

EINDRAPPORT

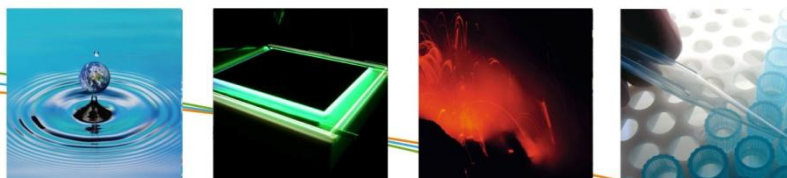
# Derdelijnscontrole Lucht georganiseerd in opdracht van de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen VKL uit Nederland

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

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

2012/MRG/R/321

November 2012





## Samenvatting

Op woensdag 30 en donderdag 31 mei 2012 werd er door de Vlaamse Instelling voor Technologisch Onderzoek VITO, in de eigen laboratoria-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) en één Belgisch laboratorium.

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 aan de in Vlaanderen kandidaat erkende laboratoria, of deelnemende Belgische laboratoria, indien relevant, aangepaste criteria en de vraag naar een actieplan gecommuniceerd.

De volgende ringtesten vonden plaats:

1. LABSVKL2012-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2012-3: stofweging conform de EN 13284-1
3. LABS2012-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
4. LABSVKL2012-5: de continue meting van anorganische rookgassen
5. LABSVKL2012-6: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

Wegens het beperkt aantal inschrijvingen voor de ringtesten ‘LABSVKL2012-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten’ en ‘LABSVKL2012-7: analyse vliegastaal voor zware metalen’ werden deze testen niet aangeboden op 30 en 31 mei 2012. Eén Nederlands laboratorium nam voor LABSVKL2012-1 wel deel aan de ringtest georganiseerd voor de Belgische laboratoria op 25 april 2012.

De aangeboden concentraties voor 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.

## LABSVKL 2012-2: Parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte

De ringtest voor de bepaling van temperatuur, druk, volume en watergehalte werd doorlopend gehouden in gebouw LAN op 30 en 31 mei.

Voor de volumebepaling werd aan elk laboratoria 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 ). 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 gegeneerde watergehalte lag tussen 5 en 15 vol%.

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

Voor elke parameter werden per laboratoria de absolute en relatieve afwijkingen van de meetwaarde ten opzichte van de referentiewaarde berekend. Tevens werd een meetonzekerheid 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 er 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 vijf actieplannen opgevraagd: 1 voor volume (laboratoria 3) en 3 voor temperatuur (laboratoria 1, 9 en 16). Geen voor de snelheidsmeting en 1 voor de waterbepaling (laboratorium 16).

### **LABSVKL2012-3 Stofweging**

Aan de ringtest stofweging namen in totaal acht laboratoria deel. Eén laboratorium nam deel met twee filtersets voor zowel het hoge gehalte als het lage gehalte stof. Eén laboratorium nam enkel deel voor het lage stofgehalte.

Voor de stofweging laag en voor de stofweging hoog werd aan de laboratoria gevraagd telkens een set van 5 filters te bezorgen aan het referentielaboratorium. Deze sets werden dan beladen door het referentielaboratorium tijdens de ringtesten en aan de laboratoria meegegeven ter weging.

Elk laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % voor de lage gehalten of de hoge gehalten dient een actieplan op te stellen. Van de laboratoria 5 en 15 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

### **LABSVKL2012-4 Bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies**

Zes laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. De ringtest werd gehouden op 31 mei van 10u00 tot 12u00 in gebouw Prodem. In totaal werden dertien stappen aangeboden van ongeveer telkens 10 minuten.

Elk laboratorium dat een afwijking van meer dan 15 % t.o.v. de referentiewaarde heeft voor de stappen 1, 2, 3 of 13 dient een actieplan op te stellen.

Laboratorium 5 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 laboratoria dat per component voor 2 of meer stappen meer dan 0,1 afwijkt van de uiterste waarden vermeld in de normen een actieplan opstellen.

Er worden geen actieplannen opgevraagd.

### **LABSVKL 2012-5 Anorganische rookgassen**

Twaalf laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest anorganische rookgassen. De ringtest werd gehouden op 31 mei van 13u00 uur tot 17u00 in gebouw Prodem.

Tijdens de ringtest werden er negen referentierookgassen ter bemonstering aangeboden. De negen mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen

stappen waren er zes 'kalibratiestappen' met één component in N<sub>2</sub> of lucht (< 0,4 vol% vocht absoluut); twee kalibratiestappen (SO<sub>2</sub> en NO) bevatten een bevochtigd dragergas. Drie stappen bevatten meerdere componenten waarvan één stap meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas.

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

De laboratoria die voor CO, NO, NO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub> en O<sub>2</sub> een resultaat rapporteerden dat niet voldoet aan het vooropgestelde criterium dienen een actieplan op te stellen. Het criterium is gebaseerd op de formules van de maximale toelaatbare reproduceerbaarheid SR opgegeven in de EN-normen en op de onzekerheid SV<sub>ito</sub> op de VITO-waarde.

Voor CO<sub>2</sub> wordt een maximale afwijking van 20% toegestaan.

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.

Volgende laboratoria liggen voor 1 of meer stappen niet binnen de berekende intervallen: 2, 3, 9, 10 en 16. Deze laboratoria dienen een corrigerend actieplan op te stellen.

## **LABSVKL2012-6 Gasvormig waterstoffluoride**

Acht laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstoffluoride.

Bij de ringtest werden 2 stalen als halfuurgemiddelde aangeboden en 1 staal als uurgemiddelde. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-50 mg/Nm<sup>3</sup>.

Alle drie de stappen worden mee beoordeeld. Elk laboratorium dat voor één van de stappen een afwijking heeft groter dan 20% dient een actieplan op te stellen.

Laboratoria 4 en 10 dienen een actieplan op te stellen.

## Inhoud

<b>Samenvatting</b>	<b>III</b>
<b>Inhoud</b>	<b>VII</b>
<b>Lijst van tabellen</b>	<b>X</b>
<b>Lijst van figuren</b>	<b>XI</b>
<b>HOOFDSTUK 1 SITUERING VAN DE LABSVKL-RINGTEST</b>	<b>12</b>
<b>HOOFDSTUK 2 AANMAAK REFERENTIE</b>	<b>13</b>
2.1 <i>LABSVKL 2012-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte</i>	13
2.1.1 Temperatuur	13
2.1.2 Volume	14
2.1.3 Gassnelheid	15
2.1.4 Watergehalte	16
2.2 <i>LABSVKL 2012-3 Stofbelading</i>	17
2.2.1 Validatie	17
2.2.2 Ringtest stofweging	18
2.3 <i>LABSVKL 2012-4 Totaal koolwaterstoffen</i>	18
2.3.1 Inleiding	18
2.3.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas	18
2.4 <i>LABSVKL 2012-5 Anorganische rookgassen</i>	19
2.4.1 Inleiding	19
2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren testgas	20
2.5 <i>LABSVKL 2012-6 Gasvormig HF</i>	21
<b>HOOFDSTUK 3 STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN</b>	<b>22</b>
3.1 <i>Ringtesten LABSVKL2012-4, LABSVKL2012-5, LABSVKL2012-6</i>	22
3.2 <i>Ringtesten LABS2012-2 en LABS2012-3</i>	22
<b>HOOFDSTUK 4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN</b>	<b>24</b>
4.1 <i>LASBVKL 2012-2 fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte</i>	24
4.1.1 Volumebepaling	25
4.1.2 Temperatuur	25
4.1.3 Snelheidsmetingen	26
4.1.3.1 Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid	26
4.1.3.2 Voor de S-pitotbuizen lage snelheid	27
4.1.3.3 Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid	27
4.1.3.4 Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid	28
4.1.4 Waterbepaling	28
4.2 <i>LABSVKL 2012-3 Stof</i>	29
4.2.1 Lage stofconcentraties	30
4.2.1.1 KCl laag	30
4.2.1.2 KNO <sub>3</sub> laag	30

