NOx	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>
1				2,4	2,4	5,1	
2			2,4	2,4	2,0	1,1	
3	2,3		2,4		2,4	3,5	2,3
4		2,4				3,2	
5		2,4					
6	2,3					0,4	2,3
7	2,4	2,4	2,4		2,4	1,9	
8	2,3	2,4	2,4		2,4	1,6	
9		2,4	2,4		2,4		

## 2.5 LABSVKL 2011-6 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 1-300 mg/Nm<sup>3</sup>.

Een verdunde HCl-oplossing ( $\pm 0,25$  g HCl/l,  $\pm 3$  g HCl/l of  $\pm 20$  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<sub>2</sub>-gasstroom van  $\pm 160$  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 31,1% HCl-stockoplossing.

De verschillende oplossingen werden ter controle met ionchromatografie geanalyseerd.

---

## HOOFDSTUK 3      STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN

---

### 3.1 RINGTESTEN LABSVKL2011-1, LABSVKL2011-4, LABSVKL2011-5 EN LABSVKL2011-6

Voor de ringtesten LABSVKL2011-4, LABSVKL2011-5 en LABSVKL2011-6 worden de gemiddelden, de robuuste standaarddeviaties, de relatieve robuuste standaarddeviaties (RSD%) en de z-scores berekend en weergegeven in deel 2 en deel 3 van dit rapport. De statistische verwerking van de resultaten is gebaseerd op de norm ISO 13528.

In deel 2 (Resultaten per deelnemer) wordt voor elk deelnemend labo een overzicht gegeven van de resultaten van alle ringtesten waaraan het labo in 2011 deelnam. De resultaten van het labo worden getoetst aan de referentiewaarden en vergeleken ten opzichte van de resultaten van de andere labo's.

Bij een z-score > 2 werd (puur informatief) een \* geplaatst.  
Bij een z-score > 3 werd (puur informatief) een \*\* geplaatst.

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

#### 3.1.1 RINGTESTEN LABSVKL2011-2 EN LABSVKL2011-3

In deel 2 (Resultaten per deelnemer) worden de resultaten van elke deelnemer getoetst aan de referentiewaarden.

In deel 4 worden de afwijkingen van alle labo's 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.

## HOOFDSTUK 4      BESPREKING VAN DE RESULTATEN

### 4.1 Fysische parameters

#### 4.1.1 FYSISCHE PARAMETERS VOLUME, TEMPERATUUR, SNELHEID EN WATERDAMPGEHALTE

Voor de ringtest LABSVKL2011-2 "Fysische parameters" namen in het totaal 8 laboratoria deel.

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 8.

De aangezogen volumes bij de bepaling van deze parameter waren gelegen tussen 28,96 Nldr en 103,08 Nldr. Er werden geen uitschieters berekend met behulp van de Grubbstest. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,79%.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- Alle 8 laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 5%
- voor 6 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%

Geen enkel laboratorium rapporteerde een relatieve afwijking van meer dan **8 %**. Er moeten geen corrigerende actieplannen opgesteld worden.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters de wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt **4,94 % relatief** op een gemiddelde referentiewaarde van 75,35 Nldr of 3,72Nldr.

Uit de waarden voor  $\bar{z} = 0,0079$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0175$  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 8.

Bij de temperatuurmeting varieerden de aangeboden waarden van 121,0°C tot 121,9°C.

Er werden geen uitschieters berekend. De gemiddelde absolute afwijking bedraagt 0,09°C absoluut.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 6 laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 1°C
- 2 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 0,5°C
- voor 1 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 **2,00 °C absoluut** op een gemiddelde referentiewaarde van 121,65 °C of 1,65%.

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  $\bar{z} = 0,0875$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,7076$  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 4 (1 deelnemer met 2 exemplaren). De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,05 en 5,27 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,12 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 13,26 en 13,63 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 13,51 m/s.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een S-pitot bedraagt 7. Drie deelnemers hiervan (laboratoria 1, 6, en 14) nemen deel met 2 verschillende exemplaren. De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,08 en 5,17 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,12 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 13,25 en 13,67 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 13,53 m/s.

### Samengevat kan besloten worden dat:

#### A. Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid

- 2 laboratoria rapporteerde een waarde die meer dan 10 % afweek,
- 1 van de 4 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 3%
- er geen uitschieters zijn
- de gemiddelde afwijking 35,63 % 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 de laboratoria 2 en 8.

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als  $2s_D$ , bedraagt 3,75 m/s of 73,17% van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting laag met een standaardpitotbuis werd **een significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,3563$  groter is dan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,3274$ .

#### B. Voor de S-pitotbuizen lage snelheid

- Eén laboratorium (laboratorium 14) een waarde rapporteerden die meer dan 10 % afweek
- 2 van de 7 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- er geen uitschieters zijn
- de gemiddelde afwijking -4,52 % 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 14.

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als  $2s_D$  bedraagt 0,64 m/s of 12,53 % van de gemiddelde referentiewaarde.



Bij de snelheidsmeting laag met een s-pitotbuis werd **een significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0452$  groter is dan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0396$ .

### C. Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid

- Twee laboratoria een waarde rapporteerde die meer dan 10 % afweek
- 2 van de 4 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- er geen uitschieters zijn
- de gemiddelde afwijking 26,76% 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 de laboratoria 2 en 8.

