

EINDRAPPORT

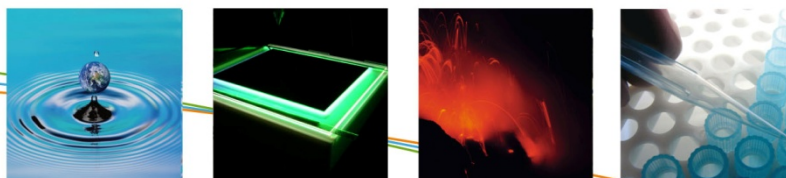
Derdelijnscontrole Lucht georganiseerd in opdracht van de Vereniging Kwaliteit Luchtmetingen VKL uit Nederland

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

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

2015/MRG/R/009

December 2015



Samenvatting

Op woensdag 29 en donderdag 30 april 2015 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.

De volgende ringtesten werden aangeboden op 29 en 30 april 2015:

1. LABSVKL2015-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2015-3: stofweging conform EN 13284-1
3. LABSVKL2015-6: de bepaling van gasvormig waterstofchloride
4. LABSVKL2015-7: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

Wegens het beperkt aantal verwachte inschrijvingen voor de ringtesten:

LABSVKL2015-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten

LABSVKL2015-4: de continue meting van organische componenten in emissies met
totaal koolwaterstofmonitoren

LABSVKL2015-5: de continue meting van anorganische afgassen

werden deze testen niet aangeboden op 29 en 30 april 2015 en werd de mogelijkheid geboden om deel te nemen aan de ringtesten georganiseerd voor de Belgische laboratoria op 22 en 23 april 2015. Er hebben drie Nederlandse laboratoria deelgenomen aan deze ringtesten.

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.

LABSVKL 2015-2: Parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte

De ringtest voor de bepaling van temperatuur, druk, volume en watergehalte werd doorlopend gehouden in gebouw LAN op 29 en 30 april. Er namen vier laboratoria deel.

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 afgassen 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. Omwille van het lage aantal deelnemers werd er geen statistische verwerking van de resultaten uitgevoerd.

Hieronder worden de toegestane afwijkingen voor de fysische parameters weergegeven.

- 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%

Er werden voor de fysische parameters geen overschrijdingen van de criteria vastgesteld.

LABSVKL2015-3 Stofweging

Aan de ringtest stofweging namen 2 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.

Geen van beide deelnemers had een afwijking van meer dan 10%.

LABSVKL2015-6 Gasvormig waterstofchloride

Tien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstoffluoride. Bij de ringtest werden 3 stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 0-150 mg/Nm³. Laboratoria 146, 215 en 244 rapporteerden resultaten die meer afwijken dan het toegestane criterium van 20%.

LABSVKL2015-7 Gasvormig waterstoffluoride

Vijf 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/Nm³. Laboratoria 214 en 215 rapporteerden resultaten die meer afwijken dan het toegestane criterium van 20%.

Inhoud

Samenvatting	IV
Inhoud	VII
Lijst van tabellen	IX
Lijst van figuren	X
HOOFDSTUK 1 SITUERING VAN DE LABS-RINGTEST	11
HOOFDSTUK 2 AANMAAK REFERENTIE	12
2.1 LABSVKL 2015-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	12
2.1.1 Temperatuur	12
2.1.2 Volume	13
2.1.3 Gassnelheid	14
2.1.4 Watergehalte	15
2.2 LABSVKL 2015-3 Stof belading	16
2.2.1 Validatie	16
2.2.2 Ringtest stofweging	17
2.3 LABSVKL 2015-6 Gasvormig waterstofchloride	17
2.4 LABSVKL 2015-6 Gasvormig waterstoffluoride	17
HOOFDSTUK 3 VERWERKING RESULTATEN	19
3.1 Parameterbeoordeling	19
3.2 Statistische verwerking ringtesten LABSVKL2015-6 en LABSVKL2015- 7	19
3.3 Statistische verwerking ringtesten LABSVKL2015-2 en LABSVKL2015-3_ Error! Bookmark not defined.	
HOOFDSTUK 4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN	21
4.1 LABSVKL 2015-2 fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	21
4.1.1 Volumebepaling	21
4.1.2 Temperatuur	21
4.1.3 Snelheidsmetingen	22
4.1.3.1 Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid	22
4.1.3.2 Voor de S-pitotbuizen lage snelheid	22
4.1.3.3 Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid	22
4.1.3.4 Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid	22
4.1.4 Waterbepaling	23
4.2 LABSVKL 2015-3 Stof	23
4.2.1 Besluit stofbelading	23
4.2.2 Blanco's	23
4.3 LABSVKL 2015-6 Gasvormig waterstofchloride	24
4.3.1 Bespreking	24
4.3.2 Stap 1	24