4.2.1.3	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> laag	30
4.2.2	Hoge stofconcentraties	31
4.2.2.1	KCl hoog	31
4.2.2.2	KNO <sub>3</sub> hoog	31
4.2.2.3	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> hoog	32
4.2.3	Blanco's	32
4.2.4	Besluit stofbelading	33
4.3	LABSVKL2012-4 Totaal koolwaterstoffen	33
4.4	LABSVKL 2012-5 Anorganische rookgassen	33
4.4.1	CO	35
4.4.2	SO <sub>2</sub>	35
4.4.3	NO <sub>x</sub>	35
4.4.4	O <sub>2</sub>	35
4.4.5	CO <sub>2</sub>	36
4.5	LABSVKL 2102-6 Gasvormig waterstoffluoride	36
4.5.1	Bespreking	36
4.5.2	Stap 1	36
4.5.3	Stap 2	37
4.5.4	Stap 3	37
4.5.5	Besluit HF	37
<b>Deel 2: Resultaten per laboratoria voor de ringtesten LABSVKL2012-2, LABSVKL2012-3, LABSVKL2012-4, LABSVKL2012-5 en LABSVKL2012-6</b>		<b>39</b>
<b>Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABSVKL2012-4, LABSVKL2012-5 en LABSVKL2012-6</b>		<b>39</b>
<b>Deel 4: Resultaten per parameter voor LABSVKL2012-2 en LABSVKL2012-3</b>		<b>39</b>
<b>Deel 5: Methodes per laboratoria</b>		<b>39</b>
<b>Referenties</b>		<b>41</b>
<b>BIJLAGEN</b>		<b>43</b>
	Bijlage 1: Lijst met technisch verantwoordelijken	43
	Bijlage 2: Uitnodiging	44
<b>1. IDENTIFICATIE</b>		<b>44</b>
1.1	Opdrachtgever	44
1.2	Opdrachtuitvoerder(s)	44
1.3	Coördinatie (PT provider)	44
<b>2. BESCHRIJVEND GEDEELTE</b>		<b>45</b>
2.1	Doelstelling	45
2.2	Contactpersoon VITO	45
2.3	Programma 2012	46
2.4	Verloop van de ringtest	48
2.5	Verwerking van de ringtestresultaten	54
2.6	Rapportering van de beoordeling naar de laboratoria	56



---

<b>3. INSCHRIJVINGSMODALITEITEN</b>	<b>56</b>
Bijlage 3: Lijst van de deelnemende Nederlandse laboratoria	57
Bijlage 4: Prestatiekenmerken VKL Ringonderzoeken	59

## Lijst van tabellen

Tabel 1: Procentuele afwijking na 1, 2, 3 en 16 u droging bij een temperatuur van 160 °C .....	17
Tabel 2: Referentieconcentratie van de verschillende componenten en gerelateerd zuurstofgehalte tijdens de ringtest LABSVKL 2012-4 .....	19
Tabel 3: Referentieconcentraties van de rookgascomponenten tijdens de ringtest LABSVKL 2012-5 .....	20
Tabel 4: Uitgebreide relatieve meetonzekerheid (2s) op de gegenereerde gasconcentratie (%) .....	21
Tabel 5: LABSVKL 2012-5: criteria anorganische rookgassen .....	34
Tabel 6: Referentieconcentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm <sup>3</sup> , bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.....	36

**Lijst van figuren**

Figuur 1: Schematische voorstelling van de windtunnel.....	15
Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels .	16

---

## HOOFDSTUK 1                      SITUERING VAN DE LABSVKL-RINGTEST

---

Op woensdag 30 en donderdag 31 mei 2012 werd door VITO in het kader van een externe kwaliteitscontrole voor een aantal Nederlands meetlaboratoria een derdelijnscontrole "Lucht" georganiseerd en dit in opdracht van 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 Belgisch laboratoria nam deel aan een aantal pakketten van deze derdelijnscontrole.

Volgende vijf parameterpakketten werden bij de ringtest van 2012 aangeboden.

1. LABSVKL 2012-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL 2012-3: stofweging conform de EN 13284-1
3. LABSVKL 2012-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
4. LABSVKL 2012-5: de continue meting van anorganische rookgassen
5. LABSVKL 2012-6: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

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 echter zijn eigen deelnemingsnummer. De volgorde van toekenning van deze nummers gebeurt willekeurig en is niet gekoppeld aan enig criterium.

---

**HOOFDSTUK 2****AANMAAK REFERENTIE**

---

De verschillende ringtesten LABSVKL 2012-2 tot en met LABSVKL 2012-6 werden aangeboden in de eigen laboratoria-infrastructuur 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 2012-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte**

In de volgende paragrafen worden voor 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 temperatuurcontroller 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.

De integrale opstelling werd uitgebreid getest en gevalideerd. De uitgebreide onzekerheid ten gevolge van de inhomogeniteit en de instabiliteit van het zandbad bedraagt bij een

temperatuur van de orde van grootte van 70°C 0,8%. Voor een overzicht van de validatiegegevens wordt verwezen naar rapport 2001/MIM/R/21 "Referentiewerk "Lucht", LABS 2000-2" van maart 2001.

### 2.1.2 Volume

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

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

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

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

De gecertificeerde druksensor die gebruikt wordt is van het merk 'Setra', model 239 (0-15 inch 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 atmosferedruk wordt gemeten met een digitale barometer van Setra, model 370 die vóór gebruik vergeleken werd met een BKO-gecertificeerde barometer en eveneens opgeslagen op PC.



