

EINDRAPPORT

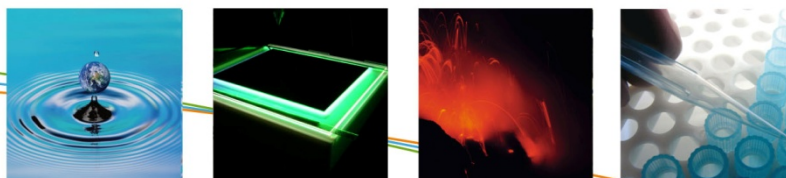
# Derdelijnscontrole Lucht georganiseerd in opdracht van de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen VKL uit Nederland

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

B. Baeyens, R. Brabers, G. Lenaers, F. Maes, W. Swaans, G. Otten

2014/MRG/R/117

December 2014







## Samenvatting

Op woensdag 7 en donderdag 8 mei 2014 werd er door de Vlaamse Instelling voor Technologisch Onderzoek VITO, in de eigen laboratoria-infrastructuur een derdelijnscontrole “lucht” georganiseerd via een aantal ringtesten in opdracht van de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen, kortweg VKL, uit Nederland.

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

De volgende ringtesten werden aangeboden op 7 en 8 mei 2014:

1. LABSVKL2014-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2014-3: stofweging conform EN 13284-1
3. LABSVKL2014-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
4. LABSVKL2014-5: de continue meting van anorganische rookgassen
5. LABSVKL2014-6: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

Wegens het beperkt aantal verwachte inschrijvingen voor de ringtest ‘LABSVKL2014-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten’ werd deze test niet aangeboden op 7 en 8 mei 2014 en werd de mogelijkheid geboden om deel te nemen aan de ringtest georganiseerd voor de Belgische laboratoria op 23 april 2014. Er hebben geen Nederlandse laboratoria deelgenomen aan deze ringtest.

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.

Voor de beoordeling van de Nederlandse meetlaboratoria worden in dit rapport de criteria (prestatiekenmerken, zie bijlage 4 van het rapport) genomen die door VKL aan VITO werden bezorgd. Op basis van de beoordeling worden desgevallend corrigerende actieplannen opgevraagd. In een apart schrijven worden de in Vlaanderen kandidaat erkende laboratoria, of deelnemende Belgische laboratoria, indien relevant, aangepaste criteria en de vraag naar actieplannen gecommuniceerd.

## LABSVKL 2014-2: Parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte

De ringtest voor de bepaling van temperatuur, druk, volume en watergehalte werd doorlopend gehouden in gebouw LAN op 7 en 8 mei.

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 temperatuurmeting werd één temperatuur in de range van 50 tot 200°C aangeboden.

Voor de bepaling van de gassnelheid werden twee verschillende snelheden aangeboden (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 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 drie actieplannen opgevraagd: geen voor volumebepaling, geen voor temperatuurmeting, één voor de snelheidsmeting (labo 482) en twee voor de waterbepaling (laboratoria 249 en 342).

### **LABSVKL2014-3 Stofweging**

Aan de ringtest stofweging namen in totaal 6 laboratoria deel.

Voor de weging van lage gehalten en voor deze van hoge gehalten 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.

Er moeten geen actieplannen opgesteld worden.

### **LABSVKL2014-4 Bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies**

Zeven laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. De ringtest werd gehouden op 8 mei van 10u00 tot 12u00 in gebouw Prodem.

In totaal werden dertien stappen aangeboden van telkens 10 minuten waarvan vier stappen propaan en drie stappen per component voor drie andere componenten.

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

Er dienen geen actieplannen opgesteld te worden.

In de stappen 1 tot 6 werd het zuurstofsynergisme getest. Dit werd zowel op spanniveau (+/- 80 mgC/Nm<sup>3</sup>) getest in stappen 1, 2 en 3 als op zeroniveau in stappen 4, 5 en 6.

Als criterium wordt een absolute variatie van 2% van de monitorrange - genomen als 200 ppm- binnen de stappen 1, 2 en 3 en binnen de stappen 4, 5 en 6 aangehouden na correctie van de meetwaarden voor de eventuele verschillen in referentiewaarde.

Er zijn geen laboratoria met een overschrijding van het criterium.

Voor de niet-propaanstappen worden de relatieve responsfactoren (RRF) beoordeeld gebruik makend van de criteria weergegeven in de Europese normen.

Er werden geen overschrijdingen vastgesteld.

### **LABSVKL 2014-5 Anorganische rookgassen**

Elf laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest anorganische rookgassen. De ringtest werd gehouden op 8 mei van 13u00 uur tot 16u00 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 vijf 'kalibratiestappen' met één component in N<sub>2</sub> of lucht waarvan vier stappen met minder dan 0,3 vol% vocht absoluut en één stap (SO<sub>2</sub>) in een bevochtigd dragergas. Vier stappen bevatten meerdere componenten waarvan twee stappen meerdere componenten bevatten in een bevochtigd dragergas.

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 SVITO op de VITO-waarde. Voor CO<sub>2</sub> wordt een maximale afwijking van 20% toegestaan.

Volgende laboratoria liggen voor 1 of meer stappen niet binnen de berekende intervallen: 585, 835 en 853. Deze laboratoria dienen een corrigerend actieplan op te stellen.

### **LABSVKL2014-6 Gasvormig waterstoffluoride**

Zeven laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstoffluoride. Bij de ringtest werden 2 stalen als halfuurgemiddelde en 1 staal als uurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 0-50 mg/Nm<sup>3</sup>. Elk laboratorium dat voor één van deze stappen een afwijking groter dan 20% heeft, dient een actieplan op te stellen. Laboratoria 127, 187, 215, 249 en 516 dienen een actieplan op te stellen.