4.3.3	Stap 2 _____	24
4.3.4	Stap 3 _____	24
4.3.5	Besluit ringtest HCl _____	25
4.4	<i>LABSVKL 2015-7 Gasvormig waterstoffluoride</i> _____	25
4.4.1	Bespreking _____	25
4.4.2	Stap 1 _____	26
4.4.3	Stap 2 _____	26
4.4.4	Stap 3 _____	26
4.4.5	Besluit ringtest HF _____	26
Deel 2: Resultaten per laboratorium voor de ringtesten LABSVKL2015-2, LABSVKL2015-3, LABSVKL2015-4, LABSVKL2015-5 en LABSVKL2015-6 ____		27
Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABSVKL2015-4, LABSVKL2015-5 en LABSVKL2015-6 _____		27
Referenties _____		29
BIJLAGEN _____		31
	Bijlage 1: Lijst met technisch verantwoordelijken _____	31
	Bijlage 2: Uitnodiging _____	32
1.	IDENTIFICATIE _____	32
1.1	<i>Opdrachtgever</i> _____	32
1.2	<i>Opdrachttuitvoerder(s)</i> _____	32
1.3	<i>Coördinatie (PT provider)</i> _____	32
2.	BESCHRIJVEND GEDEELTE _____	33
2.1	<i>Doelstelling</i> _____	33
2.2	<i>Contactpersoon VITO</i> _____	33
2.3	<i>Programma 2015</i> _____	33
2.4	<i>Verloop van de ringtest</i> _____	36
2.5	<i>Ringtest en veiligheid</i> _____	43
2.6	<i>Rapportering</i> _____	43
2.7	<i>Verwerking van de ringtestresultaten</i> _____	44
2.8	<i>Rapportering van de beoordeling naar de laboratoria</i> _____	45
3.	INSCHRIJVINGSMODALITEITEN _____	46
	Bijlage 3: Lijst van de deelnemende laboratoria _____	46
	Bijlage 4: Prestatiekenmerken VKL Ringonderzoek _____	48

Lijst van tabellen

Tabel 1: Procentuele afwijking na 1, 2, 3 en 16 u droging bij een temperatuur van 160 °C	16
Tabel 2: Referentieconcentraties HCl van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm ³ , bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.	24
Tabel 3: Referentieconcentraties HF van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm ³ , bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.	25

Lijst van figuren

Figuur 1: Schematische voorstelling van de windtunnel.....	14
Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels .	15

Op woensdag 29 en donderdag 30 april 2015 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.

Volgende vier parameterpakketten werden bij de ringtesten van 2015 aangeboden.

1. LABSVKL2015-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
2. LABSVKL2015-3: stofweging conform de EN 13284-1
3. LABSVKL2015-6: de bepaling van gasvormig waterstofchloride
4. LABSVKL2015-7: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