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

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

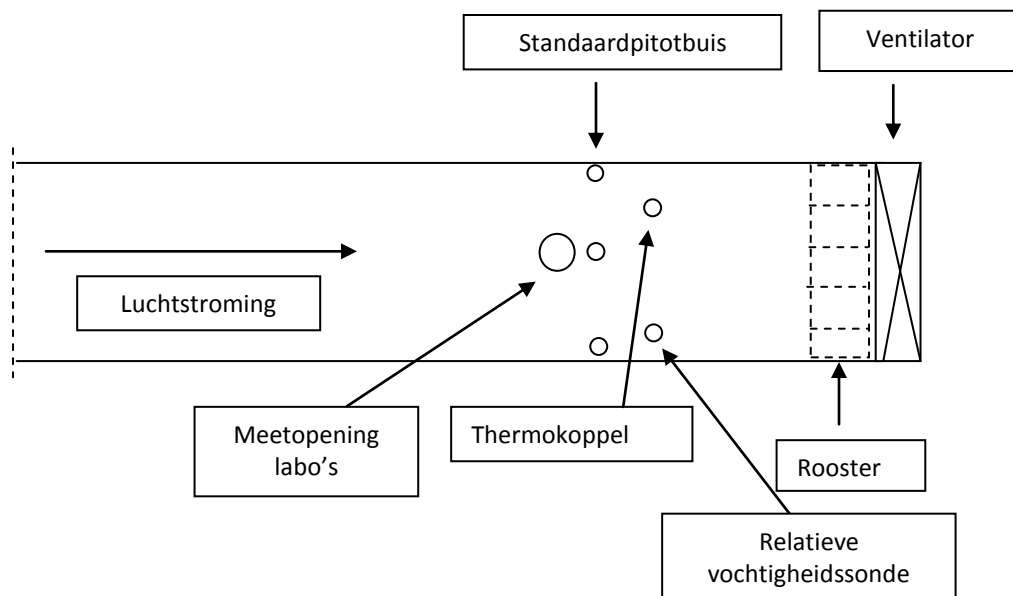
De totale relatieve fout, uitgedrukt als standaarddeviatie, bedraagt 0,2%. De geëxpandeerde meetonzekerheid (dekkingsfactor 2) of de 95% betrouwbaarheid is gelijk aan 0,4 % of 0,4 l op 100 l.

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

### 2.1.3 Gassnelheid

De gassnelheidsmetingen werden uitgevoerd in een windtunnel, geconstrueerd uit roestvrij staal, die door VITO gebouwd werd en schematisch wordt weergegeven in figuur 1. De tunnel heeft een inwendige diameter van 50 cm en een totale lengte van 6 m. De gassnelheid wordt gegenereerd door een frekwentiegestuurde 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.



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 homogeniteit, stabiliteit- en herhaalbaarheidstesten werd een uitgebreide meetonzekerheid van 5,2% voor de lage en 2,1% voor de hoge snelheid afgeleid.

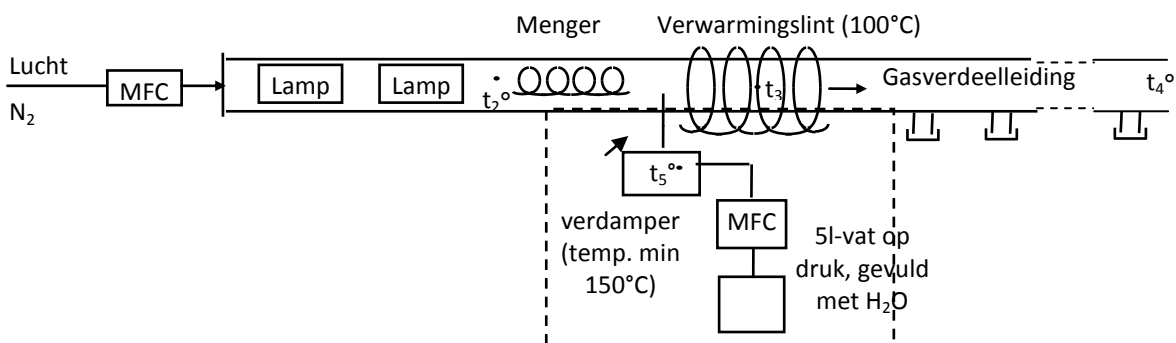
#### 2.1.4 Watergehalte

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 menger in een glazen buis geïnjecteerd waar het op 100°C, voorverwarmde verdunningsgas de gasstroom kan verdunnen tot een dauwpunt van maximum 80°C. De MFC wordt geijkt door dit waterdebiet in een erlenmeyer op een balans te leiden. Deze balans registreert de gewichtstoename m.b.v. een PC. De 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 vochtgehaltes tot 50% gegenereerd worden.

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

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

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



Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels



## 2.2 LABSVKL 2012-3 Stofbelading

### 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 1 geeft een overzicht van de procentuele afwijking (verschil tussen gewogen stof en beladen stof) van vier zouten en een blanco (ultrapuur water) 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 de tabel 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
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	-1,0	-3,5	-6,1	-11,2
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	-27,7 (1,7)*	-27,8 (1,5)*	-28,2 (0,9)*	-28,0 (1,2)*
$\text{KNO}_3$	0,5	0,6	0,7	0,7
blanco UPW	-100,0	-100,0	-100,0	-100,0

\*: gecorrigeerde referentiewaarden

### 2.2.2 Ringtest stofweging

De 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 2012-4 Totaal koolwaterstoffen

### 2.3.1 Inleiding

Tijdens de ringtest "Totaal Koolwaterstoffen" werden propaan, dichloormethaan, aceton en benzeen aangeboden. De concentraties varieerden van 21,3 tot 183,0 mgC/Nm<sup>3</sup>. De proef omvat 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 referentieconcentratie, het zuurstofgehalte en de aanwezige component weergegeven voor de verschillende stappen. De aangeboden afgassen zijn droog.

Voor de generatie van de gewenste concentraties aan dichloormethaan, aceton en benzeen 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: Referentieconcentratie van de verschillende componenten en gerelateerd zuurstofgehalte tijdens de ringtest LABSVKL 2012-4

Stap	Component	Concentratie (mgC/Nm <sup>3</sup> ) (*)	O <sub>2</sub> -gehalte (%)
1	propaan	79,6	13,78
2	propaan	40,6	20,95
3	propaan	56,4	0,00
4	dichloormethaan	27,4	0,00
5	dichloormethaan	21,3	20,70
6	dichloormethaan	31,4	10,41
7	aceton	109,5	0,00
8	aceton	158,0	10,41
9	aceton	183,0	20,52
10	benzeen	67,0	0,00
11	benzeen	61,6	20,58
12	benzeen	50,8	11,11
13	propaan	79,6	13,78

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

## 2.4 LABSVKL 2012-5 Anorganische rookgassen

### 2.4.1 Inleiding

Tijdens de ringtest werden er negen referentierookgassen ter bemonstering aangeboden. De negen mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen stappen waren er zes 'kalibratiestappen' met één component in N<sub>2</sub> of lucht (< 0,4 vol% vocht absoluut); twee kalibratiestappen (SO<sub>2</sub> en NO) bevatten een bevochtigd dragergas. Drie stappen bevatten meerdere componenten waarvan één stap meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas.

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

### 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 kalibratiecertificaat.

De verduunning van de zuivere gassen gebeurt 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 ringtest 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>.

Het blijkt dat de aangeboden concentraties in de verschillende stappen constant zijn (relatieve standaardafwijking < 1,5 %). De referentiewaarden van de concentraties van de rookgassen tijdens de ringtest worden in tabel 3 weergegeven.