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als  $2s_D$ , bedraagt 7,33 m/s of 54,28% van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting hoog met een standaardpitotbuis werd **een significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,2676$  groter is dan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,2428$

### D. Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid

- Geen enkel laboratorium een waarde rapporteerde die meer dan 10 % afweek
- 4 van de 7 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- 3 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken
- er geen uitschieters zijn
- de gemiddelde afwijking -1,21% 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 geen enkel laboratorium.

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als  $2s_D$  bedraagt 1,23/s of 9,09 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting hoog met een s-pitotbuis werd **geen significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van  $\bar{z} = -0,0121$  kleiner is dan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0287$ .

#### 4.1.5 WATERBEPALING

Voor de waterbepaling werd er een waterconcentratie van 81,18 g/Nm<sup>3</sup>dr aangeboden. Het aantal deelnemers bedraagt 7. Er zijn twee uitschieters (laboratoria 2 en 14). De gemiddelde relatieve afwijking met uitschieters bedraagt 1,98 %, zonder uitschieters 0,72 %.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 5 laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 5%
- voor 3 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 laboratorium 14.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als  $2s_D$  berekend. Deze bedraagt 4,07 % relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 81,18 g/Nm<sup>3</sup>dr of 3,31 g/Nm<sup>3</sup>dr.

Uit de resultaten voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0072$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0182$  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 5 laboratoria deel. Laboratorium 1 nam deel met 2 filtersets voor het lage stofgehalte.

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

#### 4.2.2 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.

Alle 5 deelnemende laboratoria rapporteerden een afwijking lager dan 5%. Er is één uitschieter (laboratorium 4). De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 1,18% met uitschieter en 0,46% zonder uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,41% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 6,50 mg of 0,09 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0046$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0063$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

#### 4.2.3 KNO<sub>3</sub> LAAG

Voor de belading van stoffilters met KNO<sub>3</sub> (lage concentratie) werd er geen resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde.

Vier laboratoria rapporteerde een waarde met een afwijking lager dan 5%. Er zijn geen uitschieters  
De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,38%.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 5,69% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 13,09 mg of 0,74 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0038$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0232$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

#### 4.2.4 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> LAAG

Voor de belading van stoffilters met (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (lage concentratie) werd er geen resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde.

Alle vijf de laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -1,37%.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,71% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 20,46 mg of 0,35 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = -0,0137$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0070$  kan

besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een significante systematische fout** optreedt.

#### 4.2.5 HOGE STOFCONCENTRATIES

##### 4.2.6 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 één uitschieter vastgesteld (laboratorium 12). Vier laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%.

De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 1,30% met uitschieter, 0,33% zonder uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,01 % relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 92,23 mg of 0,93 mg.

Uit de waarden voor  $\bar{z} = 0,0033$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0050$  kan besloten worden dat er voor

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

##### 4.2.7 KNO<sub>3</sub> HOOG

Voor de belading van stoffilters met KNO<sub>3</sub> (hoge concentratie) is er geen laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde. Er werd geen uitschieter vastgesteld. Alle laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,00 %.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,60% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 127,28 mg of 0,77 mg.

Uit de waarden voor  $\bar{z} = 0,00005$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0027$  kan besloten worden dat er voor

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

#### 4.2.8 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> HOOG

Voor de belading van stoffilters met (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (hoge concentratie) zijn er geen laboratoria met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde. Vijf laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -0,20%.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,71% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 205,48 mg of 1,45 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = -0,0020$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0032$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een significante systematische fout** optreedt.

#### 4.2.9 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.

#### 4.2.10 BESLUIT STOFBELADING

De overall gemiddelde afwijking zonder uitschieters voor de lage stofbeladingen bedraagt -0,23%; voor de hoge stofbeladingen bedraagt deze 0,02 %.

Er zijn geen overschrijdingen van de grens van 10% afwijking ten opzichte van de aanmaakwaarde. Er worden geen actieplannen opgevraagd.

### 4.3 Totaal koolwaterstoffen

Tien laboratoria, waarvan 1 Vlaams labo, hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. In totaal werden dertien stappen aangeboden van telkens 10 minuten.

Een labo 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. Er wordt hiervoor 1 actieplan opgevraagd. (labo 10)

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 Table 1: Minimum performance requirements of FIDs). Dit resulteert in de volgende bereiken voor:

- Ethylacetaat: 0,7 – 1,0 volgens EN 13526
- Toluëen: 0,8 – 1,1 volgens EN 13526 Aromatic hydrocarbons.
- Isopropanol: 0,7 – 1,0 volgens EN13526 Aliphatic alcohols

De relatieve respons factoren (RRF) van de deelnemende labo's worden weergegeven in bijlage LABSVKL2011-4 Deel 3.

Elk labo dat per component voor twee of meer stappen meer dan 0,1 afwijkt van de uiterste waarden van hoger vermelde bereiken dient een actieplan op te stellen.

Er moeten geen actieplannen opgesteld worden.

#### 4.4 Anorganische rookgassen

Negen laboratoria, waarvan 1 Vlaams labo, hebben deelgenomen aan de ringtest anorganische rookgassen.

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-rookgassen ter bemonstering aangeboden. Alle negen deze mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen waren er vier 'kalibratiestappen' met één component in droge N<sub>2</sub> of lucht (< 0,4 vol% vocht absoluut); 1 kalibratiestap (stap 5 SO<sub>2</sub>) bevatte een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,3 vol% absoluut) en vier stappen bevatten meerdere componenten waarvan twee stappen meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas (stap 2: vochtgehalte 4,6 vol% absoluut; stap 9: vochtgehalte 4,4 vol% absoluut).