## Inhoud

<b>Samenvatting</b>	<b>IV</b>
<b>Inhoud</b>	<b>VIII</b>
<b>Lijst van tabellen</b>	<b>XI</b>
<b>Lijst van figuren</b>	<b>XII</b>
<b>HOOFDSTUK 1 SITUERING VAN DE LABS-RINGTEST</b>	<b>13</b>
<b>HOOFDSTUK 2 AANMAAK REFERENTIE</b>	<b>14</b>
2.1 <i>LABSVKL 2014-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte</i>	14
2.1.1 Temperatuur	14
2.1.2 Volume	15
2.1.3 Gassnelheid	16
2.1.4 Watergehalte	17
2.2 <i>LABSVKL 2014-3 Stof belading</i>	18
2.2.1 Validatie	18
2.2.2 Ringtest stofweging	19
2.3 <i>LABSVKL 2014-4 Totaal koolwaterstoffen</i>	19
2.3.1 Inleiding	19
2.3.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas	19
2.4 <i>LABSVKL 2014-5 Anorganische rookgassen</i>	20
2.4.1 Inleiding	20
2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren testgas	20
2.5 <i>LABSVKL 2014-6 Gasvormig waterstoffluoride</i>	22
<b>HOOFDSTUK 3 VERWERKING RESULTATEN</b>	<b>24</b>
3.1 <i>Parameterbeoordeling</i>	24
3.2 <i>Statistische verwerking ringtesten LABSVKL2014-4, LABSVKL2014-5 en LABSVKL2014- 6</i>	25
3.3 <i>Statistische verwerking ringtesten LABSVKL2014-2 en LABSVKL2014-3</i>	25
<b>HOOFDSTUK 4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN</b>	<b>27</b>
4.1 <i>LABSVKL 2014-2 fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte</i>	27
4.1.1 Volumebepaling	27
4.1.2 Temperatuur	28
4.1.3 Snelheidsmetingen	28
4.1.3.1 Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid	29
4.1.3.2 Voor de S-pitotbuizen lage snelheid	29
4.1.3.3 Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid	29
4.1.3.4 Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid	30
4.1.4 Waterbepaling	30
4.2 <i>LABSVKL 2014-3 Stof</i>	31



4.2.1	Lage stofconcentraties	32
4.2.1.1	KCl laag	32
4.2.1.2	KNO <sub>3</sub> laag	32
4.2.1.3	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> laag	32
4.2.2	Hoge stofconcentraties	33
4.2.2.1	KCl hoog	33
4.2.2.2	KNO <sub>3</sub> hoog	33
4.2.2.3	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> hoog	34
4.2.3	Blanco's	34
4.2.4	Besluit stofbelading	34
4.3	<i>LABSVKL 2014-4 Totaal koolwaterstoffen</i>	35
4.4	<i>LABSVKL 2014-5 Anorganische rookgassen</i>	35
4.4.1	CO	37
4.4.2	SO <sub>2</sub>	37
4.4.3	NO <sub>x</sub>	37
4.4.4	O <sub>2</sub>	38
4.4.5	CO <sub>2</sub>	38
4.5	<i>LABSVKL 2014-6 Gasvormig waterstoffluoride</i>	38
4.5.1	Bespreking	38
4.5.2	Stap 1	39
4.5.3	Stap 2	39
4.5.4	Stap 3	39
4.5.5	Besluit ringtest HF	39
<b>Deel 2: Resultaten per laboratorium voor de ringtesten LABSVKL2014-2, LABSVKL2014-3, LABSVKL2014-4, LABSVKL2014-5 en LABSVKL2014-6</b>		<b>41</b>
<b>Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABSVKL2014-4, LABSVKL2014-5 en LABSVKL2014-6</b>		<b>41</b>
<b>Deel 4: Resultaten per parameter voor LABSVKL2014-2 en LABSVKL2014-3</b>		<b>41</b>
<b>Referenties</b>		<b>43</b>
<b>BIJLAGEN</b>		<b>45</b>
	Bijlage 1: Lijst met technisch verantwoordelijken	45
	Bijlage 2: Uitnodiging	46
<b>1.</b>	<b>IDENTIFICATIE</b>	<b>46</b>
1.1	<i>Opdrachtgever</i>	46
1.2	<i>Opdrachtuitvoerder(s)</i>	46
1.3	<i>Coördinatie (PT provider)</i>	46
<b>2.</b>	<b>BESCHRIJVEND GEDEELTE</b>	<b>47</b>
2.1	<i>Doelstelling</i>	47
2.2	<i>Contactpersoon VITO</i>	47
2.3	<i>Programma 2014</i>	47
2.4	<i>Verloop van de ringtest</i>	50
2.5	<i>Ringtest en veiligheid</i>	56

---

2.6	<i>Rapportering</i>	57
2.7	<i>Verwerking van de ringtestresultaten</i>	58
2.8	<i>Rapportering van de beoordeling naar de laboratoria</i>	59
<b>3.</b>	<b>INSCHRIJVINGSMODALITEITEN</b>	<b>59</b>
	Bijlage 3: Lijst van de deelnemende laboratoria	60
	Bijlage 4: Prestatiekenmerken VKL Ringonderzoek	62

## Lijst van tabellen

Tabel 1: Procentuele afwijking na 1, 2, 3 en 16 u droging bij een temperatuur van 160 °C .....	18
Tabel 2: Referentieconcentratie van de verschillende componenten en gerelateerd zuurstofgehalte tijdens de ringtest LABSVKL 2014-4.....	20
Tabel 3: Referentieconcentraties van de rookgascomponenten tijdens de ringtest LABSVKL 2014-5 .....	21
Tabel 4: Uitgebreide relatieve meetonzekerheid (2s) op de gegenereerde gasconcentratie (%) .....	22
Tabel 5: LABSVKL 2014-5: criteria anorganische rookgassen .....	36
Tabel 6: Referentieconcentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm <sup>3</sup> , bij 0°C en 1013 mbar, droog gas. ....	38

**Lijst van figuren**

Figuur 1: Schematische voorstelling van de windtunnel.....	16
Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels .	17

---

## HOOFDSTUK 1                      SITUERING VAN DE LABS-RINGTEST

---

Op woensdag 7 en donderdag 8 mei 2014 werd door VITO in het kader van een externe kwaliteitscontrole voor een aantal Nederlands meetlaboratoria een derdelijnscontrole “Lucht” georganiseerd via een aantal ringtesten en dit in opdracht van de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen (VKL) uit Nederland. 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 ringtesten namen naast een aantal VKL-leden ook een aantal Nederlandse provinciale laboratoria en bedrijfslaboratoria deel (mogelijk toekomstige leden van VKL).

Volgende zes parameterpakketten werden bij de ringtesten van 2014 aangeboden.

1. LABSVKL2014-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2014-3: stofweging conform de EN 13284-1
3. LABSKVL2014-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
4. LABSVKL2014-5: de continue meting van anorganische rookgassen
5. LABSVKL2014-6: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

Wegens het beperkt aantal verwachte inschrijvingen voor de ringtest ‘LABSVKL2014-1 ‘identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten’ werd deze test niet aangeboden op 7 en 8 mei 2014 en werd de mogelijkheid geboden om deel te nemen aan de ringtest georganiseerd voor de Belgische laboratoria op 23 april 2014. Er hebben geen Nederlands laboratoria deelgenomen aan deze ringtest.