Tabel 3: Referentieconcentraties van de rookgascomponenten tijdens de ringtest LABSVKL 2012-5

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> (als NO <sub>2</sub> )	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	
1	91,28					5,25		< 0,3
2			61,32		61,32	13,01		< 0,3
3						19,81	5,46	< 0,3
4	153,04	121,05	148,31	24,29	172,60		4,52	< 0,3
5				38,80	38,80	20,95		<0,3
6			64,10		64,10			5,3
7	106,21	92,98	169,95	28,12	198,07	8,24		5,2
8		48,93						5,3
9	51,37	147,53				15,69		<0,3

Normaalcondities 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 gasconcentratie (%)

Stap	CO (%)	SO <sub>2</sub> (%)	NO (%)	NO <sub>2</sub> (%)	NO <sub>x</sub> (%)	O <sub>2</sub> (abs)	CO <sub>2</sub> (%)
1	2,6					0,19	
2			2,6		2,6	0,27	
3						0,24	2,6
4	2,6	2,6	2,6	3,3	2,4		2,6
5				3,3	3,3	0,25	
6			2,6		2,6		
7	2,6	2,6	2,6	3,3	2,3	0,25	
8		2,6					
9	2,6	2,6				0,26	

Voor zuurstof wordt de uitgebreide meetonzekerheid (2s) op de gegenereerde gasconcentraties absoluut weergegeven.

## 2.5 LABSVKL 2012-6 Gasvormig HF

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

Een verdunde HF-oplossing ( $\pm 0,21$  g HF/l of  $\pm 2,37$  g HF/l, afhankelijk van de aan te maken HF-concentratie) wordt met behulp van een vloeistofpomp opgezogen. De verpompte hoeveelheid HF wordt continu gewogen en de balansuitlezing wordt op PC gelogd. Een verwarmd N<sub>2</sub>-gasstroom van  $\pm 100$  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 HF-generatie-oplossingen worden aangemaakt door verdunning vanuit een aangekochte 48% HF-stockoplossing.

De verschillende oplossingen werden ter controle met ionchromatografie geanalyseerd.

## HOOFDSTUK 3

## STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN

## 3.1 Ringtesten LABSVKL2012-4, LABSVKL2012-5, LABSVKL2012-6

Voor de ringtesten LABSVKL2012-4, LABSVKL2012-5, LABSVKL2012-6 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 laboratorium een overzicht gegeven van de resultaten van alle ringtesten waaraan het laboratorium in 2012 deelnam. De resultaten van het laboratorium worden getoetst aan de referentiewaarden en vergeleken ten opzichte van de resultaten van de andere laboratoria.

Bij een z-score groter dan 2 of kleiner dan -2 werd (puur informatief) een \* geplaatst. Deze score wordt informatief als matig beoordeeld.

Bij een z-score groter dan 3 of kleiner dan -3 werd (puur informatief) een \*\* geplaatst. Deze score wordt informatief als slecht beoordeeld.

Bij rapportering van een <-waarde wordt een z-score berekend op basis van de rapporteergrens.

## 3.2 Ringtesten LABS2012-2 en LABS2012-3

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

In deel 4 worden de afwijkingen van alle laboratoria en voor elke parameter in grafiekvorm tov de gemiddelde afwijking weergegeven.

De datasets werden eerst onderworpen aan een uitschietertest. Als uitschietertest wordt de Grubbstest gebruikt (90 % confidentie, 2 zijdige toetsing). De uitschieters worden vetgedrukt weergegeven. De gemiddelde waarde van de afwijkingen wordt berekend na verwerping van de uitschieters.

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

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

met

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

Naast een berekening van de totale meetonzekerheid werd eveneens voor elke parameter nagegaan of er een **significante systematische fout** optreedt. Als criterium werd hiervoor

beroep gedaan op het resultaat van de vergelijking tussen de waarden van  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$  [2] en

$\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$  [3]. Wanneer  $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$  in absolute waarde groter of gelijk is aan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$  mag

besloten worden dat er een significante systematische fout aanwezig is.

## HOOFDSTUK 4

## BESPREKING VAN DE RESULTATEN

### 4.1 LASBVKL 2012-2 fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte

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.



#### 4.1.1 Volumebepaling

Het aantal deelnemers bedraagt 9.

De aangezogen volumes bij de bepaling van deze parameter waren gelegen tussen 88,7 Nldr en 186,9 Nldr. Er werden geen uitschieters berekend met behulp van de Grubbstest. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,66%.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 9 laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 10%;
- 7 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%;
- voor 2 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%.

Er is één laboratorium dat een relatieve afwijking rapporteert van meer dan **8 %**. Van laboratorium 3 verwacht dat het een actieplan opstelt.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt **10,16% relatief** op een gemiddelde referentiewaarde van 122,97 Nldr of 12,49 Nldr.

Uit de waarden voor  $\bar{z} = 0,0066$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0339$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt bij de volumemetingen.

#### 4.1.2 Temperatuur

Het aantal deelnemers bedraagt 9.

Bij de temperatuurmeting varieerden de aangeboden waarden van 119,1°C tot 120,8°C.

Er is 1 uitschieter (laboratorium 16). De gemiddelde absolute afwijking bedraagt -4,23°C absoluut met uitschieter en -2,06°C absoluut zonder uitschieter.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 7 laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 2,7°C;
- 2 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 0,5°C;
- Eén deelnemer had een afwijking kleiner of gelijk aan 0,2°C;

Aan laboratoria die een afwijking vertonen van meer dan **2,7°C absoluut**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Er worden drie corrigerende actieplannen opgevraagd (Laboratoria 1, 9 en 16).

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters werd de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt **5,61°C absoluut** op een gemiddelde referentiewaarde van 120,06°C of 4,67 % relatief.

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 leiden tot  $\bar{z} = 2,0625$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 1,9828$ . Hieruit mag besloten worden dat er **een significante systematische fout** optreedt bij de temperatuurbepaling.

### 4.1.3 Snelheidsmetingen

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 vier. Twee laboratoria nemen deel met 2 verschillende L-pitots (laboratoria 3 en 15). De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,81 en 6,00 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,87 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 11,85 en 12,03 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 11,96 m/s.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een S-pitot bedraagt zeven. Twee deelnemers hiervan (laboratoria 9 en 14) nemen deel met 2 verschillende exemplaren. Laboratoria 6 en 16 nemen deel met 3 verschillende pitots.

De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,82 en 6,02 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,89 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 11,89 en 12,37 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 12,02 m/s.

#### 4.1.3.1 Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid

Er wordt geconcludeerd dat:

- Alle 4 de laboratoria (6 resultaten, want 2 deelnemers met 2 resultaten) een waarde die minder dan 10 % afweek rapporteerden;
- 3 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%;
- 2 deelnemers ( 3 resultaten want 1 deelnemer met 2 resultaten) 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweek;
- er geen uitschieters zijn;
- de gemiddelde afwijking 2,44% bedraagt.