Wegens het beperkt aantal verwachte inschrijvingen voor de ringtesten ‘LABSVKL2015-1 ‘identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten’, ‘LABSVKL2015-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren’ en ‘LABSVKL2015-5: de continue meting van anorganische afgassen’ werden deze testen niet aangeboden op 29 en 30 april 2015 en werd de mogelijkheid geboden om deel te nemen aan de ringtest georganiseerd voor de Belgische laboratoria op 22 en 23 april 2015. Er hebben drie 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 LABSVKL2015-2 tot en met LABSVKL2015-7 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 2015-2 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 ± 16 kg alundum zand. Het gedraagt zich als een geroerd gethermostatiseerd oliebad met dat voordeel dat de te controleren temperatuursondes schoon blijven. De minimum instelbare temperatuur is $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, het maximum is $600^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

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

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

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

De temperatuurcontrole van het bad gebeurt door middel van een Ametek Digital Temperature Indicator (DTI) 100 van Jofra Instruments. Dit is een draagbaar systeem dat ontworpen is voor snelle en natrekbare kalibratie. 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 H₂O) 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 grootte lengte.

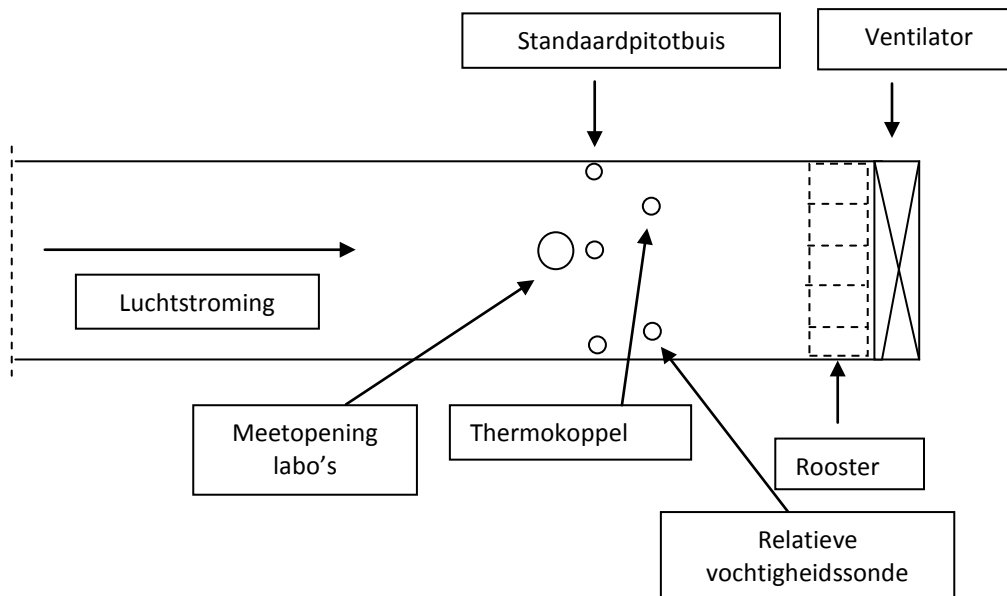
De totale fout op de volumebepaling met de Bell prover werd berekend met de onzekerheden op volume, temperatuur en druk. De belangrijkste onzekerheden zijn afkomstig van de schommelingen in atmosferedruk en temperatuur alsook de diameter van de klok.

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.