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 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 LABSVKL2014-2 tot en met LABSVKL2014-6 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 2014-2 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 gefluïdiseerd zandbad van het merk Techne, type SBL-2. Dit bad heeft een diameter van 22,8 cm, een nuttige diepte van 14 cm en bevat  $\pm 16$  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 ringtest volume 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 atmosferedruk (0,1 tot 0,3 hPa).

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, referentiemanometer.

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. Deze druk wordt 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 onzekerheden zijn afkomstig van de schommelingen in atmosferedruk en temperatuur alsook de diameter van de klok.

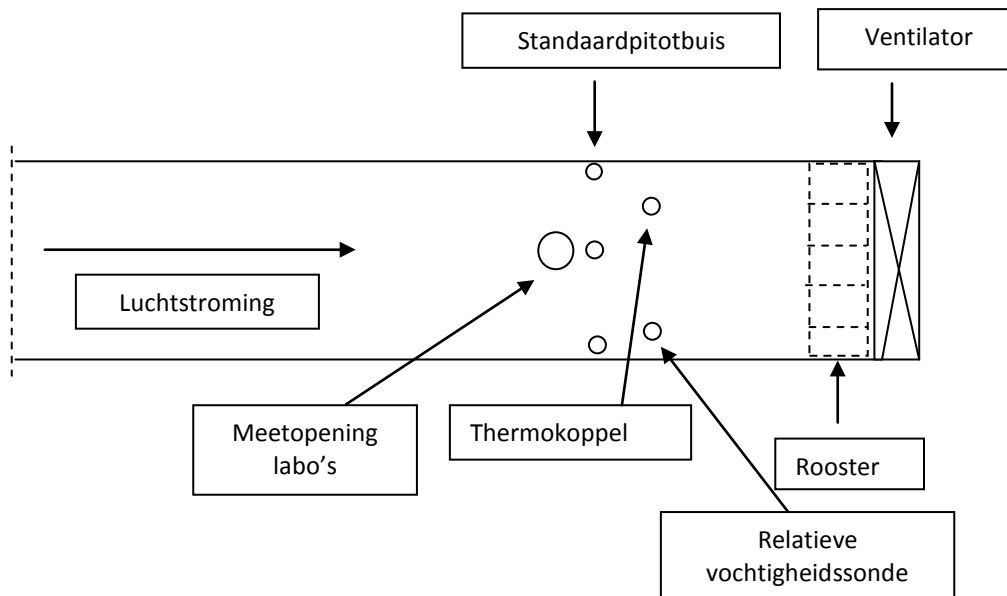
De totale relatieve fout, uitgedrukt als standaarddeviatie, bedraagt 0,2%. De geëxpandeerde meetonzekerheid (dekkingsfactor 2) of de 95% betrouwbaarheid is gelijk aan 0,4 % of 0,4 l op 100 l.

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 frequentie gestuurde 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 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 ringtesten 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 aangeboden lage en 2,1% voor de aangeboden hoge snelheden afgeleid.

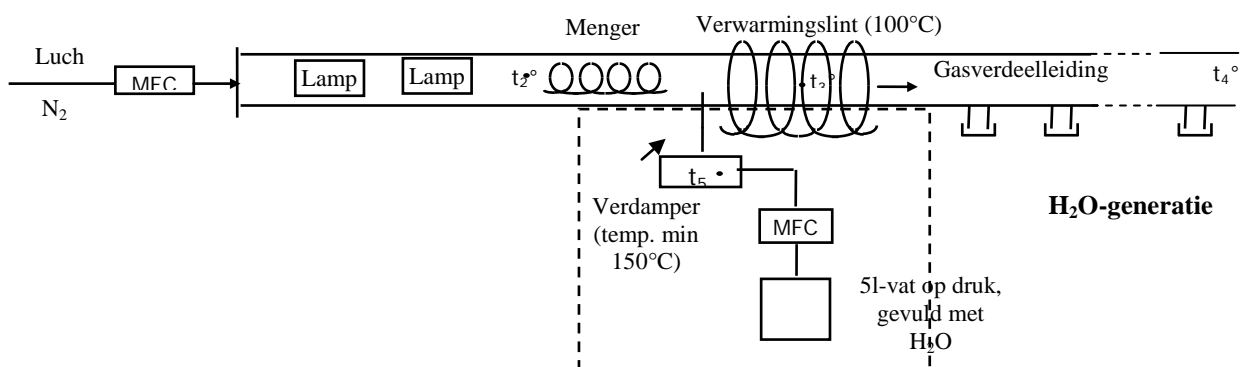
#### 2.1.4 Watergehalte

Het genereren van waterdamp gebeurt met een met water gevuld vat van 5 liter, een massadebietsmeter voor water (0-1000 g/h) en een verdamper (= stoompot). Het vat wordt op 1 bar overdruk geplaatst 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 mengers 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 het waterdebiet in een erlenmeyer geplaatst op een balans te leiden. Deze balans registreert de gewichtstoename en wordt uitgelezen 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 2014-3 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 1 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, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O, KNO<sub>3</sub> 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 CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>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, KNO<sub>3</sub> en de blanco filter (UPW) reeds na 1 uur droging, een weging worden uitgevoerd. Voor CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>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 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 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,  $\text{KNO}_3$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  en ultrapuurwater. 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  $20 \text{ mg/Nm}^3$  en aan de test met hoge gehalten van 20 tot  $120 \text{ mg/Nm}^3$ .

## 2.3 LABSVKL 2014-4 Totaal koolwaterstoffen

### 2.3.1 Inleiding

Tijdens de ringtest "Totaal Koolwaterstoffen" werden propaan, isopropanol en m-xyleen aangeboden. De concentraties varieerden van 0 tot  $154,87 \text{ mgC/Nm}^3$ . 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 isopropanol en m-xyleen 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 vanuit een gasfles. Alle concentraties worden berekend steunende op gegevens traceerbaar naar primaire standaarden.

In de stappen 1 tot 6 werd het zuurstofsynergisme getest. Dit werd zowel op spanniveau ( $\pm 80 \text{ mgC/Nm}^3$ ) getest in stappen 1, 2 en 3 als op zeroniveau in stappen 4, 5 en 6. Als criterium wordt een absolute variatie van 2% van de monitorrange -genomen als 200 ppm- binnen de stappen 1, 2 en 3 en binnen de stappen 4, 5 en 6 aangehouden na correctie van de meetwaarden voor de eventuele verschillen in referentiewaarde.