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **12,5%**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Er worden geen actieplannen opgevraagd.

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als  $2s_D$ , bedraagt 0,34 m/s of 5,76 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting laag met een standaardpitotbuis werd **een significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0244$  groter is dan

$$2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0235.$$

#### 4.1.3.2 Voor de S-pitotbuizen lage snelheid

Er wordt geconcludeerd dat:

- Eén laboratorium een waarde rapporteerde die meer dan 10 % afweek (laboratorium 6);
- 7 laboratoria (voor 1 meerdere resultaten) een afwijking hadden van minder dan 5%;
- 5 deelnemers (voor 1 meerdere resultaten) 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken;
- er geen uitschieters zijn;
- de gemiddelde afwijking 2,89% bedraagt.

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **12,5%** wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Er worden geen actieplannen opgevraagd.

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als  $2s_D$  bedraagt 0,51 m/s of 8,59% van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting laag met een s-pitotbuis werd **een significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0289$  groter is dan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0238$ .

#### 4.1.3.3 Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid

Er wordt geconcludeerd dat:

- alle 4 de laboratoria (6 resultaten, want 2 labo's met 2 resultaten) waarden rapporteerden die minder dan 10 % afweken;
- 1 laboratorium een afwijking hadden van minder dan 3%;
- er zijn geen uitschieters;
- de gemiddelde afwijking bedraagt 3,17%.

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **12,5%** wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Er zijn geen deelnemers met afwijkingen groter dan 12,5%

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als  $2s_D$ , bedraagt 0,41 m/s of 3,43 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting hoog met een standaardpitotbuis werd **een significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0317$  groter is dan

$$2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0140.$$

#### 4.1.3.4 Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid

Er wordt geconcludeerd dat:

- Er geen laboratoria zijn die een waarde rapporteerden die meer dan 10 % afweek;
- 6 van de 7 laboratoria (voor 1 of meerdere resultaten) een afwijking hadden van minder dan 5%;
- 4 deelnemers (voor 1 of meerdere resultaten) 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken;
- er geen uitschieters zijn;
- de gemiddelde afwijking 0,42% 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 0,88 m/s of 7,32% van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting hoog met een s-pitotbuis werd **geen significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0042$  kleiner is dan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0203$ .

#### 4.1.4 Waterbepaling

Voor de waterbepaling werd er een waterconcentratie van 11,09% aangeboden. Het aantal deelnemers bedraagt 8. Er is 1 uitschieter (laboratorium 16).

De gemiddelde relatieve afwijking met uitschieters bedraagt 3,88%; zonder uitschieters is dit 1,96 %.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 1 deelnemer had een afwijking van meer dan 10%;
- 5 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%;
- voor 3 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%.

Aan laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **15 %**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Laboratorium 16 heeft een hogere afwijking.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als  $2s_D$  berekend. Deze bedraagt 7,96% relatief op een referentiewaarde van 11,09% of 0,88%.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0196$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0301$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt bij de waterbepaling.

## 4.2 LABSVKL 2012-3 Stof

Aan de ringtest LABS2012-3 “Stofweging” namen in het totaal 7 laboratoria deel. Eén labo nam enkel deel voor de lage stofgehalten. Eén labo nam deel met 2 filtersets voor zowel het hoge als het lage gehalte.

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

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

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

met

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

Naast een berekening van de totale meetonzekerheid werd eveneens voor elke parameter nagegaan of er een **significante systematische fout** optreedt. Als criterium werd hiervoor beroep gedaan op het resultaat van de vergelijking tussen de waarden van  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$  [2] en

$\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$  [3]. Wanneer  $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$  in absolute waarde groter of gelijk is aan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$  mag besloten worden dat er een significante systematische fout aanwezig is.

## 4.2.1 Lage stofconcentraties

### 4.2.1.1 KCl laag

Voor de belading van stoffilters met KCl (lage concentratie) werd er één resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde (laboratorium 5). Dit resultaat werd als uitschieter berekend.

Vijf laboratoria rapporteerden een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 1,63% zonder uitschieters en -11,06% met uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 7,03% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 5,66 mg of 0,40 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0163$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0266$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

### 4.2.1.2 KNO<sub>3</sub> laag

Voor de belading van stoffilters met KNO<sub>3</sub> (lage concentratie) werd er één resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde (labo 5). Dit resultaat is ook een uitschieter.

6 laboratoria (7 resultaten, want 1 laboratorium met een dubbele filterset voor de lage gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -12,13% met uitschieter en 0,41% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 3,11% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 12,18 mg of 0,38 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0041$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0118$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

### 4.2.1.3 (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) werden er twee resultaten gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde

(laboratoria 5 en 15). Deze resultaten, samen met het resultaat van laboratorium 4, werden eveneens als uitschieters berekend.

4 laboratoria (5 resultaten, want 1 laboratorium met een dubbele filterset voor de lage gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -15,91% met uitschieter en -1,86% zonder uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,94% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 19,90 mg of 0,39 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0187$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0087$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een significante systematische fout** optreedt.

## 4.2.2 Hoge stofconcentraties

### 4.2.2.1 KCl hoog

Voor de belading van stoffilters met KCl (hoge concentratie) is er één laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde (Laboratorium 5).

- 5 laboratoria (6 resultaten, want 1 laboratorium met een dubbele filterset voor de hoge gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%.
- Er zijn twee uitschieters (laboratoria 2 en 5).
- De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -13,95% met uitschieters en 0,06% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,42% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 87,39 mg of 0,36 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0006$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0019$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

### 4.2.2.2 KNO<sub>3</sub> hoog

Voor de belading van stoffilters met KNO<sub>3</sub> (hoge concentratie) is er één laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde (Laboratorium 5).

- 5 laboratoria (6 resultaten, aangezien 1 laboratorium met een dubbele filterset voor de hoge gehalten deelnam) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%.
- Er is één uitschieter (laboratorium 5).
- De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -14,12% met uitschieter en 0,18 zonder uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,20% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 114,76 mg of 1,38 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0018$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0049$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

#### 4.2.2.3 (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) is er één laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde (laboratorium 5).

- Laboratoria 2 en 5 zijn uitschieters.
- 5 laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%.
- De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -15,73 % met uitschieters en -0,39 zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,91% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 201,44 mg of 1,84 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0039$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0041$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

#### 4.2.3 Blanco's

Bij elke set filters werd 1 filter met UPW beladen en bleef 1 filter onaangeroerd. Deze beide filters fungeren als blanco's. Er worden door de deelnemende laboratoria geen hogere waarden gerapporteerd voor deze blanco's.



#### 4.2.4 Besluit stofbelading

De overall gemiddelde afwijking zonder uitschieters voor de lage stofbeladingen bedraagt -0,26 %; voor de hoge stofbeladingen bedraagt deze -0,04 %.

Omwille van het overschrijden van de grens van 10% afwijking ten opzichte van de aanmaakwaarde wordt van de laboratoria 5 en 15 verwacht dat zij een actieplan opstellen.

### 4.3 LABSVKL2012-4 Totaal koolwaterstoffen

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

Elk laboratoria 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 5 dient een actieplan op te stellen.