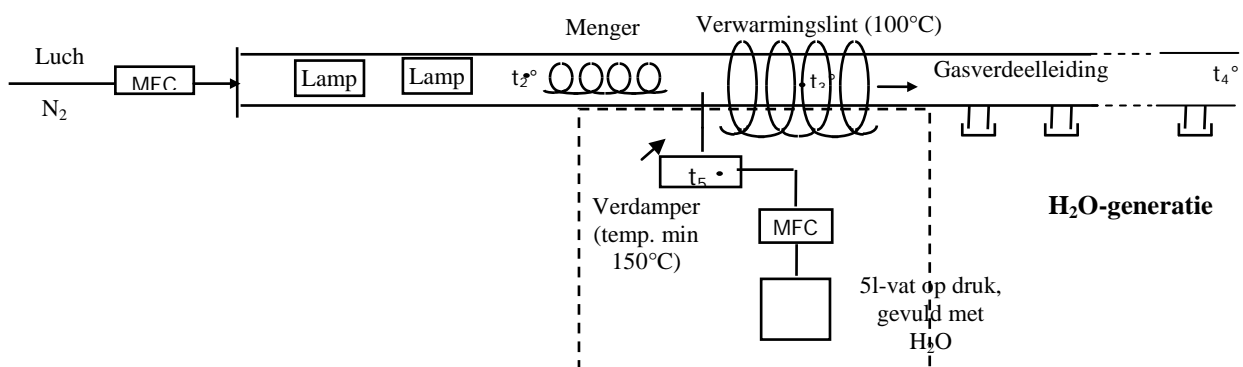
2.1.4 Watergehalte

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 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 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 2015-3 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, (NH₄)₂SO₄, CuSO₄.5H₂O, KNO₃ 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 CuSO₄.5H₂O beladen filters, er een grote afwijking is tegenover de theoretische referentiewaarde. Het zout kopersulfaat-pentahydraat bevat verschillende gehydrateerde watermoleculen die in 3 duidelijk gescheiden temperatuursdomeinen vrijgesteld worden nl. rond 75°C, rond 120 °C en ten slotte rond 230°C. Rond de temperatuur van 160°C kan men verwachten dat 4 watermoleculen afgedampt zijn. Indien de referentiewaarde hiervoor wordt gecorrigeerd is de afwijking beduidend lager (in de tabel tussen haakjes weergegeven).

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

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

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

*: gecorrigeerde referentiewaarden

2.2.2 Ringtest stofweging

De 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, KNO₃, (NH₄)₂SO₄ 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 mg/Nm³ en aan de test met hoge gehalten van 20 tot 120 mg/Nm³.

2.3 LABSVKL 2015-6 Gasvormig waterstofchloride

Bij de ringtest gasvormig HCl werden in drie stappen van een half uur drie concentraties aangeboden in de range van 0 - 150 mg/Nm³.

Een verdunde HCl-oplossing (22,6 g HCl/kg of 5,54 g HCl/kg of 0,83 g HCl/kg afhankelijk van de aan te maken HCl-concentratie) wordt met behulp van een vloeistofpomp opgezogen. De verpompte hoeveelheid HCl-oplossing wordt continu gewogen en de balansuitlezing wordt op PC gelogd. Een verwarmde N₂-gasstroom van ± 160 l/min wordt als verdunningsgas bijgevoegd.

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

De HCl-generatie-oplossingen worden aangemaakt door verdunning vanuit een aangekochte en geanalyseerde HCl-oplossing.

De verschillende oplossingen werden ter controle met doorstroomspectrometrie geanalyseerd.

2.4 LABSVKL 2015-6 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/Nm³.

Een verdunde HF-oplossing (2,405 g HF/kg of 0,955 g HF/kg of 0,145 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 N₂-gasstroom van ± 160 l/min wordt als verdunningsgas bijgevoegd.

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

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

De verschillende oplossingen werden ter controle met doorstroomspectrometrie geanalyseerd.

HOOFDSTUK 3**VERWERKING RESULTATEN**

3.1 Parameterbeoordeling

Voor de ringtesten LABSVKL2015-2, LABSVKL2015-3, LABSVKL2015-6 en LABSVKL2015-7 wordt in deel 2 (Resultaten per deelnemer) voor elk deelnemend labo een overzicht gegeven van de resultaten van alle ringtesten waaraan het labo in 2015 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 HCl: 20% voor de stappen 1, 2 en 3
- 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 LABSVKL2015-2 en LABSVKL2015-3

Voor de ringtesten LABSVKL2015-2 en LABSVKL2015-3 wordt er geen statistische verwerking uitgevoerd. Door het lage aantal deelnemers -4 voor LABSVKL2015-2 en slechts 2 voor LABSVKL2015-3- is een statistische verwerking niet relevant.

3.3 Statistische verwerking ringtesten LABSVKL2015-6 en LABSVKL2015-7

Voor de ringtest LABSVKL2015-6 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.