Voor de stappen 7, 8 en 9 werd aan de deelnemende labo's de mogelijkheid gegeven om een natchemische bemonstering uit te voeren voor de SO<sub>2</sub> bepaling. Zeven laboratoria hebben hieraan deelgenomen. Deze resultaten worden op dezelfde manier verwerkt en beoordeeld.

De toegepaste criteria zijn gebaseerd op de formules van de maximale toelaatbare reproduceerbaarheid SR opgegeven in de EN-normen voor CO, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> en O<sub>2</sub> en op de onzekerheid SV<sub>ito</sub> op de VITO-referentiewaarde.

Volgende methodiek wordt gehanteerd om het criterium voor alle stappen te berekenen.

- Per stap is SR berekend conform de formules uit de referentienorm
- Vervolgens is SR<sub>tot</sub> bepaald vanuit SR en SV<sub>ito</sub>
- Op basis van SR<sub>tot</sub> is het betrouwbaarheidsinterval berekend (CI)
- Het bereik waarin de meetwaarde van de meetinstantie moet liggen is gelijk aan de Vito-waarde - en + CI
- In onderstaande tabel worden de grenzen waarbinnen de meetresultaten dienen te liggen voor elke parameter in elke stap gegeven.

Voor CO<sub>2</sub> geldt een vast criterium van 20%.

Tabel 5: LABSVKL 2011-5: criteria anorganische rookgassen

Stap	Parameter	Eenheid	VITO-waarde	1S %	S <sub>Vito</sub>	S <sub>R</sub>	S <sub>Rtot</sub>	CI	min	max
1	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>40,32</b>	1,20	0,48	2,72	2,76	5,52	34,8	45,8
1	O <sub>2</sub>	vol %	<b>0,39</b>	2,60	0,01	0,04	0,04	0,08	0,31	0,47
2	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>120,20</b>	1,01	1,21	3,94	4,12	8,24	112,0	128,4
2	O <sub>2</sub>	vol %	<b>16,16</b>	0,56	0,09	0,20	0,22	0,44	15,72	16,60
3	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>84,75</b>	1,16	0,98	4,00	4,12	8,24	76,5	93,0
3	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>175,31</b>	1,20	2,10	4,78	5,22	10,45	164,9	185,8
3	O <sub>2</sub>	vol %	<b>5,31</b>	1,70	0,09	0,09	0,13	0,25	5,05	5,56
4	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>45,86</b>	1,21	0,55	4,36	4,39	8,78	37,1	54,6
4	O <sub>2</sub>	vol %	<b>6,69</b>	1,60	0,11	0,10	0,15	0,30	6,39	6,99
5	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>46,27</b>	1,19	0,55	4,38	4,41	8,83	37,4	55,1
6	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>39,40</b>	1,16	0,46	3,46	3,49	6,99	32,4	46,4
6	O <sub>2</sub>	vol %	<b>19,73</b>	0,18	0,04	0,24	0,24	0,48	19,25	20,21
7	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>140,07</b>	1,18	1,65	4,65	4,94	9,88	130,2	149,9
7	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>295,60</b>	1,22	3,61	17,19	17,57	35,14	260,5	330,7
7	SO <sub>2</sub> natchemisch	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>295,60</b>	1,22	3,61	17,19	17,57	35,14	260,5	330,7
7	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>55,54</b>	1,22	0,68	2,95	3,03	6,05	49,5	61,6
7	O <sub>2</sub>	vol %	<b>12,44</b>	0,96	0,12	0,16	0,20	0,40	12,03	12,84
8	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>74,44</b>	1,17	0,87	3,88	3,97	7,95	66,5	82,4
8	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>101,26</b>	1,21	1,23	7,20	7,31	14,62	86,6	115,9
8	SO <sub>2</sub> natchemisch	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>101,26</b>	1,21	1,23	7,20	7,31	14,62	86,6	115,9
8	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>85,38</b>	1,21	1,03	3,41	3,56	7,12	78,3	92,5
8	O <sub>2</sub>	vol %	<b>13,64</b>	0,82	0,11	0,18	0,21	0,42	13,23	14,06
9	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>37,70</b>	1,20	0,45	3,94	3,96	7,93	29,8	45,6
9	SO <sub>2</sub> natchemisch	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>37,70</b>	1,20	0,45	3,94	3,96	7,93	29,8	45,6
9	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>148,26</b>	1,20	1,78	4,37	4,72	9,43	138,8	157,7

Volgende laboratoria liggen voor 1 of meer stappen niet binnen de berekende intervallen: 1, 3, 13 en 14. Deze laboratoria dienen een corrigerend actieplan op te stellen.

## 4.5 Gasvormig waterstofchloride

Negen 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 1-100 mg/Nm<sup>3</sup>. In onderstaande 7 worden de referentiewaarden weergegeven.

Tabel 6: Referentie concentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in

	concentratie
Stap 1	1,76 mg/Nm <sup>3</sup>
Stap 2	20,17 mg/Nm <sup>3</sup>
Stap 3	35,04 mg/Nm <sup>3</sup>

### 4.5.1 BESPREKING

Als drempel voor het opstellen van een actieplan voor de bemonstering en analyse van gasvormig HCl wordt voor de stappen 2 en 3 een afwijking van 20 % ten opzichte van de referentiewaarde genomen.

### 4.5.2 STAP 1

In stap 1 werd een referentiewaarde van 1,76 mg/Nm<sup>3</sup> HCl aangeboden. Voor deze stap wordt er geen criterium opgegeven. Drie laboratoria geven voor deze stap een concentratie die meer dan 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde.