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:

- Dichloormethaan: 0,75 – 1,15 volgens EN 13526
- Aceton: 0,7 – 1,0 volgens EN 13526
- Benzeen: 0,8 – 1,1 volgens EN 13526

De relatieve respons factoren (RRF) van de deelnemende laboratoria worden eveneens weergegeven in bijlage LABS2012-4 Deel 3.

Praktisch moet elk laboratoria dat per component voor twee of meer stappen meer dan 0,1 afwijkt van de uiterste waarden van hoger vermelde bereiken een actieplan opstellen. Er worden geen actieplannen opgevraagd.

### 4.4 LABSVKL 2012-5 Anorganische rookgassen

Aan de ringtest anorganische rookgassen namen in totaal 13 laboratoria deel.

Tijdens de ringtest werden er negen referentierookgassen ter bemonstering aangeboden. De negen mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen stappen waren er zes 'kalibratiestappen' met één component in N<sub>2</sub> of lucht (< 0,4 vol% vocht absoluut); twee kalibratiestappen (SO<sub>2</sub> en NO) bevatte een bevochtigd dragergas. Drie stappen bevatten meerdere componenten waarvan één stap meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas.

Voor de stappen 7, 8 en 9 werd aan de deelnemende laboratoria de mogelijkheid geboden om een natchemische bemonstering uit te voeren voor de SO<sub>2</sub> bepaling. Vijf 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  $S_R$  opgegeven in de EN-normen voor CO, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> en O<sub>2</sub> en op de onzekerheid  $S_{Vito}$  op de VITO-referentiewaarde.

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

- Per stap is  $S_R$  berekend conform de formules uit de referentienorm
- Vervolgens is  $S_{Rtot}$  bepaald vanuit  $S_R$  en  $S_{Vito}$
- Op basis van  $S_{Rtot}$  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 2012-5: criteria anorganische rookgassen

Stap	Parameter	VITO-waarde	1S	$S_{Vito}$ (%)	$S_R$	$S_{Rtot}$	CI	min	max	VITO-waarde
stap 1	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>91,3</b>	<b>1,31</b>	1,20	4,08	4,25	8,5	82,8	99,8
stap 4	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>153,0</b>	<b>1,30</b>	1,99	4,81	5,20	10,4	142,6	163,4
stap 7	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>106,2</b>	<b>1,29</b>	1,37	4,25	4,47	8,9	97,3	115,1
stap 9	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>51,4</b>	<b>1,30</b>	0,67	3,61	3,67	7,3	44,0	58,7
stap 4	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>121,1</b>	<b>1,29</b>	1,56	8,22	8,37	16,7	104,3	137,8
stap 7	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>93,0</b>	<b>1,29</b>	1,20	6,78	6,88	13,8	79,2	106,7
stap 8	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>48,9</b>	<b>1,29</b>	0,63	4,52	4,56	9,1	39,8	58,1
stap 9	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>147,5</b>	<b>1,30</b>	1,92	9,58	9,77	19,5	128,0	167,1
stap 7	natchemisch SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>93,0</b>	<b>1,29</b>	1,20	6,78	6,88	13,8	79,2	106,7
stap 8	natchemisch SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>48,9</b>	<b>1,29</b>	0,63	4,52	4,56	9,1	39,8	58,1
stap 9	natchemisch SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>147,5</b>	<b>1,30</b>	1,92	9,58	9,77	19,5	128,0	167,1
stap 2	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>61,3</b>	<b>1,31</b>	0,80	3,04	3,14	6,3	55,0	67,6
stap 4	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>172,6</b>	<b>1,18</b>	2,04	4,74	5,16	10,3	162,3	182,9
stap 5	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>38,8</b>	<b>1,64</b>	0,64	2,69	2,77	5,5	33,3	44,3
stap 6	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>64,1</b>	<b>1,30</b>	0,83	3,08	3,19	6,4	57,7	70,5
stap 7	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>198,1</b>	<b>1,17</b>	2,32	5,13	5,63	11,3	186,8	209,3
stap 1	O <sub>2</sub>	vol %	<b>5,25</b>	<b>1,84</b>	0,10	0,09	0,13	0,26	4,98	5,51

stap 2	O2	vol %	<b>13,01</b>	<b>1,06</b>	0,14	0,17	0,22	0,44	12,58	13,45
stap 3	O2	vol %	<b>19,81</b>	<b>0,60</b>	0,12	0,24	0,27	0,53	19,27	20,34
stap 4	O2	vol %	<b>20,95</b>	<b>0,59</b>	0,12	0,25	0,28	0,56	20,39	21,51
stap 5	O2	vol %	<b>8,24</b>	<b>1,52</b>	0,13	0,12	0,17	0,35	7,89	8,59
stap 7	O2	vol %	<b>15,69</b>	<b>0,83</b>	0,13	0,20	0,24	0,47	15,22	16,16
stap 9	O2	vol %	<b>91,3</b>	<b>1,31</b>	1,20	4,08	4,25	8,5	82,8	99,8

Met betrekking tot de nauwkeurigheid van de uitgevoerde rookgasmetingen zijn volgende zaken vastgesteld:

#### 4.4.1 CO

- In de mengstappen werden geen afwijkingen groter dan 10% gerapporteerd.
- In de kalibratiestap rapporteren alle laboratoria met een afwijking lager dan 10%.
- Voor CO liggen alle gerapporteerde waarden binnen de toegestane afwijkingen.

#### 4.4.2 SO<sub>2</sub>

- In de droge mengstap (stap 4) hebben 2 laboratoria afwijkingen groter dan 10% (3 en 10). Alle resultaten liggen binnen het criterium.
- In de (vochtige) kalibratiestap (stap 8) hebben laboratoria 2, 3 en 10 afwijkingen hoger dan 10%. Het resultaat van laboratorium 2 ligt niet meer binnen de toegestane afwijking.
- In stap 7 (mengstap nat) hebben de laboratoria 1, 2, 3 en 10 afwijkingen groter dan 10%. Laboratoria 2 en 3 rapporteren waarden die buiten de criteria vallen.
- in stap 9 (mengstap droog) zijn er geen laboratoria met afwijkingen groter dan 10%. Alle resultaten liggen binnen het toegestane criterium.
- Voor de natchemische bemonstering rapporteren laboratoria 2 en 16 in stap 9 resultaten die buiten het criterium vallen. Alle overige resultaten voldoen aan de vooropgestelde criteria.

#### 4.4.3 NO<sub>x</sub>

- Voor de stappen waarin NO<sub>x</sub> werd aangeboden rapporteert labo 10 voor elke stap een resultaat dat buiten de criteria ligt. Laboratorium 9 heeft voor stap 7 een resultaat dat niet voldoet aan het vooropgestelde criterium.
- Alle ander resultaten hebben een afwijking lager dan 10% ten opzichte van de referentiewaarde.

#### 4.4.4 O<sub>2</sub>

- Er is geen kalibratiestap aangeboden.
- Enkel laboratorium 9 heeft in stappen 3 en 5 resultaten die buiten de criteria vallen.