Voor LABSVKL2015-7 wordt er geen robuuste statistische verwerking uitgevoerd omdat er slechts 5 labo's deelname aan de ringtest.

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.

HOOFDSTUK 4

BESPREKING VAN DE RESULTATEN

4.1 LABSVKL 2015-2 fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte

Onderstaande toegestane afwijkingen worden toegepast bij de beoordeling van de resultaten voor de fysische parameters.

- 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 4.

De aangezogen volumes bij de bepaling van deze parameter waren gelegen tussen 91,65 Nldr (normaal liter droog) en 105,98 Nldr.

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

Alle vier de deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 2%.

De gemiddelde afwijking bedraagt 0,97%.

4.1.2 Temperatuur

Het aantal deelnemers bedraagt 4.

Bij de temperatuurmeting varieerden de aangeboden waarden van 111,04°C tot 111,71°C.

Er is geen laboratorium dat een relatieve afwijking rapporteert van meer dan **2,7 °C**.

Alle vier de deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 1°C.

De gemiddelde absolute afwijking bedraagt -0,15°C absoluut.

4.1.3 Snelheidsmetingen

Er werden 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 drie. De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,40 en 5,42 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,41 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 13,47 en 13,72 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 13,36 m/s.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een S-pitot bedraagt vier. Drie deelnemers hiervan (laboratoria 146, 187 en 961) nemen deel met 2 verschillende exemplaren. De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,37 en 5,53 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,43 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 13,68 en 13,84 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 13,75m/s.

4.1.3.1 Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid

- alle 3 de laboratoria rapporteerden een waarde die minder dan 10 % afweek;
- 2 laboratoria hadden een afwijking van minder dan 5%;
- de gemiddelde afwijking bedraagt -2,74%.

4.1.3.2 Voor de S-pitotbuizen lage snelheid

- alle resultaten wijken minder dan 10 % af;
- 5 resultaten (voor 2 labo's meerdere resultaten) hadden een afwijking van minder dan 5%;
- de gemiddelde afwijking bedraagt -2,46%.

4.1.3.3 Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid

- alle 3 de laboratoria rapporteerden waarden die minder dan 5 % afweken;
- 2 laboratoria hadden een afwijking van minder dan 1%
- de gemiddelde afwijking bedraagt 1,24%.

4.1.3.4 Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid

- geen enkel laboratorium rapporteerde een waarde die meer dan 10 % afweek;
- 5 resultaten (voor 2 labo's meerdere resultaten) weken minder dan 3% af;
- de gemiddelde afwijking bedraagt -1,95%.

4.1.4 Waterbepaling

Voor de waterbepaling werd er een gemiddelde waterconcentratie van 9,37% aangeboden. Het aantal deelnemers bedraagt 4. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 1,73%.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- geen enkele deelnemer had een afwijking van meer dan 15%;
- twee deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%;
- voor één deelnemer was de afwijking kleiner dan 1%.

4.2 LABSVKL 2015-3 Stof

Aan de ringtest LABSVKL2015-3 "Stofweging" namen twee 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 stofgehalten als de hoge gehalten ten opzichte van de referentiewaarde genomen.

4.2.1 Besluit stofbelading

Voor zowel het lage als het hoge gehalte rapporteerden beide labo's resultaten die minder dan 6% afwijken van de referentiewaarden. De gemiddelde afwijking voor de lage stofbeladingen bedraagt 1,54%; voor de hoge stofbeladingen bedraagt deze 0,07%.

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

4.2.2 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.

4.3 LABSVKL 2015-6 Gasvormig waterstofchloride

Tien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstofchloride. Bij de ringtest werden drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range van 0-150 mg/Nm³.

In onderstaande tabel 2 worden de referentiewaarden weergegeven.

Tabel 2: Referentieconcentraties HCl van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm³, bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.

	HCl concentratie mg/Nm ³ dr
Stap 1	76,46
Stap 2	18,94
Stap 3	3,08

4.3.1 Bespreking

Als drempel voor het opstellen van een actieplan voor de bemonstering en analyse van gasvormig HCl voor stappen 1, 2 en 3 wordt een afwijking van 20 % ten opzichte van de referentiewaarde genomen.

