

**Referentiewerk Lucht
LABS – 2006
(LuchtAnalyse- en BemonsteringsSchema)**

G. Otten, F. Maes

Externe kwaliteitscontrole voor erkende en kandidaat-erkende laboratoria “Lucht”

2007/MIM/R/31

Februari 2007

Samenvatting

Op donderdag 21 september 2006 werd door VITO in het kader van de externe kwaliteitscontrole voor erkende en kandidaat-erkende laboratoria “lucht” een ringtest georganiseerd voor de bemonstering en analyse van gasvormig HF en een ringtest identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten, telkens op emissieniveau. Aan andere, niet erkende, labo's wordt eveneens de mogelijkheid geboden om deel te nemen aan deze derdelijnscontrole.

Ringtest Gasvormig HF

De ringtest voor bemonstering en analyse voor gasvormig HF werd omwille van het groot aantal deelnemers opgesplitst in twee gelijkaardige sessies. In de voormiddag namen 4 labo's deel, in de namiddag namen 15 labo's deel aan de ringtest.

Er werden in beide sessies 4 concentraties aangeboden in de range van 0,1 tot 3 maal de emissiegrenswaarde(n) van Vlarem II.

Elk erkend labo dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 20% dient een actieplan op te stellen. De laboratoria 5, 6, 7, 10, 11, 17, 19 en 21 hebben grotere afwijkingen gerapporteerd voor één of meerdere stappen die als criterium worden weerhouden.

Van de labo's 5, 6, 7, 10 en 11 wordt verwacht dat zij een actieplan opstellen.

Ringtest VOC's

Veertien labo's hebben deelgenomen aan de ringtest identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies.

Acht kwantitatief te bepalen componenten werden aangeboden waarvan er vijf geëvalueerd zijn, de resterende drie componenten voldeden niet aan de gestelde stabiliteitseisen.

In totaal waren achttien componenten aanwezig in het afgas die dienden geïdentificeerd te worden.

Elk erkend labo dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 20 % dient een actieplan op te stellen. De laboratoria 6, 9, 10, 11, 15, 16, 17, 19, 20 en 21 hebben grotere afwijkingen gerapporteerd voor één of meerdere stappen die als criterium worden weerhouden. Van de labo's 6, 9, 10, 11, 15 en 16 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

Samenvatting	2
Deel 1: Bespreking.....	4
1. Situering van de LABS-ringtest	4
2. Aanmaak referentie	4
3. Statistische verwerking resultaten	11
4. Bespreking van de resultaten.....	12
Deel 2: Resultaten per parameter	18
Deel 3: Resultaten per labo.....	19
Deel 4: Methodes per labo	20
Bijlage 1 Uitnodiging.....	22
Bijlage 2 Lijst van de deelnemende labo's	25

Deel 1: Bespreking

1. Situering van de LABS-ringtest

Op donderdag 21 september 2006 werd door VITO in het kader van de externe kwaliteitscontrole voor erkende en kandidaat-erkende laboratoria “lucht” een ringtest georganiseerd voor de bemonstering en analyse van gasvormig HF en een ringtest identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten, telkens op emissieniveau.

Volgens Art. 1.3.3.1. van Vlarem II moet een erkende milieudeskundige lucht “verplicht deelnemen en actief meewerken aan de door het Departement Leefmilieu, Natuur en Energie of het referentielaboratorium in de beschouwde discipline georganiseerde externe kwaliteitscontroles van de opdrachten waarvoor hij erkend is; de resultaten van deze controles worden anoniem kenbaar gemaakt aan de deelnemende erkende milieudeskundigen”.

Aan de hand van overzichtstabellen en –grafieken wordt in voorliggend rapport de afwijking van elke individuele meting gesitueerd ten opzichte van de referentiemeetwaarden en de meetwaarden van de andere laboratoria. De resultaten worden, zoals hoger aangegeven, op anonieme basis verwerkt. Elk deelnemend labo kent evenwel zijn eigen deelnemingsnummer. De volgorde van toekenning van deze nummers gebeurt willekeurig en is niet gekoppeld aan enig criterium.