#### 4.4.5 CO<sub>2</sub>

- Er is geen kalibratiestap aangeboden.
- Alle laboratoria rapporteren afwijkingen lager dan 10%, en vallen allemaal binnen de toegestane criteria.

Volgende laboratoria liggen voor 1 of meer stappen niet binnen de berekende intervallen: 2, 3, 9, 10 en 16. Deze laboratoria dienen een corrigerend actieplan op te stellen.

### 4.5 LABSVKL 2102-6 Gasvormig waterstoffluoride

Acht laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstoffluoride. Bij de ringtest werden twee stalen als halfuurgemiddelde aangeboden en één staal als uurgemiddelde. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-50 mg/Nm<sup>3</sup>.

In onderstaande tabel 6 worden de referentiewaarden weergegeven.

*Tabel 6: Referentieconcentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm<sup>3</sup>, bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.*

	Concentratie
Stap 1	12,15 mg/Nm <sup>3</sup>
Stap 2	4,59 mg/Nm <sup>3</sup>
Stap 3	1,35 mg/Nm <sup>3</sup>

#### 4.5.1 Bespreking

Als drempel voor het opstellen van een actieplan voor de bemonstering en analyse van gasvormig HF is voor stappen 1, 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 12,15 mg/Nm<sup>3</sup> HF aangeboden. Eén laboratorium (laboratorium 10) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde en dient een actieplan op te stellen.

#### 4.5.3 Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 4,59 mg/Nm<sup>3</sup> HF aangeboden. Eén laboratorium (laboratorium 10) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde en dient een actieplan op te stellen.

#### 4.5.4 Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde 1,35 mg/Nm<sup>3</sup> HF aangeboden. Eén laboratorium (laboratorium 4) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde en dient een actieplan op te stellen.

#### 4.5.5 Besluit HF

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

- op de in totaal 24 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (3 stappen, 8 laboratoria per stap) zijn er drie resultaten die 20 % of meer afwijken ten opzichte van de referentiewaarde.
- 6 van de 24 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk -13,9%, -11,5% en -9,2% voor de stappen 1, 2 en 3.
- Twee deelnemers rapporteren afwijkingen hoger dan 20% voor stap 1, 2 of 3 (Laboratoria 4 en 10). Deze laboratoria moeten een actieplan opstellen.



Gert Otten  
Coördinator



**Deel 2: Resultaten per laboratoria voor de ringtesten LABSVKL2012-2, LABSVKL2012-3, LABSVKL2012-4, LABSVKL2012-5 en LABSVKL2012-6**

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2012Deel2.xls'

**Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABSVKL2012-4, LABSVKL2012-5 en LABSVKL2012-6**

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2012-4Deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2012-5Deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2012-6Deel3.xls'

**Deel 4: Resultaten per parameter voor LABSVKL2012-2 en LABSVKL2012-3**

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2012-2,3Deel4.xls'

**Deel 5: Methodes per laboratoria**

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2012 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**

LABS2012	Technisch verantwoordelijken
LABS2012-2	Eddy Damen, Rob Brabers, Nic Moonen
LABS2012-3	Jef Daems
LABS2012-4	Frederick Maes
LABS2012-5	Frederick Maes
LABS2012-6	Eddy Damen
Dataverwerking	Bart Baeyens

---

## 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 met als doel het waarborgen, ontwikkelen, toepassen en in stand houden van de kwaliteit van luchtmetingen in Nederland binnen het kader 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 2012), 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 2012

De ringtesten gaan door op woensdag 30 mei en donderdag 31 mei.

In onderstaande tabel wordt een overzicht gegeven van de parameters die in 2012 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 laboratoria opgegeven. De prijzen zijn forfaitair en berekend op het aantal deelnemende laboratoria dat door VKL aan VITO werd opgegeven.

Naast de kostprijs per pakket wordt er ook een vaste kost per laboratoria aangerekend. Deze kostprijs is onafhankelijk van het aantal parameterpakketten waaraan een laboratorium deelneemt.

In 2012 zal de ringtest 'Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten' niet aangeboden worden tijdens de ringtesten LABSVKL 2012. Laboratoria die toch wensen deel te nemen aan deze ringtest krijgen de mogelijkheid om in te schrijven voor ringtest 'LABS2012-1: Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten' die georganiseerd wordt voor de Belgische laboratoria op 25 april 2012.

Zie punt 2.4 voor meer informatie in verband met deze ringtest.

Parameters	Distributie- datum	Kosten deelname per laboratoria en per pakket (EUR, excl. BTW)
LABS2012-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies	25/04/2012	1200
LABSVKL2012-2: bepaling van de fysische parameters in emissies	30/05/2012 en 31/05/2012	1080
LABSVKL2012-3: stofweging	30/05/2012 en 31/05/2012	880

Parameters	Distributie- datum	Kosten deelname per laboratoria en per pakket (EUR, excl. BTW)
LABSVKL2012-4: continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren	31/05/2012	1080
LABSVKL2012-5: 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	31/05/2012	1080
LABSVKL2012-6: bepaling van gasvormig HF	30/05/2012	1190
LABSVKL2012-7: analyse vliegastaal voor zware metalen	30/05/2012 en 31/05/2012	1100
<b>+ vaste kost per laboratoria</b> voor inschrijving VKL ringtest (2012) onafhankelijk van aantal parameterpakketten		400

## 2.4 Verloop van de ringtest

### LABS 2012-1

Tijdens de ringtest **identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies** (opgepast: woensdag 25 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 laboratoria zelf gerealiseerd te worden. Dit gebeurt d.m.v. een vrouwelijk stuk (Notulen 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. 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 laboratoria verplicht is om gedurende heel deze periode te bemonsteren. Er wordt nog een invulformulier gemaïld waarbij dient aangegeven te worden op welk adsorbens er wordt bemonsterd en met welk solvent gedesorbeerd wordt. **Gelieve dit in te vullen en te mailen, samen met de bevestiging voor deze ringtest.** Bedoeling is uiteraard om dezelfde methodes te gebruiken dan tijdens veldmetingen 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 11 mei te bereiken.

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



## Componentenlijst

### 1. Aromatische koolwaterstoffen

Benzeen  
Isopropenylbenzeen (alfa-methylstyreen)  
Isopropylbenzeen (cumeen)  
Styreen  
Tolueen  
Trimethylbenzeen (som van 1,2,3-tmb;  
1,2,4-tmb en 1,3,5-tmb)  
Xyleen (som van o-xyleen, m-xyleen en p-  
xyleen)  
Chloorbenzeen  
Ethylbenzeen

### 2. Alifatische halogeenkoolwaterstoffen

Tetrachloorethyleen  
1,1,2-trichloorethaan  
1,1,1-trichloorethaan  
Tetrachloormethaan  
1,2-dibroommethaan  
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  
Dibuthylethers  
Di-ethylether  
Di-isopropylether

### 6. Alcoholen

Alkylalcoholen (C1-C8)  
Furfurylalcohol

## LABSVKL 2012-2

De ringtest voor de parameters **temperatuur, druk, volume en watergehalte** zal doorgaan zowel op woensdag 30 als op donderdag 31 mei 2012. De ringtest volume zal vanaf woensdag 30 mei 14u00 gestart worden. Op donderdag 31 mei 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 betreffende 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 pitotbuizen 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. siliconenslang met een inwendige diameter van 6 mm). Voor deze proef wordt een totaalduur van 20 minuten per deelnemer voorzien.
- 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 HF, 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 15 juni de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

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

**LABSVKL 2012-3**

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 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 filters worden voor zover mogelijk ook de dag zelf terug meegegeven, in het andere geval worden ze nadien bezorgd via een taxidienst.