### 4.5.3 STAP 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 20,17 mg/Nm<sup>3</sup> HCl aangeboden. Alle laboratoria rapporteren voor deze stap een concentratie die minder dan 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde.

### 4.5.4 STAP 3

In stap 3 werd een referentiewaarde van 35,04 mg/Nm<sup>3</sup> HCl aangeboden. Alle laboratoria rapporteren voor deze stap een concentratie die minder dan 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde.



#### 4.5.5 BESLUIT HCL

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

- op de in totaal 18 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (2 stappen, 9 laboratoria per stap) zijn er geen resultaten die 20 % of meer afwijken ten opzichte van de referentiewaarde;
- 15 van de 18 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk 1,98% en -0,06 % voor de stappen 2 en 3.
- Er moeten geen corrigerende actieplannen opgesteld worden.



Gert Otten  
Coördinator



**DEEL 2: RESULTATEN PER LABORATORIUM VOOR DE RINGTESTEN**

**LABSVKL2011-2, LABSVKL2011-3, LABSVKL2011-4,  
LABSVKL2011-5 EN LABSVKL2011-6**

zie bijgevoegde file 'VKL2011 Deel2.xls'

**DEEL 3: RESULTATEN PER PARAMETER VOOR DE RINGTESTEN VKL2011-4,  
VKL2011-5 EN VKL2011-6**

zie bijgevoegde file 'VKL2011-4Deel3.xls'

zie bijgevoegde file 'VKL2011-5Deel3.xls'

zie bijgevoegde file 'VKL2011-6Deel3.xls'

**DEEL 4: RESULTATEN PER PARAMETER VOOR VKL2011-2 EN VKL2011-3**

zie bijgevoegde file 'VKL2011-2,3Deel4.xls'

**DEEL 5: METHODES PER LABORATORIUM**

zie bijgevoegde file 'VKL2011 Deel5.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



## **BIJLAGEN**

### **BIJLAGE 1: LIJST MET TECHNISCH VERANTWOORDELIJKEN**

LABSVKL2011	Technisch verantwoordelijken
LABSVKL2011-2	Eddy Damen, Rob Brabers, Nic moonen
LABSVKL2011-3	Jef Daems
LABSVKL2011-4	Frederick Maes
LABSVKL2011-5	Frederick Maes
LABSVKL2011-6	Eddy Damen
dataverwerking	Bart Baeyens

## 4.5.6 BIJLAGE 2: UITNODIGING

### 1. IDENTIFICATIE

#### 1.1 OPDRACHTGEVER

De derdelijnscontrole Lucht wordt uitgevoerd 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.

#### 1.2 OPDRACHTUITVOERDER(S)

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

#### 1.3 COÖRDINATIE (PT PROVIDER)

VITO

Boeretang 200, B-2400 Mol

Verantwoordelijken:

Gert Otten (coördinator)

Bart Baeyens (planning, communicatie, verdeling monsters)

Bart Baeyens (dataverwerking, rapportering)

### 2. BESCHRIJVEND GEDEELTE

#### 2.1 DOELSTELLING

Deze ringtesten dienen in eerste instantie beschouwd te worden als een instrument dat de deelnemende laboratoria toelaat de kwaliteit van de uitgevoerde bemonstering en analyses aan te tonen. Hierdoor kunnen eventuele afwijkingen opgespoord worden en kunnen er aldus corrigerende maatregelen getroffen worden. Afwijkingen kunnen ondermeer bestaan in het niet voldoen aan



bepaalde prestatie-eisen uit de regelgeving, in het significant minder goed presteren dan de overige laboratoria, ... .

## 2.2 CONTACTPERSOON VITO

Met betrekking tot de praktische uitvoering van de VKL ringtesten lucht (LABSVKL 2011), of indien u vragen of problemen heeft hieromtrent, kan steeds contact opgenomen worden met:

VITO

Dienst Milieurisico en gezondheid – luchtkwaliteitsmetingen

Boeretang 200, B-2400 Mol

e-mail : [bart.baeyens@vito.be](mailto:bart.baeyens@vito.be)

fax: 014 321183 (LAN)

tel: 014 335383 (Bart Baeyens)

014 335351 (Gert Otten)

## 2.3 PROGRAMMA 2011

De ringtesten gaan door op woensdag 18 mei en donderdag 19 mei.

In onderstaande tabel wordt een overzicht gegeven van de parameters die in 2011 zullen worden aangeboden. Onder 2.4 wordt verder per parameterpakket het verloop of de uitvoering van de ringtesten beschreven.

Verder wordt ook de kostprijs per parameterpakket en per deelnemend labo opgegeven. De prijzen zijn forfaitair en berekend op het aantal labo's dat door VKL aan VITO werd opgegeven.

Naast de kostprijs per pakket, wordt er ook een vaste kost per labo aangerekend. Deze kostprijs is onafhankelijk van het aantal parameterpakketten waaraan per labo wordt deelgenomen.

In 2011 zal de ringtest 'Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten' niet aangeboden worden tijdens de ringtesten LABSVKL 2011. Laboratoria die toch wensen deel te nemen aan deze ringtest krijgen de mogelijkheid om in te schrijven voor ringtest LABS2011-1: Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten die georganiseerd wordt voor de Belgische labo's op 27 april 2011. Zie punt 2.4 voor meer informatie in verband met deze ringtest.