2. Aanmaak referentie

2.1. Gasvormig HF

Bij de ringtest gasvormig HF werden in 2 stappen van een half uur en 2 stappen van een uur 4 concentraties aangeboden in de range van 0,1 tot 3 maal de emissiegrenswaarde(n) van Vlarem II.

Een verdunde HF-oplossing (± 3 g HF/l, ± 1 g HF/l, ± 200 mg HF/l of ± 40 mg HF/l afhankelijk van de aan te maken HF-concentratie) wordt met behulp van een vloeistofpomp opgezogen. De verpompte hoeveelheid HF wordt continu gewogen en de balansuitlezing wordt op PC gelogd. Een onverwarmde gasstroom van ± 3 l/min wordt als draaggas bijgevoegd. De HF in de N₂-stroom wordt vervolgens verdampt en vermengd met een tweede verwarmde N₂-gasstroom van ± 47 l/min. De warme gasstroom wordt tenslotte naar een menger geleid waar een onverwarmd N₂-verdunningsdebiet (± 110 l/min) wordt toegevoegd. Het warme gasmengsel komt vervolgens in de verwarmde ringleiding terecht. De temperatuur van deze leiding wordt op 110°C ingesteld.

Het generatiesysteem en de gebruikte inerte materialen werden uitgebreid getest en gevalideerd. De validatie wordt beschreven in de referenties 1 en 2.

De debieten aan verdunningsgas worden tot één gasstroom samengevoegd voor kalibratie en met een Bell-prover van het merk Sierra, type MPB 20 (MIE-ILU-319) gekalibreerd. Deze kalibraties vinden voor en na de bemonsteringen op eenzelfde dag plaats. De Bell-prover bestaat uit een roestvrij stalen cilinder van 600 l die in een oliegevulde kamer wordt ondergedompeld. Wanneer het gas de bell-prover binnenkomt wordt de cilinder verplaatst. De cilinder wordt hierbij in evenwicht gehouden door twee tegengewichten die aan kettingen zijn