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

**LABSVKL 2012-4**

Tijdens de ringtest voor de **continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren** (donderdag 31 mei 9u30-11u30 in gebouw Prodem) bevindt het testgas zich in een glazen distributieleiding die voorzien is van de nodige staalnamepunten. De verbinding van de totaal koolwaterstofmonitor met de leiding dient door de laboratoria zelf gerealiseerd te worden. Dit gebeurt d.m.v. een vrouwelijk stuk (Rotulex 19/9) met een bevestigingsklem (690-23) en een dichting (690-03).

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 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 wijzen u erop dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden, waarna u nog tot 15 juni de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

**LABSVKL 2012-5**

Bij de ringtest voor de continue meting van **anorganische rookgassen** (donderdag 31 mei van 13u00 tot 17u00 in gebouw Prodem) zullen er 9 stappen ter bemonstering worden aangeboden, al of niet in aanwezigheid van vocht. De laboratoria dienen dan ook de nodige maatregelen te treffen om condensatie in de aanzuigleiding te vermijden. We vragen om aanzuigleidingen van minimaal 30 m te gebruiken (laboratoria ligt op de tweede verdieping). In alle stappen zijn de concentraties van de rookgassen constant.

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 laboratoria eveneens een natchemische staalname kunnen uitvoeren. De duurtijd van deze stappen is minimaal 30 min. Voor deze natchemische opstelling kunnen de laboratoria het materiaal opstellen in het betreffende laboratoria.

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 laboratoria 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 15 juni de tijd om eventuele correcties aan te geven.

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

**LABSVKL 2012-6**

Bij de ringtest voor gasvormig HF (woensdag 30 mei van 10u00-12u00 in gebouw LAN) worden in het totaal drie stalen als halfuur- of uurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-50 mg/Nm<sup>3</sup>.

Deze metingen kunnen in principe door één persoon worden uitgevoerd. Omwille van de beperkte ruimte in het laboratoria wordt gevraagd dat de bemonstering van gasvormig HF door maximaal 2 personen per laboratoria 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 laboratoria moet enkel de aanzuigleiding voorzien (aanzuigleiding van 6 mm buitendiameter).

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

**LABSVKL 2012-7**

Voor de ringtest analyse vliegastaal voor zware metalen dient elk deelnemend laboratorium een analyse uit te voeren op één vliegastaal. Het staal zal u bezorgd worden in het gebouw LAN op woensdag 30 of donderdag 31 mei.

De mogelijk aanwezige metalen worden opgegeven in het invulformulier.

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 2012-4)</li> <li>• Bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (LABSVKL 2012-5)</li> </ul>
Gebouw Lucht-analyses (LAN)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Verdeling vliegastaal voor zware metalen en verdeling filters stofweging (LABSVKL 2012-7 en LABSVKL 2012-3)</li> <li>• Bepaling van de fysische parameters in emissies (LABSVKL 2012-2)</li> <li>• Bepaling van gasvormig HF (LABSVKL 2012-6)</li> </ul>

Er wordt gevraagd om voor de ringtesten LABSVKL 2012-2, LABSVKL 2012-4 en LABSVKL 2012-5 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, LABSVKL 2010-6 en LABSVKL 2012-7) en dit op het e-mailadres [bart.baeyens@vito.be](mailto:bart.baeyens@vito.be). **De resultaten dienen ten laatste vrijdag 15 juni doorgestuurd te worden.** Per laboratorium wordt slechts één set resultaten aanvaard, namelijk de set van het laatst doorgestuurde elektronisch invulformulier.

**Dit elektronisch invulformulier, dat moet gebruikt worden om de resultaten in te geven en aan VITO te bezorgen, wordt u nog via e-mail toegestuurd.** 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. **Er wordt gevraagd om alle resultaten af te ronden naar drie beduidende cijfers.** Resultaten met meer beduidende cijfers worden door VITO afgerond, voorafgaand aan de verwerking.

Overzicht rapporteertermijnen ringtest 2012:

Distributiedatum	Parameter	Uiterste datum voor rapportering
30 en 31/05/2012	LABSVKL2012-2 LABSVKL2012-4 LABSVKL2012-5	Dag van deelname + elektronische bevestiging tot 15/06/2012
	LABSVKL2012-3 LABSVKL2012-6 LABSVKL2012-7	Elektronische rapportering tot 15/06/2012

## 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 van de 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 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>, O<sub>2</sub>):  
Het criterium is gebaseerd op de formules van de maximale toelaatbare reproduceerbaarheid SR opgegeven in de EN-normen voor CO, NO, NO<sub>2</sub>, SO<sub>2</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 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 HF: 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 laboratoria wordt een procentuele afwijking berekend op basis van de rapporteergrens.

Hiernaast zal een evaluatie gebeuren met behulp van z-scores, waarbij de standaardafwijking bekomen wordt 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) worden voor de gemeten parameters volgende principes 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.

## 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 2012 zullen de laboratoria via e-mail de uitnodiging ontvangen om zich via een webapplicatie te registreren als deelnemer aan de ringtesten lucht (LABSVKL 2012). Hierin zullen ook richtlijnen i.v.m. de verdere administratieve afhandeling van de inschrijving (facturatie, ...) opgenomen worden.



**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

DOW Eco Chemlab  
H H Dowweg 5  
4542 NM Hoek

ELM BV  
Hoofdstraat 51  
99514 BB Gasselternijveen

Emission Care BV  
Slotlaan 265  
3701GG Zeist

Intertek  
Postbus 606  
6160 AP Geleen

Pro Monitoring  
Mercuriusweg 37  
3771 NC Barneveld

Provincie Gelderland Bureau Milieumetingen  
Markt 9  
6811CG Arnhem

Provincie Noord Brabant  
Postbus 90151  
5200 MC 's-Hertogenbosch

SGS Nederland BV - Environmental Services  
Leemansweg 51  
6827 BX Arnhem

Shell Nederland Raffinaderij B.V.  
Vondelingeweg 601  
Postbus 3000 3190  
GA Hoogvliet Rotterdam

Tata Steel IJmuiden B.V. afd. Environmental Management  
Postbus 10000  
1970 CA IJmuiden

Tauw bv  
Handelskade 11  
7417 DE Deventer

TCKI  
Florijnweg 6  
6883 JP Velp

## 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
HF:	20% voor de stappen 1, 2 en 3