Parameters	Distributie- datum	Kosten deelname per labo en per pakket (EUR, excl. BTW)
LABSVKL2011-2: bepaling van de fysische parameters in emissies	18/05/2011 en 19/05/2011	1050
LABSVKL2011-3: stofweging	18/05/2011 en 19/05/2011	850
LABSVKL2011-4: continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren	19/05/2011	1000
LABSVKL2011-5: bemonstering en analyse van de anorganische parameters (O <sub>2</sub> , CO, CO <sub>2</sub> , SO <sub>2</sub> , NO <sub>x</sub> ) in rookgassen	19/05/2011	1050
LABSVKL2011-6: bepaling van gasvormig HCl	18/05/2011	1150
<b>+ vaste kost per labo</b> voor inschrijving VKL ringtest (2011) onafhankelijk van aantal parameterpakketten		400

## 2.4 VERLOOP VAN DE RINGTEST

### **LABS 2011-1**

Tijdens de ringtest **identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies** (woensdag 27 april van 14u-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 labo's 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).

Uit onderstaande lijst van componenten wordt er een selectie gemaakt van een aantal componenten die dienen geïdentificeerd en gekwantificeerd te worden. Het bestaande basispakket 12 (conform Vlarem II bijlage 1.3.2.2) wordt in het nieuwe erkenningenbesluit Vlarel vervangen door pakket L6. Dit nieuwe pakket werd uitgebreid en bevat naast de bestaande componentgroepen (aromatische KWS, alifatische halogeen-KWS, esters en ketonen) ook de componentgroepen paraffinische KWS, alcoholen en ethers. In de ringtesten kunnen ook componenten aangeboden worden uit deze twee laatste groepen.

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 Vlarem titel II).

De bemonsteringsperiode is beperkt tot 30 minuten, waarbij ieder labo verplicht is om gedurende heel deze periode te bemonsteren. Bij de definitieve 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 in te vullen op het elektronische 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 op 13 mei te bereiken.

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

Componenten uit parameterpakket 12 aangevuld met de ethers (5.) en alcoholen (6.) uit het nieuwe erkenningenpakket L6 volgens Vlarel

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

Dibuthylethers  
 Di-ethylether  
 Di-isopropylether

6. Alcoholen

Alkylalcoholen (C1-C8)  
 Furfurylalcohol

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

5. Ethers

1,4-dioxaan  
 Tetrahydrofuraan

## LABSVKL 2011-2

De ringtest voor de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte zal doorgaan zowel op woensdag 18 als op donderdag 19 mei 2011. De ringtest volume zal vanaf woensdag 18 mei 14u00 gestart kunnen worden. Op donderdag kan deze test gedurende de volledige dag uitgevoerd worden.

Van de 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  $\pm 4$  cm. De duur van de meting wordt geschat op tweemaal 10 minuten. 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. De proef volumebepaling zal vanaf woensdag 18 mei 14u00 uitgevoerd kunnen worden.
- Eén waterbepaling waarbij een constant watergehalte gegenereerd wordt gelegen in een range van 5 tot 15%. De duur van de individuele bemonstering mag 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.

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, SO<sub>2</sub> e.d., **met twee wasflessen met water** als eerste element van de trein.

De ringtesten voor fysische parameters worden 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 wijzen u erop dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden, waarna u nog tot 3 juni de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

Voor bijkomende inlichtingen kan u contact opnemen met Bart Baeyens (tel. 014/335383).

### **LABSVKL 2011-3**

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 stofgehaltenes). 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 Bart Baeyens (gebouw LAN). Mogen wij u hierbij vragen om de filters en de eventuele verpakking op een gepaste wijze te identificeren. Voor buitenlandse deelnemers wordt de filterbelading zo snel mogelijk voorzien op de dagen van de ringtesten zelf en op deze dagen terug bezorgd aan deze labo's.

Voor bijkomende inlichtingen kan u contact opnemen met Bart Baeyens (tel. 014/335383).

### **LABSVKL 2011-4**

Tijdens de ringtest voor de **continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren** (donderdag 19 mei 9u30-11u30) 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 labo's 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).

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 5 tot 200 mgC/Nm<sup>3</sup>.

Voor en na de ringtest bevindt zich nulgaz (N<sub>2</sub>) 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 wijzen u erop dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden, waarna u nog tot 3 juni de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

## LABSVKL 2011-5

Bij de ringtest voor de continue meting van **anorganische rookgassen** (donderdag 19 mei van 13u00 tot 17u00 in gebouw Prodem) zullen er 9 stappen ter bemonstering worden aangeboden, al of niet in aanwezigheid van vocht. De labo's 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 (labo ligt op de tweede verdieping).

In alle stappen zijn de concentraties van de rookgassen constant.

In totaal worden er 9 stappen aangeboden: de tijdsduur van de 6 eerste stappen bedraagt  $\pm$  15 minuten. De laatste drie stappen bevatten de component SO<sub>2</sub> en in deze stappen zullen de labo's eveneens een natchemische staalname kunnen uitvoeren. De duurtijd van deze stappen is minimaal 30 min. Voor deze natchemische opstelling kunnen de labo's het materiaal opstellen in het betreffende labo.