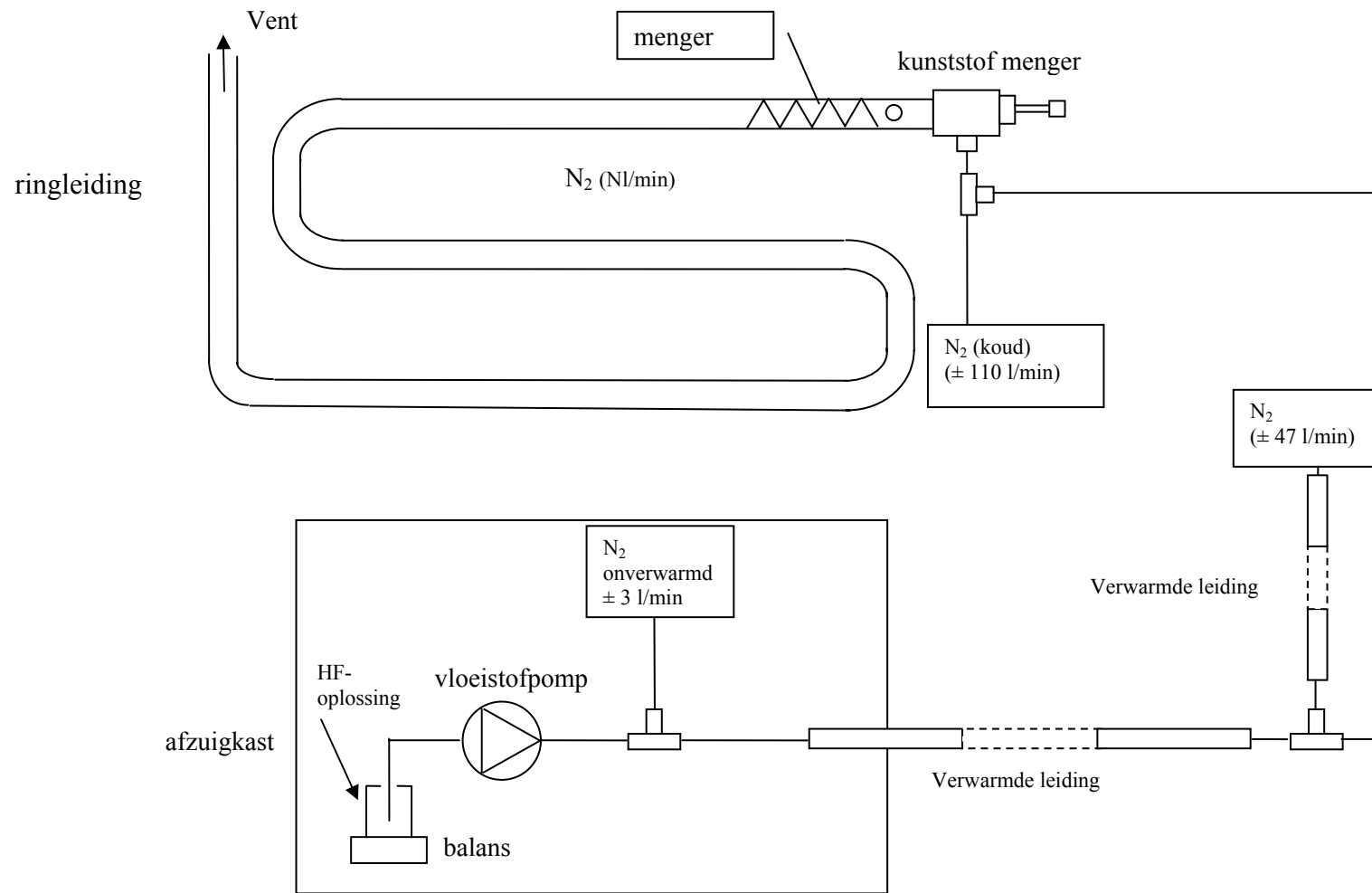
opgehangen. Aan de bovenkant van de cilinder is een metalen draad bevestigd die verbonden is met een lineair optisch encodersysteem dat de positie van de cilinder en zijn verplaatsing ten gevolge van de binnenkomende gasstroom meet.