Tabel 2: Referentieconcentratie van de verschillende componenten en gerelateerd zuurstofgehalte tijdens de ringtest LABSVKL 2014-4

Stap	Component	Concentratie (mgC/Nm <sup>3</sup> ) (*)	O <sub>2</sub> -gehalte (%)
1	Propaan	80,90	0,00
2	Propaan	82,34	20,95
3	Propaan	81,62	6,48
4	N <sub>2</sub>	0,00	0,00
5	Lucht	1,45	5,98
6	Lucht	0,72	20,52
7	Isopropanol	117,99	0,00
8	Isopropanol	80,62	5,98
9	Isopropanol	88,80	20,38
10	m-Xyleen	112,58	20,52
11	m-Xyleen	154,87	8,87
12	m-Xyleen	108,78	0,00
13	Propaan	80,90	0,00

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

## 2.4 LABSVKL 2014-5 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 vijf 'kalibratiestappen' met één component in N<sub>2</sub> of lucht waarvan vier stappen met minder dan 0,3 vol% vocht absoluut en één stap (SO<sub>2</sub>) in een bevochtigd dragergas. Vier 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 waarbij de referentiewaarde wordt berekend op basis van het kalibratiecertificaat.

De verdunning 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 dedicated analysers.

De aangeboden concentraties in de verschillende stappen zijn constant (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 2014-5*

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				25,45	25,45	8,37		< 0,3
2		89,60				16,39		6,1
3		63,40				16,39		< 0,3
4	81,19	75,75	134,10	18,66	152,76	4,46	4,06	< 0,3
5	81,20	75,76	134,12	18,66	152,78	7,89	4,06	5,7
6			76,47	14,58	91,05	16,31		6,0
7		61,01	195,14	37,36	232,50	8,29		5,9
8			73,81		73,81	5,21		< 0,3
9	98,69					20,95		< 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				3,3	3,3	0,25	
2		2,7				0,25	
3		2,7				0,25	
4	2,6	2,7	2,7	3,3	2,4	0,17	2,6
5	2,6	2,7	2,7	3,2	2,4	0,25	2,6
6			2,7	3,3	2,4	0,26	
7		2,7	2,7	3,3	2,4	0,25	
8			2,7		2,7	0,19	
9	2,6					0,25	

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

## 2.5 LABSVKL 2014-6 Gasvormig waterstoffluoride

Bij de ringtest gasvormig HF werden in twee stappen van een half uur en één stap van een uur drie concentraties aangeboden in de range van 0 - 50 mg/Nm<sup>3</sup>.

Een verdunde HF-oplossing (0,185 g HF/kg of 1,015g HF/kg of 2,222 g HF/kg 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 verwarmde N<sub>2</sub>-gasstroom van ± 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 net voor en na de ringtest plaats.

De HF-generatie-oplossingen worden aangemaakt door verdunning vanuit een aangekochte en geanalyseerde 49,7% HF-oplossing.

De verschillende oplossingen werden ter controle met doorstroomspectrometrie geanalyseerd.



---

**HOOFDSTUK 3****VERWERKING RESULTATEN**

---

**3.1 Parameterbeoordeling**

Voor de ringtesten LABSVKL2014-2, LABSVKL2014-3, LABSVKL2014-4, LABSVKL2014-5 en LABSVKL2014-6 wordt in deel 2 (Resultaten per deelnemer) voor elk deelnemend labo een overzicht gegeven van de resultaten van alle ringtesten waaraan het labo in 2014 deelnam. De resultaten worden beoordeeld t.o.v. een referentiewaarde. De maximale toegestane afwijkingen -welke rekening houdt met de prestatie-eisen in de regelgeving en in overleg met VKL werd vastgelegd- bedragen:

- voor stof:
  - 10% voor het lage gehalte
  - 10% voor het hoge gehalte
- 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<sub>x</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, 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%
- voor TOC met FID:
  - 15% voor stappen 1, 2, 3 en 13
  - voor zuurstofsynergisme: absolute variatie van 2% van de monitorange - genomen als 200 ppm - binnen de stappen 1, 2 en 3 en binnen de stappen 4, 5 en 6 na correctie van de meetwaarden voor de eventuele verschillen in referentiewaarde
- voor HF: 20% voor de stappen 1, 2 en 3



Bij de verwerking en beoordeling van de resultaten worden voor de gemeten parameters volgende principes toegepast:

- Afwijkingen kleiner dan het vooropgestelde criterium worden als goed beoordeeld; kleurcode groen
- Afwijkingen groter dan het vooropgestelde criterium worden als slecht beoordeeld; kleurcode rood.

### 3.2 Statistische verwerking ringtesten LABSVKL2014-4, LABSVKL2014-5 en LABSVKL2014-6

Voor de ringtesten LABSVKL2014-4, LABSVKL2014-5 en LABSVKL2014-6 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.

Bij de verwerking en beoordeling van de statistische resultaten worden voor de gemeten parameters volgende principes toegepast:

- absolute z-scores kleiner dan of gelijk aan 2 worden als goed beoordeeld; kleurcode groen
- absolute z-scores groter dan 2 maar kleiner dan of gelijk aan 3 worden als twijfelachtig beoordeeld; kleurcode oranje
- absolute z-scores groter dan 3 worden als slecht beoordeeld; kleurcode rood.

### 3.3 Statistische verwerking ringtesten LABSVKL2014-2 en LABSVKL2014-3

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 t.o.v. 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 LABSVKL 2014-2 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%

**4.1.1 Volumebepaling**

Het aantal deelnemers bedraagt 8.

De aangezogen volumes bij de bepaling van deze parameter waren gelegen tussen 63,53 Nldr en 167,01 Nldr. Er werd één uitschieter berekend met behulp van de Grubbstest (Labo 324). De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 1,34% met uitschieter en 2,64% zonder uitschieter.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 6 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%;
- voor 3 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%.

Er is geen laboratorium dat een relatieve afwijking rapporteert van meer dan **8 %**.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 5,24% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 99,75 Nldr of 5,23 Nldr.

Uit de waarden voor  $\bar{z} = 0,0264$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0198$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een significante systematische fout** optreedt bij de volumemetingen.

#### 4.1.2 Temperatuur

Het aantal deelnemers bedraagt 8.