De concentraties van de aangeboden rookgassen situeren zich tussen volgende grenswaarden:

- CO : 10-200 mg/Nm<sup>3</sup>
- SO<sub>2</sub> : 20-300 mg/Nm<sup>3</sup>
- NO : 20-250 mg/Nm<sup>3</sup> ( uitgedrukt als mg NO<sub>2</sub>)

De concentraties van de andere rookgassen situeren zich tussen:

- NO<sub>2</sub> : 5 en 50 mg/Nm<sup>3</sup>
- CO<sub>2</sub> : 0,5 en 10 vol%
- H<sub>2</sub>O : 0 en 10 vol% absoluut
- O<sub>2</sub> : 0 en 20,95 %

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

**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 labo's die niet in regel zijn, niet mogen deelnemen aan de ringtest.**

We wijzen u erop dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden (Gelieve de gemeten concentraties in te vullen in de gevraagde eenheid). Hierna krijgt u nog tot 3 juni de tijd om eventuele correcties aan te geven.

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

### **LABSVKL 2011-6**

Bij de ringtest voor gasvormig HCl (woensdag 18 mei van 10u00-12u00) worden in het totaal drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-100 mg/Nm<sup>3</sup>.

Deze metingen kunnen in principe door één persoon worden uitgevoerd. Omwille van de beperkte ruimte in het labo wordt gevraagd dat de bemonstering van gasvormig HCl door maximaal 2 personen per labo wordt 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 aansluiting van de meetapparatuur op de leiding gebeurt via een koppeling type GL18.

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

De ringtest wordt aangeboden in gebouw LAN.

Voor eventuele vragen kan u terecht bij Bart Baeyens (tel nr. 014/335383).



De verschillende ringtesten worden aangeboden in verschillende gebouwen op VITO. Hieronder een overzicht.

Gebouw Prodem (PRD)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (LABSVKL 2011-4)</li> <li>• Bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (LABSVKL 2011-5)</li> </ul>
Gebouw Luchtanalyses (LAN)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Verdeling filters stofweging (LABSVKL 2011-3)</li> <li>• Bepaling van de fysische parameters in emissies (LABSVKL 2011-2)</li> <li>• Bepaling van gasvormig HCl (LABSVKL 2011-6)</li> </ul>

Zoals vorige jaren wordt gevraagd om voor de ringtesten LABSVKL 2011-2, LABSVKL 2011-4 en LABSVKL 2011-5 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.

Er wordt gevraagd deze resultaten, **ook indien er geen wijzigingen zijn**, elektronisch door te sturen samen met de resultaten van de overige ringtesten (ringtesten LABSVKL 2010-3 en LABSVKL 2010-6) en dit op het email adres [bart.baeyens@vito.be](mailto:bart.baeyens@vito.be). **De resultaten dienen ten laatste vrijdag 3 juni doorgestuurd te worden.**

**Het elektronische invulformulier waarin de resultaten moeten ingegeven worden zal u in april 2011 via e-mail worden toegestuurd.**

Overzicht rapporteertermijnen ringtest 2011:

Distributiedatum	Parameter	Uiterste datum voor rapportering
18 en 19/05/2011	LABSVKL2011-2 LABSVKL2011-4 LABSVKL2011-5	Dag van deelname + elektronische bevestiging tot 3/06/2011
	LABSVKL2011-3 LABSVKL2011-6	Elektronische rapportering tot 3/06/2011

De te gebruiken eenheden staan op het formulier vermeld; deze kunnen om praktische redenen afwijken van de geldende regelgeving, hoewel dit zoveel mogelijk zal worden vermeden. Per laboratorium wordt slechts één set resultaten aanvaard.

#### 4.6 2.5 VERWERKING VAN DE RINGTESTRESULTATEN

De verwerking en rapportering van de resultaten van de deelnemende laboratoria zal op anonieme basis gebeuren. De resultaten van de ringtesten zullen aan de opdrachtgever worden overgemaakt samen met een tabel waarin de anoniem toegekende nummers en de namen laboratoria zijn opgelijst.

De beoordeling zal gebeuren door de procentuele afwijking van elk resultaat t.o.v. de referentiewaarde (indien gekend; zoniet t.o.v. de consensuswaarde) te toetsen aan onderstaande criteria, welke door de opdrachtgever aan de VITO gecommuniceerd werden

- overschrijding van het criterium voor de procentuele afwijking wordt als een slecht resultaat beschouwd; volgende criteria worden gehanteerd
    - voor stof: 10% van de referentiewaarde
    - voor T: 2,7°C (absolute afwijking ipv %-afwijking)
    - voor de volumebepaling: 8 %
    - voor het waterdampgehalte: 15%
    - voor snelheid: 12,5%
    - voor anorganische rookgassen (componenten CO,NO, NO<sub>2</sub>,SO<sub>2</sub>):  
Voor de anorganische rookgasparameters CO, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> en O<sub>2</sub>: het criterium is gebaseerd op de formules van de maximale toelaatbare reproduceerbaarheid SR opgegeven in de EN-normen voor CO, SO<sub>2</sub>, NO en O<sub>2</sub> en op de onzekerheid SV<sub>ito</sub> op de VITO-waarde.  
Volgende methodiek wordt gehanteerd om het criterium voor alle stappen te berekenen.  
Per stap is SR berekend conform de formules uit de referentienorm  
Vervolgens is SR<sub>tot</sub> bepaald vanuit SR en SV<sub>ito</sub>  
Op basis van SR<sub>tot</sub> is het betrouwbaarheidsinterval berekend (CI)  
Het bereik waarin de meetwaarde van de meetinstantie moet liggen is gelijk aan de Vito-waarde - en + CI
  - Voor CO<sub>2</sub>: 20%
  - voor TOC met FID: 15% voor stappen 1, 2, 3 en 13
  - voor HCl : 20 %
- vals-positieve resultaten worden als slecht beschouwd, tenzij het een onzuiverheid van geaddeerde componenten betreft of het gerapporteerde gehalte beneden de vereiste rapporteergrens ligt;
  - bij rapportering van een <-waarde en een referentiewaarde groter dan de wettelijke rapporteergrens wordt nagekeken of de rapporteergrens voldoet aan de eisen van de regelgeving. Indien de rapporteergrens te hoog is, wordt dit resultaat als slecht beoordeeld. Voor dit labo wordt een procentuele afwijking berekend op basis van de rapporteergrens.