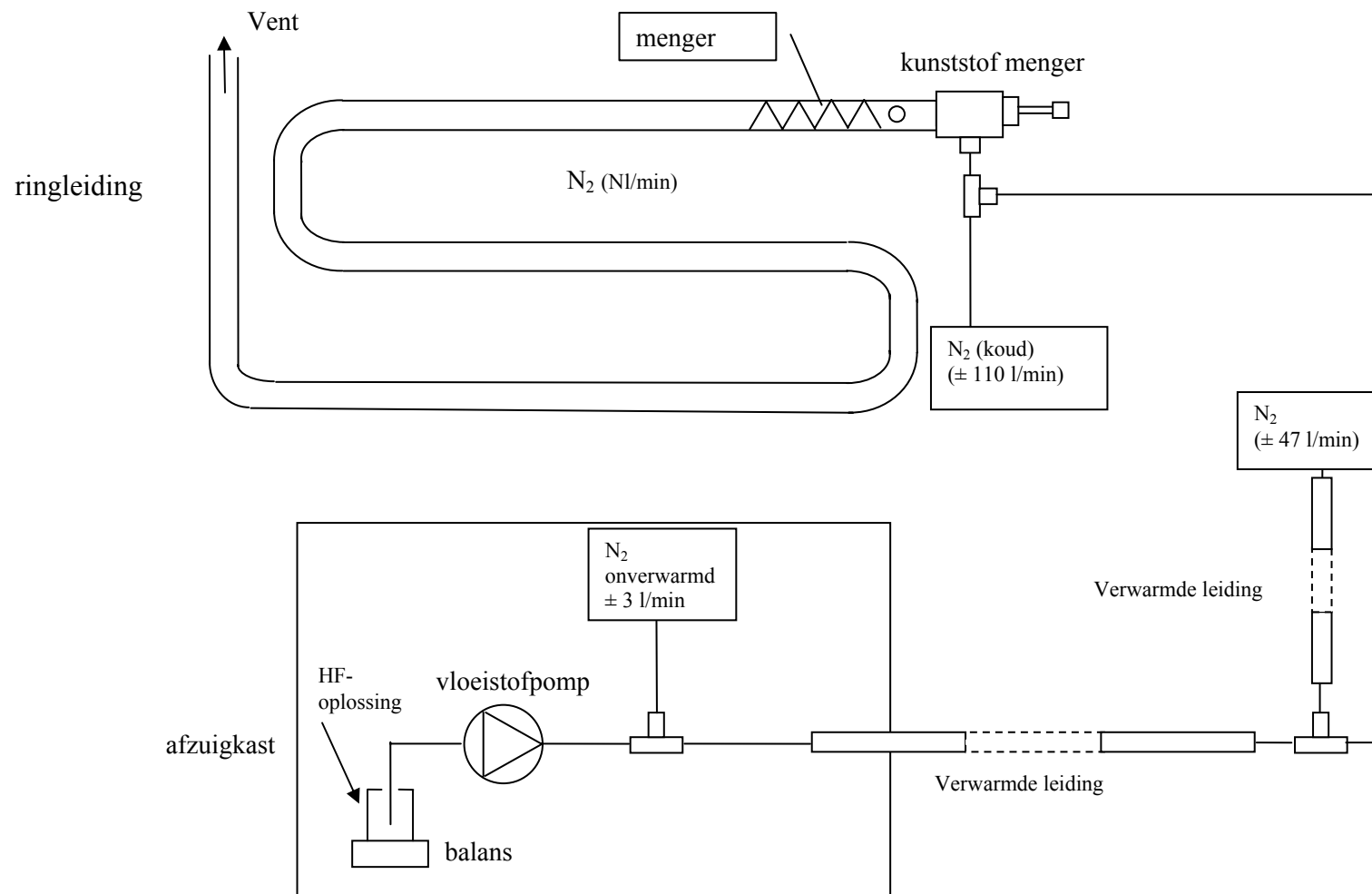
De HF-generatie-oplossingen worden aangemaakt door verdunning vanuit een aangekochte 40,9% HF-stockoplossing. De titer van de stockoplossingen werd gecontroleerd door titratie met NaOH en bleek overeen te stemmen met de opgegeven certificaatwaarde. De verschillende oplossingen werden ter controle met doorstroomspectrometrie (of ionselectieve electrode) geanalyseerd. Uit de HF-concentratie in mg/l en de verpompte hoeveelheid oplossing in g/min kan de afgifte in mg HF/min berekend worden. (de dichtheid van de verdunde HF-oplossingen wordt hierbij gelijkgesteld aan deze van water). De afgifte wordt per proef uitgemiddeld.