Bij de temperatuurmeting varieerden de aangeboden waarden van 104,81°C tot 105,12°C. Er zijn geen uitschieters. De gemiddelde absolute afwijking bedraagt 0,55°C absoluut.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- Alle 8 laboratoria vertoonden afwijkingen van minder dan 2,7°C;
- 6 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 1,0°C;

Aan laboratoria die een afwijking vertonen van meer dan **2,7°C absoluut**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Er worden geen corrigerende actieplannen opgevraagd.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters werd de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,87°C absoluut op een gemiddelde referentiewaarde van 104,99°C of 1,78 % 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  $\bar{z} = 0,5525$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,6617$ . Hieruit mag besloten worden dat er **geen 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. De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 6,05 en 6,12 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 6,07 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 12,04 en 12,16 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 12,11 m/s.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een S-pitot bedraagt acht. Vijf deelnemers hiervan (laboratoria 187, 482, 516, 585, 835) nemen deel met 2 verschillende exemplaren. De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 6,03 en 6,27 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 6,12 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 12,05 en 12,46 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 12,17 m/s.

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

- Alle 4 de laboratoria rapporteerden een waarde die minder dan 10 % afweek;
- 3 laboratoria hadden een afwijking van minder dan 5%;
- er zijn geen uitschieters;
- de gemiddelde afwijking bedraagt -2,11%.

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 0,72 m/s of 11,80% van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting laag met een standaardpitotbuis werd **geen significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0211$  kleiner is dan

$$2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0590.$$

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

- 12 van de 13 resultaten wijken minder dan 10 % af;
- 9 resultaten (voor 5 labo's meerdere resultaten) hadden een afwijking van minder dan 5%;
- er is één uitschieter (labo 482);
- de gemiddelde afwijking bedraagt 0,81% met uitschieter, en -3,66% zonder uitschieter.

Aan de laboratoria die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **12,5%** wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Labo 482 dient een actieplan op te stellen.

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als  $2s_D$  bedraagt 0,38 m/s of 6,19% van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting laag met een s-pitotbuis werd **een significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0366$  groter is dan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0179$ .

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

- alle 4 de laboratoria rapporteerden waarden die minder dan 8 % afweken;
- 3 laboratoria hadden een afwijking van minder dan 3%
- er zijn geen uitschieters;

- de gemiddelde afwijking bedraagt -1,28%.

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 1,02 m/s of 8,45 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting hoog met een standaardpitotbuis werd **geen significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0128$  kleiner is dan

$$2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0423.$$

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

- er is één laboratorium dat een waarde rapporteerde die meer dan 10 % afweek (labo 249);
- acht resultaten wijken minder dan 3% af;
- er zijn twee uitschieters (laboratoria 249 en 482);
- de gemiddelde afwijking bedraagt -2,68% met uitschieters en -2,57% zonder uitschieters.

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 0,39 m/s of 3,23% van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting hoog met een s-pitotbuis werd **een significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van  $\bar{z} = 0,0257$  groter is dan  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0097$ .

#### 4.1.4 Waterbepaling

Voor de waterbepaling werd er een gemiddelde waterconcentratie van 10,49% aangeboden. Het aantal deelnemers bedraagt 8. Er is 1 uitschieter (laboratorium 249). De gemiddelde relatieve afwijking met uitschieters bedraagt -8,53%, zonder uitschieter -2,26%.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 2 deelnemers hadden een afwijking van meer dan 15% (Laboratoria 249 en 324);
- 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. Laboratoria **249 en 324** moeten een actieplan opstellen.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als  $2s_D$  berekend. Deze bedraagt 14,64% relatief op een referentiewaarde van 10,49% of 1,54%.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0226$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0553$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt bij de waterbepaling.

#### 4.2 LABSVKL 2014-3 Stof

Aan de ringtest LABSVKL2014-3 "Stofweging" namen in het totaal 6 laboratoria deel.

Als drempel voor het opstellen van een actieplan wordt voor de belading van stoffilters een relatieve afwijking van 10 % voor zowel de lage stofgehaltenes als de hoge gehaltenes 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) werden er geen resultaten gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde.

Alle laboratoria rapporteerden een afwijking lager dan 5%. Er zijn geen uitschieters. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -0,75%.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 2,36% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 6,35 mg of 0,15 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0075$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0096$  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) werden er geen resultaten gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde. Er zijn ook geen uitschieters.

Alle zes laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,87%.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 4,48% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 11,45 mg of 0,51 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0087$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0183$  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 geen resultaten gerapporteerd met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde. Er zijn ook geen uitschieters.



Alle zes laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 4%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -0,85%.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 4,07% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 19,23 mg of 0,78 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0085$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0166$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **geen significante systematische fout** optreedt.

#### 4.2.2 Hoge stofconcentraties

##### 4.2.2.1 KCl hoog

Voor de belading van stoffilters met KCl (hoge concentratie) is er geen enkel laboratorium met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde.

- Alle zes laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 1%.
- Er zijn geen uitschieters.
- De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,17%

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,71% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 78,18 mg of 0,56 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0017$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0029$  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) zijn er geen laboratoria met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde.

- Alle 6 laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 2%.
- Er is één uitschieter (Labo 215).
- De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 1,12% met uitschieter en 1,15% zonder uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,05% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 101,67 mg of 0,05 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0115$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0002$  kan besloten worden dat er voor de totale groep van de laboratoria **een 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) zijn er geen laboratoria met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde.

- Laboratorium 187 werd als uitschieter berekend.
- Alle zes laboratoria rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 2%.
- De gemiddelde relatieve afwijking met bedraagt -0,17 % met uitschieters en 0,06% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,37% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 195,38 mg of 0,73 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor  $\bar{z} = 0,0006$  en  $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0017$  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 -0,24 %; voor de hoge stofbeladingen bedraagt deze 0,37 %.

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

### 4.3 LABSVKL 2014-4 Totaal koolwaterstoffen

Zeven laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. In totaal werden dertien stappen aangeboden van 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. Er zijn geen laboratoria die een actieplan moeten opstellen.

In de stappen 1 tot 6 werd het zuurstofsynergisme getest. Dit werd zowel op spanniveau (+/- 80 mgC/Nm<sup>3</sup>) getest in stappen 1, 2 en 3 als op zeroniveau in stappen 4, 5 en 6.

Als criterium wordt een absolute variatie van 2% van de monitorrange -genomen als 200 ppm- binnen de stappen 1, 2 en 3 en binnen de stappen 4, 5 en 6 aangehouden na correctie van de meetwaarden voor de eventuele verschillen in referentiewaarde.

Er zijn geen laboratoria met een overschrijding van het criterium.