4.3.2 Stap 1

In stap 1 werd een referentiewaarde van 76,46 mg/Nm³ HCl aangeboden. Eén laboratorium (laboratorium 244) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde.

4.3.3 Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 18,64 mg/Nm³ HCl aangeboden. Eén laboratorium (laboratorium 244) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde.

4.3.4 Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde van 3,08 mg/Nm³ HCl aangeboden. Drie laboratoria (laboratoria 146, 215 en 244) rapporteerden een resultaat dat meer dan 20% afwijkt ten opzichte van de referentiewaarde. Eén laboratorium (Laboratorium 127) rapporteerde een <-dan waarde.

4.3.5 Besluit ringtest HCl

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

- op de in totaal 30 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (3 stappen, 10 laboratoria per stap) zijn er 5 resultaten die buiten het vooropgestelde criterium vallen.
- Eén resultaat was een <-waarde.
- 18 van de 30 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk -8,8% en -7,3% en 22,1% voor de stappen 1, 2 en 3.
- drie deelnemers rapporteren afwijkingen van meer dan 20% voor stap 1, 2 of 3 (Laboratoria 146, 215 en 244). Laboratorium 127 rapporteerde een <-waarde voor stap 3.

4.4 LABSVKL 2015-7 Gasvormig waterstoffluoride

Vijf 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/Nm³.

In onderstaande tabel 2 worden de referentiewaarden weergegeven.

Tabel 3: Referentieconcentraties HF van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm³, bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.

	HF concentratie mg/Nm ³ dr
Stap 1	9,01
Stap 2	3,57
Stap 3	0,90

4.4.1 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.

4.4.2 Stap 1

In stap 1 werd een referentiewaarde van 9,01 mg/Nm³ HF aangeboden. Eén laboratorium (laboratorium 244) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde.

4.4.3 Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 3,57 mg/Nm³ HF aangeboden. Eén laboratorium (laboratorium 244) rapporteerde een afwijking van meer dan 20% ten opzichte van de referentiewaarde.

4.4.4 Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde van 0,90 mg/Nm³ HF aangeboden. Twee laboratoria (laboratoria 215 en 244) rapporteerden een resultaat dat meer dan 20% afwijkt ten opzichte van de referentiewaarde.

4.4.5 Besluit ringtest HF

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

- op de in totaal 15 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (3 stappen, 5 laboratoria per stap) zijn er 4 resultaten die buiten het vooropgestelde criterium vallen.
- 5 van de 15 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk -20,5% en -18,2% en -5,8% voor de stappen 1, 2 en 3.
- Twee deelnemers rapporteren afwijkingen hoger dan 20% voor stap 1, 2 of 3 (Laboratoria 215 en 244).



Guido Lenaers
Coördinator

Deel 2: Resultaten per laboratorium voor de ringtesten LABSVKL2015-2, LABSVKL2015-3, LABSVKL2015-6 en LABSVKL2015-7

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL 2015-2,3 deel2.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL 2015-6 deel2.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL 2015-7 deel2.xls'

Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABSVKL2015-5 en LABSVKL2015-6

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL 2015-6 deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABSVKL 2015-7 deel3.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

BIJLAGEN**Bijlage 1: Lijst met technisch verantwoordelijken**

LABSVKL2015	Technisch verantwoordelijken
LABSVKL2015-2	Rob Brabers, Jo Van Laer, Nic Moonen
LABSVKL2015-3	Jef Daems
LABSVKL2015-6	Rob Brabers
LABSVKL2015-7	Rob Brabers
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 2015)

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 2015), 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

fax: 014 321183 (LAN)

tel: 014 335383 (Bart Baeyens)

014 335385 (Guido Lenaers)

2.3 Programma 2015

De ringtesten gaan door op **woensdag 29 en donderdag 30 april**.