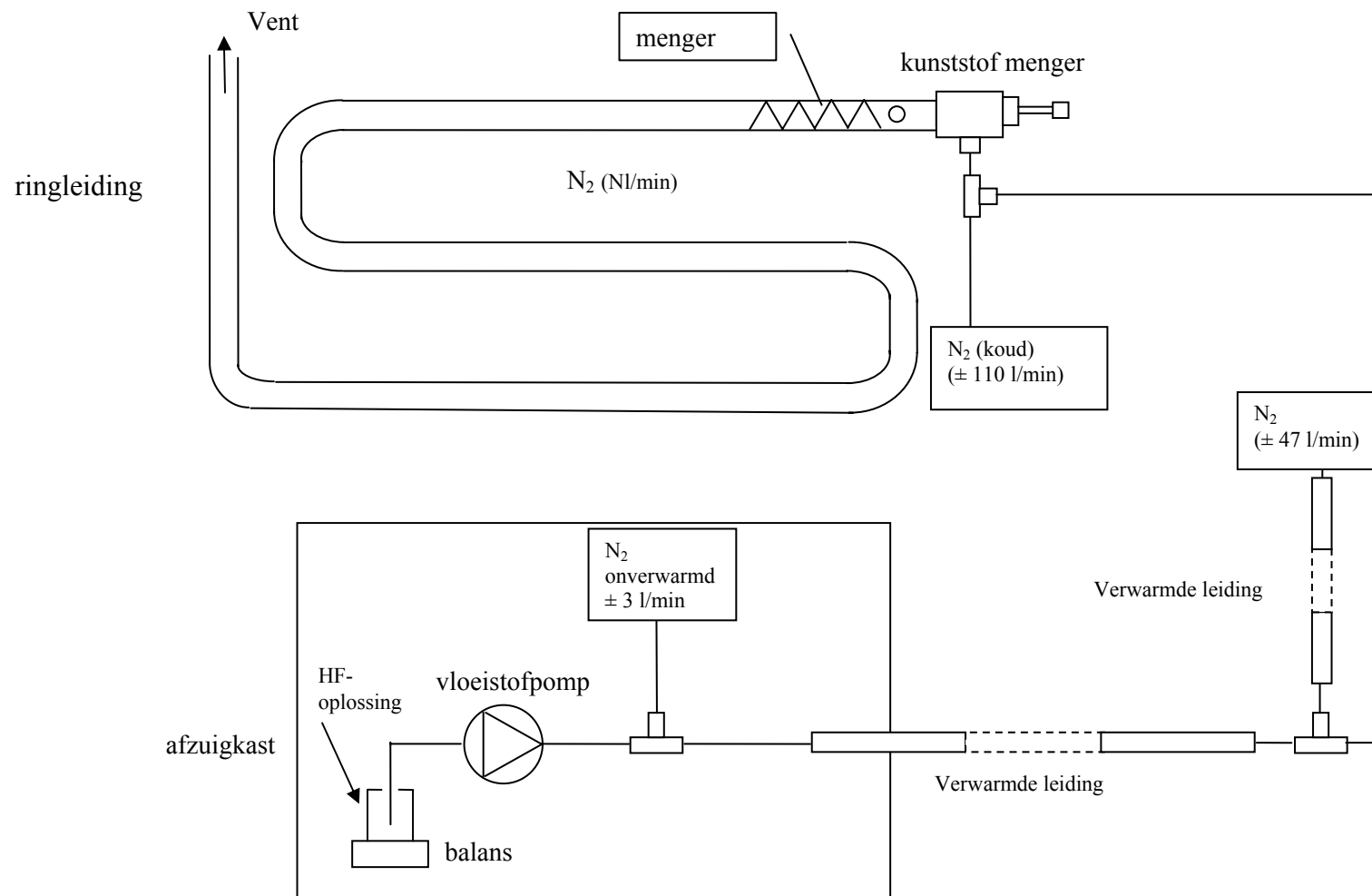
Uit de afgifte in mg HF/min en het totale verdunningsdebiet in l/min kan de gegenereerde HF-concentratie in mg/Nm³ dr berekend worden.

Er wordt steeds gecorrigeerd voor de hoeveelheid HF dat verdampt zonder dat de pomp in werking is.

Figuur 1 geeft een schematische voorstelling van het vloeistof-generatiesysteem voor HF en de ringleiding.







Figuur 1: HF vloeistof-generatiesysteem en -ringleiding

2.2. Oplossingen HF

Naast de ringtest voor bemonstering en analyse van gasvormig HF werden aan de labo's 4 oplossingen meegegeven ter analyse van HF uitgedrukt in mg HF/l.

Het betreft 2 oplossingen van ultrapuur water (oplossingen A en C) en 2 oplossingen van 0,1M NaOH (oplossingen B en D).

De HF- oplossingen worden aangemaakt door verdunning vanuit een aangekochte 40,9% HF-stockoplossing. De titer van de stockoplossingen werd gecontroleerd door titratie met NaOH en bleek overeen te stemmen met de opgegeven certificaatwaarde.