Voor de beoordeling van de relatieve responsfactoren (RRF) is gebruik gemaakt van de criteria weergegeven in de Europese normen EN 12619 (1999) (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:

- Isopropanol: 0,8 – 1,1 volgens EN 13526
- M-Xyleen: 0,7 – 1,0 volgens EN 13526

De RRF van de deelnemende laboratoria worden eveneens weergegeven in bijlage LABSVKL 2014-4 Deel 3.

Praktisch wordt elk laboratorium dat per component voor twee of meer stappen meer dan 0,1 afwijkt van de uiterste waarden van hoger vermelde bereiken als afwijkend beschouwd.

Er werden geen overschrijdingen vastgesteld.

### 4.4 LABSVKL 2014-5 Anorganische rookgassen

Aan de ringtest anorganische rookgassen namen in totaal 11 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 vijf 'kalibratiestappen' met één component in N<sub>2</sub> of lucht waarvan vier stappen met minder dan 0,3 vol% vocht absoluut en één stap (SO<sub>2</sub>) in een bevochtigd dragergas. Vier stappen bevatten meerdere componenten waarvan twee stappen meerdere componenten bevatten in een bevochtigd dragergas.

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 5 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 2014-5: criteria anorganische rookgassen

Stap	Parameter	Eenheid	VITO-waarde	1S %	S <sub>Vito</sub>	S <sub>R</sub>	S <sub>Rtot</sub>	CI	Min	Max
stap 4	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>81,19</b>	1,29	1,05	3,96	4,09	8,2	73,0	89,4
stap 5	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>81,20</b>	1,28	1,04	3,96	4,09	8,2	73,0	89,4
stap 9	CO	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>98,69</b>	1,31	1,29	4,16	4,36	8,7	90,0	107,4
stap 2	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>89,60</b>	1,34	1,20	6,61	6,71	13,4	76,2	103,0
stap 3	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>63,40</b>	1,35	0,86	5,26	5,33	10,7	52,7	74,1
stap 4	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>75,75</b>	1,34	1,01	5,89	5,98	12,0	63,8	87,7
stap 5	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>75,76</b>	1,33	1,01	5,89	5,98	12,0	63,8	87,7
stap 7	SO <sub>2</sub>	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>61,01</b>	1,33	0,81	5,14	5,20	10,4	50,6	71,4
stap 1	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>25,45</b>	1,64	0,42	2,49	2,52	5,0	20,4	30,5
stap 4	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>152,76</b>	1,22	1,87	4,44	4,81	9,6	143,1	162,4
stap 5	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>152,78</b>	1,21	1,85	4,44	4,81	9,6	143,2	162,4
stap 6	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>91,05</b>	1,19	1,09	3,49	3,66	7,3	83,7	98,4
stap 7	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>232,50</b>	1,19	2,76	5,66	6,30	12,6	219,9	245,1
stap 8	NO <sub>x</sub> (uitgedrukt als NO <sub>2</sub> )	mg/Nm <sup>3</sup>	<b>73,81</b>	1,35	1,00	3,23	3,38	6,8	67,1	80,6
stap 1	O <sub>2</sub>	vol %	<b>8,38</b>	1,52	0,13	0,12	0,18	0,35	8,02	8,73
stap 2	O <sub>2</sub>	vol %	<b>16,39</b>	0,78	0,13	0,20	0,24	0,48	15,91	16,87
stap 3	O <sub>2</sub>	vol %	<b>16,39</b>	0,78	0,13	0,20	0,24	0,48	15,91	16,87
stap 4	O <sub>2</sub>	vol %	<b>4,46</b>	1,92	0,09	0,08	0,12	0,24	4,23	4,70
stap 5	O <sub>2</sub>	vol %	<b>7,89</b>	1,56	0,12	0,12	0,17	0,34	7,55	8,23
stap 6	O <sub>2</sub>	vol %	<b>16,31</b>	0,78	0,13	0,20	0,24	0,48	15,83	16,79
stap 7	O <sub>2</sub>	vol %	<b>8,29</b>	1,53	0,13	0,12	0,17	0,35	7,95	8,64
stap 8	O <sub>2</sub>	vol %	<b>5,21</b>	1,83	0,10	0,09	0,13	0,26	4,95	5,47
stap 9	O <sub>2</sub>	vol %	<b>20,95</b>	0,59	0,12	0,25	0,28	0,56	20,39	21,51

Met betrekking tot de nauwkeurigheid van de uitgevoerde rookgasmetingen is het volgende vastgesteld:

#### 4.4.1 CO

- Eén laboratorium (laboratorium 853) rapporteert in alle stappen waarden die meer dan 10% afwijken van de referentiewaarde. Al deze resultaten liggen buiten de toegestane afwijking.
- De overige laboratoria rapporteren waarden die binnen de toegestane afwijkingen liggen.

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

- In de natte kalibratiestap (stap 2) rapporteren alle laboratoria waarden met afwijkingen lager dan 10%.
- In de droge kalibratiestap (stap 3) rapporteert enkel laboratorium 853 een afwijking hoger dan 10%.
- In de droge mengstap (stap 4) hebben 2 laboratoria afwijkingen groter dan 10% (Laboratoria 324 en 853). Het resultaat van laboratorium 853 ligt buiten het criterium.
- In de natte mengstap (stap 5) heeft laboratorium 853 een afwijking groter dan 10%. Dit resultaat valt buiten het criterium.
- In de natte mengstap (stap 7) zijn er twee laboratoria met een afwijking groter dan 10% (Laboratorium 249 en 256). Beide resultaten liggen wel nog binnen het criterium.

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

- Laboratoria 835 en 853 rapporteren voor alle NO<sub>x</sub> stappen waarden die buiten de toegestane criteria vallen.
- In stap 1 (droge NO<sub>2</sub> kalibratiestap) rapporteert laboratorium 516 - naast labo 835 en 853 - een resultaat dat meer dan 10% afwijkt. Het resultaat ligt nog binnen het criterium i.t.t. voor labo 835 en 853.
- In de droge mengstap (stap 4) liggen alle overige resultaten - dit is buiten labo 835 en 853 - binnen het criterium.
- In de vochtige mengstap (stap 5) rapporteert ook labo 585 -naast labo 835 en 853- een resultaat dat buiten het criterium valt.
- In stap 6 en stap 7 liggen alle overige resultaten - dit is buiten labo 835 en 853- binnen het criterium.

- In stap 8 rapporteert ook labo 585 -naast labo 835 en 853- een resultaat dat buiten het criterium valt.

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

- Er is geen kalibratiestap aangeboden.
- Enkel laboratorium 853 heeft in stap 6 een resultaat dat buiten het criterium valt. Alle overige resultaten voldoen.