Hiernaast zal een evaluatie gebeuren met behulp van z-scores, waarbij de standaardafwijking bekomen werd via een robuuste statistische methode (algoritme A - ISO 13528). Bedoeling hiervan is om de laboratoria een indicatie te geven van de door hen bereikte kwaliteit binnen de groep van deelnemers.

Bij de verwerking met deze robuuste statistiek (die louter informatief bedoeld is) zullen voor de gemeten parameters volgende principes worden toegepast bij de beoordeling, tenzij anders afgesproken:

- alle z-scores groter dan 2 of kleiner dan -2 worden als matig beoordeeld, alle z-scores groter dan 3 of kleiner dan -3 als slecht;
- bij rapportering van een <-waarde wordt een z-score berekend op basis van de rapporteergrens

#### 4.7 2.6 RAPPORTERING VAN DE BEOORDELING NAAR DE LABORATORIA

Uiterlijk 6 weken na de uiterste datum voor rapportering zal elk deelnemend laboratorium via e-mail een individueel rapport ontvangen van de voorlopige rapportering met een overzicht van de eigen meetwaarden en de resultaten van de verwerking.

De definitieve rapportering vindt plaats in oktober.

### 3. INSCHRIJVINGSMODALITEITEN

In april 2011 zullen de labo's via e-mail de uitnodiging ontvangen om zich via een web-applicatie te registreren als deelnemer aan de ringtesten lucht (LABSVKL 2011). Hierin zullen ook richtlijnen i.v.m. de verdere administratieve afhandeling van de inschrijving (facturatie, ...) opgenomen worden.

**datum**  
2.04.2011

## Ringtesten VKL 2011

Geachte heer, mevrouw

Hierbij nodigen we uw laboratorium uit om deel te nemen aan de derdelijns kwaliteitskontrolle Lucht die door VITO jaarlijks wordt georganiseerd. De ringtesten voor de leden van VKL en andere Nederlandse meetbureaus zullen dit jaar plaatsvinden op **dinsdag 18 en woensdag 19 mei 2011**. Volgend programma wordt aangeboden:

Dinsdag 18 mei	<ul style="list-style-type: none"> <li>• bepaling van gasvormig HCl (VKL 2011-6)</li> <li>• verdeling vliegastaal voor zware metalen en filters stofweging (resp. VKL 2011-1 en VKL 2011-3)</li> <li>• bepaling van de fysische parameters in emissies (VKL 2011-2)</li> </ul>
Woensdag 19 mei	<ul style="list-style-type: none"> <li>• verdeling vliegastaal voor zware metalen en filters stofweging (resp. VKL 2011-1 en VKL 2011-3)</li> <li>• bepaling van de fysische parameters in emissies (VKL 2011-2)</li> <li>• continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (VKL 2011-4)</li> <li>• bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (VKL 2011-5)</li> </ul>

De ringtest voor de bepaling van fysische parameters wordt gespreid over 2 opeenvolgende dagen. . Er wordt gevraagd aan de labo's die niet deelnemen aan VKL 2011-6 om VKL 2011-2 af te werken op woensdag 19 mei. Aan de labo's die deelnemen aan VKL 2011-6 wordt gevraagd om bij voorkeur de testen van VKL 2011-2 uit te voeren op dinsdag 18 mei.

In bijlage vindt u de praktische informatie over de verschillende ringtesten.

Gelieve voor **23 april 2011** een bevestiging van deelname via e-mail reply te bezorgen op [bart.baeyens@vito.be](mailto: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

R. De Fré

E. Goelen

G. Otten

## BIJLAGE

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

gebouw Prodem (PRD)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (VKL 2011-4)</li> <li>• bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (VKL 2011-5)</li> </ul>
gebouw Luchtanalysen (LAN)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• verdeling vliegastaal voor zware metalen en filters stofweging (resp. VKL 2011-1 en VKL 2011-3)</li> <li>• bepaling van de fysische parameters in emissies (VKL 2011-2)</li> <li>• bepaling van gasvormig HCl (VKL 2011-6)</li> </ul>

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 2011-2, VKL 2011-4 en VKL 2011-5 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. Er wordt gevraagd deze resultaten, **ook indien er geen wijzigingen zijn**, elektronisch door te sturen samen met de resultaten van de overige ringtesten (ringtesten VKL 2011-1, VKL 2011-3 en VKL 2011-6) en dit op het email adres [bart.baeyens@vito.be](mailto:bart.baeyens@vito.be). **De resultaten dienen ten laatste vrijdag 4 juni doorgestuurd te worden.**

### **VKL 2011-1**

Voor de ringtest **analyse vliegastaal voor zware metalen** dient elk deelnemend laboratorium een analyse uit te voeren op één vliegastal. Het staal zal u bezorgd worden in het gebouw LAN op dinsdag 18 of woensdag 19 mei .  
De mogelijk aanwezige metalen worden opgegeven in het invulformulier.