2.3 Vluchtige organische componenten

Het referentiegas bestond uit 8 kwantitatief (tabel 1) en 18 kwalitatief te bepalen componenten (tabel 2). Het aangeboden afgas was droog. Het zuurstofgehalte bedroeg 0 %, de proef werd uitgevoerd in N₂.

Voor de generatie van de organische componenten is gebruik gemaakt van een capillaire dosage systeem (ref. 3), de verdunningsdebieten werden gegenereerd met behulp van thermische massadebietregelaars, die gekalibreerd worden met referentie naar een primaire standaard. Alle concentraties zijn berekend steunende op gegevens bekomen door referentie naar primaire standaarden.

De stabiliteit van de organische componenten in het afgas werd gedurende de hele ringtest opgevolgd m.b.v. GC-FID met gas sample loop en directe analyse. De relatieve standaarddeviaties op de concentratie van de kwantitatief te bepalen componenten zijn component-afhankelijk en worden berekend op negen meetresultaten (1 chromatogram per 14 minuten). Ze situeren zich typisch tussen 0,5 en 3 % RSD. De resultaten van drie componenten, met name aceton, vinylacetaat en methylacetaat voldeden niet aan deze stabiliteitseisen, vandaar dat ze niet opgenomen worden in de evaluatie.

Vroeger uitgevoerde validatietesten hebben de homogeniteit van de concentraties in de ringleiding aangetoond. Bij metingen vooraan, in het midden en achteraan de ringleiding bevinden alle waarden zich binnen een grens van 2 % rond de waarden van de stabiliteitsmetingen, metingen op dezelfde plaats gedurende een bepaalde periode.

Tabel 1 : Kwantitatief te bepalen componenten

Polluent	Concentratie (mg/Nm ³) (*)
Benzeen	8,22
Tolueen	79,5
Chloorbenzeen	102,1
Cyclohexanon	138,5
Trichloormethaan	33,0
Aceton	
Methylacetaat	
Vinylacetaat	

- (*) Normaalcondities gerefereerd naar 0°C, 1013 mbar, droog gas
De gecumuleerde fout op de concentraties bedraagt maximaal ± 3 %.

Tabel 2 : Kwalitatief te bepalen componenten

Polluent	Concentratie (mg/Nm³) (*)
Benzeen	8,22
Tolueen	79,5
Chloorbenzeen	102,1
Cyclohexanon	138,5
Trichloormethaan	33,0
Aceton	
Methylacetaat	
Vinylacetaat	
p-Xyleen	124,6
Ethylbenzeen	75,0
Heptaan	123,9
Cyclohexaan	150
1-Hexeen	74,3
2-Methylcyclohexanon	128,2
n-Butylacetaat	110,2
2-Propanol	82,4
Ethanol	73,4
Diethylether	64,4

(*) Normaalcondities gerefereerd naar 0°C, 1013 mbar, droog gas

3. Statistische verwerking resultaten

In deel 2 (Resultaten per deelnemer) wordt voor elk deelnemend labo een overzicht gegeven waarbij de resultaten van alle ringtesten waaraan het labo in 2006 deelnam vergeleken worden ten opzichte van de resultaten van de andere labo's.

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

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

Voor elke meetwaarde werd een z-score berekend.

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

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

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

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

Omwille van het beperkte aantal deelnemers (4 deelnemende labo's) in de voormiddagssessie van HF-test, werd voor de berekening van de z-score voor de deelnemers van deze sessie de standaarddeviatie van de populatie van de namiddagssessie (15 deelnemende labo's) genomen. Omwille van dezelfde reden (beperkte populatie voormiddagssessie) worden voor de HF-testen van de voormiddagssessie de gemiddelde en mediaan-waarden opgegeven van de testen van de namiddagssessie.

Voor de vluchtige organische componenten werd er slechts 1 sessie georganiseerd (14 deelnemende labo's) en werden standaarddeviatie, gemiddelde en mediaan-waarden berekend voor de volledige groep van 14 deelnemende labo's.