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

- Er is geen kalibratiestap aangeboden.
- Alle laboratoria rapporteren resultaten die minder dan 10 % afwijken en vallen allemaal binnen het toegestane criterium.

Volgende laboratoria liggen voor 1 of meer stappen niet binnen de berekende intervallen: 585, 835 en 853. Deze laboratoria dienen een corrigerend actieplan op te stellen.

### 4.5 LABSVKL 2014-6 Gasvormig waterstoffluoride

Zeven 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 van 0-50 mg/Nm<sup>3</sup>.

In onderstaande tabel 6 worden de referentiewaarden weergegeven.

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

	HF concentratie
Stap 1	12,79 mg/Nm <sup>3</sup>
Stap 2	5,87 mg/Nm <sup>3</sup>
Stap 3	1,05 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 voor stappen 1, 2 en 3 wordt een afwijking van 20 % ten opzichte van de referentiewaarde genomen.

#### 4.5.2 Stap 1

In stap 1 werd een referentiewaarde van 12,79 mg/Nm<sup>3</sup> HF aangeboden. Vier laboratoria (laboratoria 127, 187, 215 en 516 ) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde. Deze resultaten liggen buiten het vooropgestelde criterium en hiervoor dient een actieplan opgesteld te worden.

#### 4.5.3 Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 5,87 mg/Nm<sup>3</sup> HF aangeboden. Eén laboratorium (laboratorium 516) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde. Dit resultaat ligt buiten het vooropgestelde criterium en hiervoor dient een actieplan opgesteld te worden.

#### 4.5.4 Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde van 1,05 mg/Nm<sup>3</sup> HF aangeboden. Vier laboratoria (laboratoria 127, 187, 249 en 516) rapporteerden een resultaat dat meer dan 20% afwijkt ten opzichte van de referentiewaarde. Deze resultaten liggen buiten het vooropgestelde criterium en hiervoor dient een actieplan opgesteld te worden.

#### 4.5.5 Besluit ringtest HF

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

- op de in totaal 21 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (3 stappen, 7 laboratoria per stap) zijn er 9 resultaten die buiten het vooropgestelde criterium vallen.
- 7 van de 21 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk -31,4% en -9,3% en 12,1% voor de stappen 1, 2 en 3.
- Vijf deelnemers rapporteren afwijkingen hoger dan 20% voor stap 1, 2 of 3 (Laboratoria 127, 187, 215, 249 en 516). Deze laboratoria moeten een actieplan opstellen.



Guido Lenaers  
Coördinator





**Deel 2: Resultaten per laboratorium voor de ringtesten LABSVKL2014-2, LABSVKL2014-3, LABSVKL2014-4, LABSVKL2014-5 en LABSVKL2014-6**

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2014Deel2.xls'

**Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABSVKL2014-4, LABSVKL2014-5 en LABSVKL2014-6**

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2014-4Deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2014-5Deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2014-6Deel3.xls'

**Deel 4: Resultaten per parameter voor LABSVKL2014-2 en LABSVKL2014-3**

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL2014-2,3Deel4.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 (1999): 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**

LABSVKL2014	Technisch verantwoordelijken
LABSVKL2014-2	Eddy Damen, Jo Van Laer, Nic Moonen
LABSVKL2014-3	Jef Daems
LABSVKL2014-4	Frederick Maes
LABSVKL2014-5	Frederick Maes
LABSVKL2014-6	Eddy Damen
Dataverwerking	Bart Baeyens, Toon de Ceuster

## 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:

Guido Lenaers (coördinator)

Bart Baeyens (planning, communicatie, verdeling monsters)

Bart Baeyens en Toon De Ceuster (dataverwerking, rapportering)

## VKL ringtesten lucht (LABSVKL 2014)

### 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 2014), 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 335385 (Guido Lenaers)

#### 2.3 Programma 2014

De ringtesten gaan door op **woensdag 7 mei en donderdag 8 mei**.

In onderstaande tabel wordt een overzicht gegeven van de parameters die in 2014 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 deelnemende 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 een labo deelneemt.

Bij annulering van de deelname aan één of meerdere pakketten op minder dan 10 werkdagen vóór de distributiedatum, wordt de volledige kostprijs in rekening gebracht. Bij vroeger annuleren wordt een administratiekost van 50 euro (excl. BTW) gefactureerd.

In 2014 zal de ringtest 'Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten' niet aangeboden worden tijdens de ringtesten LABSVKL 2014. Laboratoria die toch wensen deel te nemen aan deze ringtest krijgen de mogelijkheid om in te schrijven voor ringtest 'LABS2014-1: Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten' die georganiseerd wordt voor de Belgische labo's op 23 april 2014.

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



## VKL ringtesten lucht (LABSVKL 2014)

Parameters	Distributie- datum	Kosten deelname per labo en per pakket (EUR, excl. BTW)
LABS2014-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies	23/04/2014	1300
LABSVKL2014-2: bepaling van de fysische parameters in emissies	7/05/2014 en 8/05/2014	1190
LABSVKL2014-3: stofweging	7/05/2014 en 8/05/2014	950
LABSVKL2014-4: continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren	8/05/2014	1190
LABSVKL2014-5: 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	8/05/2014	1230
LABSVKL2014-6: bepaling van gasvormig HF	7/05/2014	1290
<b>+ vaste kost per labo</b> voor inschrijving VKL ringtest (2014) onafhankelijk van aantal parameterpakketten		440

## 2.4 Verloop van de ringtest

### LABS 2014-1

Tijdens de ringtest **identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies** (opgepast: woensdag 23 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. 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. Er wordt nog een invulformulier bezorgd waarbij dient aangegeven te worden op welk adsorbens er wordt bemonsterd en met welk solvent gedesorbeerd wordt. 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, allen simultaan in die periode van 30 minuten.

De resultaten dienen ons uiterlijk op 23 mei 2014 te bereiken (zie 2.6).

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

## VKL ringtesten lucht (LABSVKL 2014)

### 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 2014-2

De ringtest voor de parameters **temperatuur, druk, volume en watergehalte** zal doorgaan zowel op woensdag 7 als op donderdag 8 mei 2014 van 8.00 tot 17.00 uur. De ringtest volume zal woensdag 7 mei vanaf 14u00 gestart 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. Labo's die over meerdere meetwagens beschikken moeten met evenveel pitotsondes deelnemen. Erkende en kandidaat-erkende 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. siliconenleiding 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 23 mei de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

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

### LABSVKL 2014-3

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 verloopt als volgt:

- In een eerste fase worden de filters door het labo 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. De beladen filters zijn ter beschikking vanaf 16u00.
- De filters van de overige labo's worden voor zover mogelijk ook de dagen van de ringtesten 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 2014-4

Tijdens de ringtest voor de **continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren** (donderdag 8 mei 10u00-12u00 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 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 0 tot 200 mgC/Nm<sup>3</sup>. Het effect van zuurstofsynergisme wordt gemeten in de stappen 1 t.e.m. 6; gelieve hiervoor een maximale monitorrange van 200 ppm te gebruiken.