### **VKL 2011-2**

De ringtest voor de parameters **temperatuur, druk, volume en watergehalte** zal doorgaan zowel op 18 als op 19 mei 2011 van 8.00 tot 18.00 uur. De ringtest volume zal enkel op vanaf dinsdagnamiddag kunnen worden uitgevoerd. Van de 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  $\pm 4$  cm. De duur van de meting wordt geschat op tweemaal 10 minuten. Labo's die over meerdere meetwagens beschikken moeten met evenveel pitotsondes deelnemen. Labo's 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	
20 minuten per deelnemer		van

 voorzien. De volumebepaling zal enkel vanaf dinsdagnamiddag kunnen worden uitgevoerd.
  - 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, SO<sub>2</sub> 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, waarna u nog een maand de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

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 2011-3**

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 stofgehaltenes en is verplicht indien het labo 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 Bart Baeyens (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 2011-4**

Tijdens de ringtest voor de **continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren** (woensdag 19 mei 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 labo's 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 200 mgC/Nm<sup>3</sup>.

Voor en na de ringtest bevindt zich nulgas (N<sub>2</sub>) 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, waarna u nog tot 4 juni de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

#### **VKL 2011-5**

Bij de ringtest voor de continue meting van **anorganische rookgassen** (woensdag 19 mei van 13u30 tot 16u00 in gebouw Prodem) zullen er 9 stappen ter bemonstering worden aangeboden, al of niet in aanwezigheid van vocht. De labo's 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 (labo 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
- SO<sub>2</sub> : 0-100 ppm
- NO : 0-100 ppm

De concentraties van de andere rookgassen situeren zich tussen :

- NO<sub>2</sub> : 0 en 20 ppm
- CO<sub>2</sub> : 0 en 20 vol%
- H<sub>2</sub>O : 0 en 10 vol% absoluut
- O<sub>2</sub> : 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 labo's 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, waarna u nog tot 4 juni de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven. Het invulblad zal u ter plaatse overhandigd krijgen, gelieve de gemeten concentraties in te vullen in de gevraagde eenheid.

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

## VKL 2011-6

Bij de ringtest voor gasvormig HCl (woensdag 18 mei van 10u00-12u00) worden in het totaal drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-300 mg/Nm<sup>3</sup>.

Deze metingen kunnen in principe door één persoon worden uitgevoerd. Omwille van de beperkte ruimte in het labo wordt gevraagd dat de bemonstering van gasvormig HCl door maximaal 2 personen per labo wordt 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 labo 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).



#### **4.7.1 BIJLAGE 3: LIJST VAN DE DEELNEMENDE NEDERLANDSE LABORATORIA**

BIEM

Samuel Morsestraat 4  
7442 DH Nijverdal

Bureau Veritas Industrial Services  
Computerweg 2  
3821 AB Amersfoort

Buro Blauw BV  
Nude 54  
6702 DN Wageningen

Tata Steel  
Postbus 10000,  
1970 CA Ijmuiden

PRA Odournet  
Singel 97  
1012 VG Amsterdam

Pro Monitoring BV  
Mercuriusweg 37  
3771 NC Barneveld

Provincie Gelderland, Bureau Milieumetingen  
Markt 9  
6800 GX Arnhem

Provincie Limburg, bureau HMAO  
Nieuw Eyckholt 292B  
6419 DJ Heerlen

Provincie Noord Brabant  
Brabantlaan 1  
5216 TV 's-Hertogenbosch

Royal Haskoning  
Postbus 151  
6500 AD Nijmegen

SGS Nederland BV  
Leemansweg 51  
6827 BX Arnhem

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

Tauw  
Handelskade 11  
7400 AC Deventer

Witteveen & Bos  
Postbus 233,  
7400 AE Deventer

BASF Antwerpen N.V.  
Haven 725  
Scheldelaan 600  
2040 Antwerpen 4

## 4.7.2 BIJLAGE 4: PRESTATIEKENMERKEN VKL RINGONDERZOEKEN

### Prestatiekenmerken

Stoffilters:	10% van de referentiewaarde
Temperatuur	maximaal 2,7 °C afwijking
Volume	maximaal 8% afwijking
Snelheid	maximaal 12,5%
Waterdampgehalte	maximaal 15% afwijking

Continue meting van anorganische rookgassen (componenten O<sub>2</sub>, CO, NO<sub>x</sub>, SO<sub>2</sub>):

Het criterium is gebaseerd op de formules van de maximale toelaatbare reproduceerbaarheid SR opgegeven in de EN-normen voor CO, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> en O<sub>2</sub> en op de onzekerheid SV<sub>ito</sub> op de VITO-waarde.

Volgende methodiek wordt gehanteerd om het criterium voor alle stappen te berekenen.

- Per stap is SR berekend conform de formules uit de referentienorm
- Vervolgens is SR<sub>tot</sub> bepaald vanuit SR en SV<sub>ito</sub>
- Op basis van SR<sub>tot</sub> is het betrouwbaarheidsinterval berekend (CI)
- Het bereik waarin de meetwaarde van de meetinstantie moet liggen is gelijk aan de Vito-waarde - en + CI
- In bijlage worden de grenzen waarbinnen de meetresultaten dienen te liggen voor elke parameter in elke stap gegeven.

Voor CO<sub>2</sub>: 20%

FID	maximaal 15% van de referentiewaarde voor stappen 1,2,3 en 13
HCI	20% voor de stappen 2 en 3