Deel 3 geeft een overzicht per parameter en per stap van alle resultaten van de labo's die aan de betreffende stap hebben deelgenomen. Voor de hoge concentraties gasvormig HF ($\pm 5\text{mg/Nm}^3$ en $\pm 15\text{mg/Nm}^3$) worden de resultaten van de deelnemers van de voormiddagssessie niet mee opgenomen omwille van een beperkt verschil tussen de referentiewaarden van de beide sessies.

Deel 4 geeft een overzicht van de door de labo's gebruikte methodes.

4. Bespreking van de resultaten

4.1 Gasvormig HF

De ringtest voor bemonstering en analyse voor gasvormig HF werd omwille van het aantal deelnemers opgesplitst in twee gelijkaardige sessies. In totaal namen er 19 labo's deel, waarvan 4 niet-erkende labo's in de voormiddagssessie en 15 erkende labo's in de namiddagssessie.

In beide sessies werden 4 concentraties aangeboden in de range van 0,1 tot 3 maal de emissiegrenswaarde(n) van Vlarem II. In onderstaande tabel 3 worden de referentiewaarden voor beide sessies weergegeven. De 2 hoge concentraties werden aangeboden gedurende 30 minuten, de twee lage concentraties werden aangeboden gedurende 1 uur.

	Voormiddagssessie	Namiddagssessie
Stap 1	15,74 mg HF/Nm ³	0,20 mg HF/Nm ³
Stap 2	5,23 mg HF/Nm ³	1,02 mg HF/Nm ³
Stap 3	1,02 mg HF/Nm ³	5,18 mg HF/Nm ³
Stap 4	0,20 mg HF/Nm ³	15,49 mg HF/Nm ³

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

4.1.1 Erkende labo's

Voor de erkende labo's die allen deelnamen aan de namiddagssessie wordt als drempel voor het opstellen van een actieplan voor de bemonstering en analyse van gasvormig HF voor de stappen 2 t.e.m. 4 een afwijking van 20 % ten opzichte van de referentiewaarde genomen.

4.1.1.1. Stap 1

Voor stap 1 wordt er, omwille van de lage referentiewaarde (0,20 mg/Nm³), geen criterium gegeven. De relatieve standaarddeviatie bedraagt 43% waarbij wordt geen rekening gehouden met het resultaat van labo 10 (uitschieter).

4.1.1.2. Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 1,02 mg/Nm³ HF aangeboden via de verdeelleiding. 13 labo's rapporteerden voor deze stap een concentratie die minder dan 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde; 2 labo's (nummers 6 en 10) wijken meer dan 20 % af van de referentiewaarde.

4.1.1.3. Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde van 5,18 mg/Nm³ HF aangeboden. 12 labo's hebben een afwijking tegenover de referentie van 20 % of minder. 3 labo's overschrijden deze afwijking, nl. de labo's 5, 10 en 11

4.1.1.4. Stap 4

In stap 4 werd een concentratie van 15,49 mg/Nm³ HF aangeboden. 3 labo's (labo's 5, 7 en 11) hebben een afwijking tegenover de referentie van meer dan 20%.

4.1.1.5. Besluit HF

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

- op de in totaal 45 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (3 stappen, 15 labo's per stap) zijn er 37 die 20 % of minder afwijken ten opzichte van de referentiewaarde;
- 21 van de 45 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- er zijn 10 labo's waarvan de resultaten voor de 3 stappen 20 % of minder verschillen van de referentiewaarde; er is geen enkel labo dat voor alle drie de stappen meer dan 20 % afwijking rapporteert t.o.v. de referentiewaarde;
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk 6 %, 10 % en 11 % voor de stappen 2, 3 en 4.
- van volgende labo's wordt verwacht dat zij een actieplan opstellen, omdat zij voor één of meerdere stappen een afwijking van meer dan 20 % t.o.v. de referentiewaarde vertonen: labo's 5, 6, 7, 10 en 11

4.1.2 Niet erkende labo's

Voor de niet erkende labo's kunnen de resultaten eveneens getoetst worden aan de 20% drempelwaarde zonder evenwel de expliciete vraag naar het opstellen van een actieplan bij overschrijding van dit criterium.