Voor en na de ringtest bevindt zich nulgas (N<sub>2</sub>) in de distributieleiding. De totaal koolwaterstofmonitoren dienen met eigen ijkassen 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 23 mei de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

### LABSVKL 2014-5

Bij de ringtest voor de continue meting van **anorganische rookgassen** (donderdag 8 mei van 13u30 tot 16u30 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 (maximale duurtijd: 15 minuten) zijn de concentraties van de rookgassen constant.

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 23 mei de tijd om eventuele correcties aan te geven.

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

### LABSVKL 2014-6

Bij de ringtest voor gasvormig HF (woensdag 7 mei van 10u00-13u00 in gebouw LAN) worden in het totaal drie stalen als halfuur- of uurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 0-50 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 HF 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).

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 2014-4)</li> <li>• Bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (LABSVKL 2014-5)</li> </ul>
Gebouw Luchtanalyses (LAN)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Verdeling filters stofweging (LABSVKL 2014-3)</li> <li>• Bepaling van de fysische parameters in emissies (LABSVKL 2014-2)</li> <li>• Bepaling van gasvormig HF (LABSVKL 2014-6)</li> </ul>

## 2.5 Ringtest en veiligheid

In het kader van de invoering van het geïntegreerde veiligheidsmanagementsysteem op VITO zijn er toegangsvoorwaarden opgesteld die moeten nageleefd worden bij betreding van de labo's. Er wordt verwacht dat elke deelnemer die de labo's betreedt beschermende



kledij (werkkledij of labojas), veiligheidsbril en veiligheidsschoenen draagt indien dit wordt aangegeven.

Er wordt bij het opstellen en afbouwen van de meetopstelling bij 'LABS 4 en LABS 5' verwacht dat er een veiligheidshelm gedragen wordt door personen die zich in de buurt van de trappenhal van gebouw Prodem begeven. We willen ook vragen om zo min mogelijk gebruik te maken van touwen om materiaal te verplaatsen van en naar het labo, dit om het risico op incidenten zo laag mogelijk te houden.

## 2.6 Rapportering

Er wordt gevraagd om voor de ringtesten LABSVKL 2014-2, LABSVKL 2014-4 en LABSVKL 2014-5 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 LABS 2014-1, LABSVKL 2014-3 en LABSVKL 2014-6) en dit op het e-mailadres [bart.baeyens@vito.be](mailto:bart.baeyens@vito.be). **De resultaten dienen ten laatste vrijdag 23 mei 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 met uitzondering voor zuurstofgehalten gelijk of hoger dan 10 vol%, waar vier beduidende cijfers worden gevraagd.** Resultaten met meer beduidende cijfers worden door VITO afgerond, voorafgaand aan de verwerking.

Overzicht rapporteertermijnen LABSVKL ringtesten 2014:

Distributiedatum	Parameter	Uiterste datum voor rapportering
7 en 8/05/2014	LABSVKL2014-2 LABSVKL2014-4 LABSVKL2014-5	Dag van deelname + elektronische bevestiging tot 23/05/2014
	LABSVKL2014-3 LABSVKL2014-6	Elektronische rapportering tot 23/05/2014

## 2.7 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 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 SVito 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 SVito
    - 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 zuurstofsynergisme: absolute variatie van 2% van de monitorrange - genomen als 200 ppm- binnen de stappen 1, 2 en 3 en binnen de stappen 4, 5 en 6 na correctie van de meetwaarden voor de eventuele verschillen in referentiewaarde
  - 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 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 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.

## 2.8 Rapportering van de beoordeling naar de laboratoria

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

Conform de bepalingen van de ISO 17043 norm kan een deelnemer bezwaar aantekenen tegen de beoordeling op parameterniveau. Het gemotiveerd bezwaar dient uiterlijk 2 weken na de verspreiding van het individueel rapport aan de coördinator van het ringtestschema ([ringtest@vito.be](mailto:ringtest@vito.be)) overgemaakt te worden en zal dan als klacht behandeld worden.

De definitieve rapportering vindt plaats in de tweede jaarhelft.

## 3. INSCHRIJVINGSMODALITEITEN

In april 2014 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 2014). Hierin zullen ook richtlijnen i.v.m. de verdere administratieve afhandeling van de inschrijving (facturatie, ...) opgenomen worden.

### Bijlage 3: Lijst van de deelnemende laboratoria

B&R Inspectie en Advies BV  
E.A. Borgerstraat 51  
2225 AP KATWIJK

BIEM  
Samuel Morsestraat 4  
7442 DH Nijverdal

Bureau Milieumetingen omgevingsdienst Regio Arnhem  
Eusebiusbuitensingel 53  
6800 HA Arnhem

Bureau Veritas Industrial Services  
Computerweg 2  
3821 AB Amersfoort

Buro Blauw  
Nude 54  
6702 DN Wageningen

Celsian Glass & Solar  
P.O. Box 7051  
5605 JB Eindhoven

Intertek Geleen  
Koolwaterstofstraat 1  
6161 RA Geleen

Omgevingsdienst Midden- en West-Brabant (OMWB)  
Sporlaan 181  
5038 CB Tilburg

Pra Odournet bv  
Singel 97  
1012 VG Amsterdam

Pro Monitoring Eurofins  
Mercuriusweg 37  
3771 NC Barneveld

SGS Nederland BV  
Leemansweg 51  
6827 BX Arnhem

Shell Nederland Rafinaderij  
Postbus 3020  
3190 GE Hoogvliet

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

Tauw bv  
Handelskade 11  
7417 DE Deventer

TCKI  
Florijnweg 6  
6883JP Velp

## Bijlage 4: Prestatiekenmerken VKL Ringonderzoek

### 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: 15% voor stappen 1, 2, 3 en 13  
Voor zuurstofsynergisme: absolute variatie van 2% van de monitorrange -genomen als 200 ppm- binnen de stappen 1, 2 en 3 en binnen de stappen 4, 5 en 6 na correctie van de meetwaarden voor de eventuele verschillen in referentiewaarde

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