In onderstaande tabel wordt een overzicht gegeven van de parameters die in 2015 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 2015 worden volgende ringtesten niet aangeboden; zie echter de volgende opmerking voor een alternatief:

LABSVKL2105-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten,

LABSVKL2015-4: continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren

LABSVKL2015-5: bemonstering en analyse van de anorganische parameters (O₂, CO, CO₂, SO₂, NO_x) in afgassen

Opmerking: Laboratoria die toch wensen deel te nemen aan deze ringtesten krijgen de mogelijkheid om in te schrijven voor de LABS ringtesten die georganiseerd wordt voor de Belgische labo's op 22 en 23 april 2015.

Zie punt 2.4 voor meer informatie in verband hiermee.

VKL ringtesten lucht (LABSVKL 2015)

Parameters	Distributie-datum	Kosten deelname per labo en per pakket (EUR, excl. BTW)
LABSVKL2015-2: bepaling van de fysische parameters in emissies	29/04/2015 en 30/04/2015	1220
LABSVKL2015-3: stofweging	29/04/2015 en 30/04/2015	860
LABSVKL2015-6: bepaling van gasvormig HCl	29/04/2015	1320
LABSVKL2015-7: bepaling van gasvormig HF	30/04/2015	1320
<i>LABS2015-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies</i>	<i>22/04/2015</i>	<i>1440</i>
<i>LABS2015-4: continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren</i>	<i>22/04/2015</i>	<i>1220</i>
<i>LABS2015-5: bemonstering en analyse van de anorganische parameters (O₂, CO, CO₂, SO₂, NO_x) in afgassen</i>	<i>23/04/2015</i>	<i>1260</i>
+ vaste kost per labo voor inschrijving VKL ringtest onafhankelijk van aantal parameterpakketten		480

2.4 [Verloop van de ringtest](#)

LABS 2015-1

Tijdens de ringtest **identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies** (opgepast: woensdag 22 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 22 mei 2015 te bereiken (zie 2.6).

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

VKL ringtesten lucht (LABSVKL 2015)

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 2015-2

De ringtest voor de parameters **temperatuur, druk, volume en watergehalte** zal doorgaan zowel op woensdag 29 april als op donderdag 30 april 2015 van 8.00 tot 17.00 uur. De ringtest volume zal woensdag 29 april 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 ± 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, SO₂ 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 22 mei de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

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

LABSVKL 2015-3

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 2015-4

Tijdens de ringtest voor de **continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren** (woensdag 22 april 14u00-16u30 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/Nm³. 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 (N₂) 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 22 mei de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

LABSVKL 2015-5

Bij de ringtest voor de continue meting van **anorganische afgassen** (donderdag 23 april 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 afgassen constant.

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

- CO : 10-200 mg/Nm³
- SO₂ : 20-300 mg/Nm³
- NO : 20-250 mg/Nm³ (uitgedrukt als mg NO₂)

De concentraties van de andere afgassen situeren zich tussen:

- NO₂ : 5 en 50 mg/Nm³
- CO₂ : 0,5 en 10 vol%
- H₂O : 0 en 10 vol% absoluut
- O₂ : 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 22 mei de tijd om eventuele correcties aan te geven. Voor verdere informatie kan u terecht bij Frederick Maes (tel nr. 014/336961).

LABSVKL 2015-6

Bij de ringtest voor **gasvormig HCl** (woensdag 29 april 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 0-150 mg/Nm³.

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

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

De aansluiting van de meetapparatuur op de leiding gebeurt via een koppeling type GL18. De koppeling voor de aansluiting op de ringleiding wordt door VITO voorzien. Het labo moet enkel de aanzuigleiding voorzien (aanzuigleiding van 6 mm buitendiameter).

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

LABSVKL 2015-7

Bij de ringtest voor **gasvormig HF** (donderdag 30 april 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/Nm³.

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"> • Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies (LABS 2015-1) • Continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (LABS 2015-4) • Bemonstering en analyse van de anorganische parameters in afgassen (LABS 2015-5)
Gebouw Luchtanalyses (LAN)	<ul style="list-style-type: none"> • Verdeling filters stofweging (LABSVKL 2015-3) • Bepaling van de fysische parameters in emissies (LABSVKL 2015-2) • Bepaling van gasvormig HCl (LABSVKL 2015-6) • Beplaging van gasvormig HF (LABSVKL 2015-7)

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 2015-2, LABS 2014-4 en LABS 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**, te rapporteren via een elektronisch invulformulier, dat ter beschikking wordt gesteld in 'Robin'. Het ingevulde formulier dient binnen de vooropgestelde rapporteertermijn geüpload te worden in deze webapplicatie, samen met de resultaten van de overige ringtesten (ringtesten LABS 2015-1, LABSVKL 2015-3, LABSVKL 2015-6 en LABSVKL 2015-7). **De resultaten dienen ten laatste vrijdag 22 mei doorgestuurd te worden.** Per laboratorium wordt slechts één set resultaten aanvaard, namelijk de set van het laatst doorgestuurde elektronisch invulformulier.

De te gebruiken eenheden staan op het formulier vermeld. Deze eenheden 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 2015:

Distributiedata	Parameter	Uiterste datum voor rapportering
LABS 22 en 23/04/2015	LABSVKL 2015-2 LABS 2015-4 LABS 2015-5	Dag van deelname + elektronische bevestiging tot 22/05/2015
LABSVKL 29 en 30/04/2015	LABS 2015-1 LABSVKL 2015-3 LABSVKL 2015-6 LABSVKL 2015-7	Elektronische rapportering tot 22/05/2015

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. Deze criteria werden door de opdrachtgever aan VITO gecommuniceerd.

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 afgasen (componenten CO, NO, NO₂, SO₂, O₂):

het criterium is gebaseerd op de formules van de maximale toelaatbare reproduceerbaarheid SR opgegeven in de EN-normen voor CO, NO, NO₂, SO₂ en O₂ en op de onzekerheid SV_{ito} 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_{tot} bepaald vanuit SR en SV_{ito}
 - Op basis van SR_{tot} is het betrouwbaarheidsinterval berekend (CI)
 - Het bereik waarin de meetwaarde van de meetinstantie moet liggen is gelijk aan de VITO-waarde - en + CI
- voor CO₂: 20%
 - voor TOC met FID: 15% voor stappen 1, 2, 3 en 13
 - voor HCl: 20 %
 - 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) overgemaakt te worden en zal dan als klacht behandeld worden.

De definitieve rapportering vindt plaats in de tweede jaarhelft.

3. INSCHRIJVINGSMODALITEITEN

In april 2015 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 2015). Hierin zullen ook richtlijnen i.v.m. de verdere administratieve afhandeling van de inschrijving (facturatie, ...) opgenomen worden.

Bijlage 3: Lijst van de deelnemende laboratoria

Bureau Milieumetingen omgevingsdienst Regio Arnhem
Eusebiusbuitensingel 53
6800 HA Arnhem

Buro Blauw
Nude 54
6702 DN Wageningen

ELM
Hoofdstraat 51
9514 BB Gasselternijveen

Intertek Geleen
Koolwaterstofstraat 1
6161 RA Geleen

KW3
Generatorstraat 13C
3903 LH Veenendaal

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

Pro Monitoring Eurofins
Mercuriusweg 37
3771 NC Barneveld

SGS Nederland BV
Leemansweg 51
6827 BX Arnhem

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 afgassen (componenten O₂, CO, NO_x, SO₂):

Het criterium is gebaseerd op de formules van de maximale toelaatbare reproduceerbaarheid SR opgegeven in de EN-normen voor CO, SO₂, NO_x en O₂ en op de onzekerheid SV_{ito} 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_{tot} bepaald vanuit SR en SV_{ito}
- Op basis van SR_{tot} 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 CO₂: 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 en HCl: 20% voor de stappen 1, 2 en 3