4.1.2.1. Stap 1

In stap 1 werd een concentratie van 15,74 mg/Nm³ HF aangeboden. 3 labo's (labo's 17, 19 en 21) hebben een afwijking tegenover de referentie van meer dan 20%.

4.1.2.2. Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 5,23 mg/Nm³ HF aangeboden via de verdeelleiding. 3 labo's (labo's 17, 19 en 21) hebben een afwijking tegenover de referentie van meer dan 20%.

4.1.2.3. Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde van 1.02 mg/Nm³ HF aangeboden. 2 labo's (labo's 17 en 21) hebben een afwijking tegenover de referentie van meer dan 20%.

4.1.2.4. Stap 4

Voor stap 4 wordt er, omwille van de lage referentiewaarde (0,2 mg/Nm³), geen criterium gehanteerd.

4.1.2.5. Besluit HF niet-erkende labo's

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

- op de in totaal 12 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (3 stappen, 4 labo's per stap) zijn er 4 die 20 % of minder afwijken ten opzichte van de referentiewaarde;
- 3 van de 12 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- er is 1 labo dat voor de 3 stappen 20 % of minder afwijkt van de referentiewaarde; de resultaten van dit labo liggen steeds binnen de 4% afwijking t.o.v. de referentiewaarde; 2 labo's hebben voor de drie stappen een afwijking van meer dan 20 % afwijking t.o.v. de referentiewaarde; 1 labo heeft voor stappen 1 t.e.m. 3 een systematische negatieve afwijking t.o.v. de referentiewaarde van 52%. Het labo heeft reeds schriftelijk gemeld dat de systematische afwijking te wijten is aan een foutieve defaultwaarde in het berekeningsprogramma. Na correctie bedragen de afwijkingen respectievelijk nog -6%, -7% en -3 %.

4.2 Oplossingen HF

Voor de analyses op de HF-oplossingen worden er geen criteria gegeven.

De resultaten kunnen een inzicht geven betreffende het aandeel van de analyse in de totale meetfout van bemonstering en analyse van gasvormig HF .

Aan de labo's werden er vier oplossingen meegegeven ter analyse, waarvan twee oplossingen van ultrapuur water (oplossingen A en C) en twee 0,1M NaOH-oplossingen (oplossingen B en D).

De concentraties van de oplossingen bedragen respectievelijk 5,1mg HF/l, 1,0 mg HF/l , 1,0 mg HF/l en 5,1 mg HF/l voor de oplossingen A tot en met D.

Mits eliminatie van de uitschieters (3 voor oplossing A, 1 voor de overige oplossingen) kan men besluiten dat de meetonzekerheid (RSD %) \pm onafhankelijk is van het soort oplossing, UPW of 0.1M NaOH. Deze bedraagt 6 % voor de NaOH-oplossing en 7% voor UPW voor de concentraties van 5,1 HF mg/l, en 13% voor beide oplossingen met een concentratie van 1,0 HF mg/l.

Verder kan besloten worden dat de analysefout een belangrijke bijdrage vormt in de totale fout van analyse en bemonstering.

4.3 Vluchtige organische componenten

4.3.1 Kwantitatieve bepaling van gekende organische componenten

In het aangeboden afgas dienen 5 organische componenten kwantitatief bepaald te worden, drie aangeboden componenten voldeden niet aan de stabiliteitseisen en worden niet geëvalueerd. Vier andere organische stoffen - die opgegeven waren als zijnde mogelijk aanwezig - kwamen niet in het afgas voor. De concentratie van de aanwezige polluenten was groter dan 0,1 maal de algemene emissiegrenswaarde.

4.3.1.1. Benzeen

Voor benzeen werd een referentiewaarde van 8,22 mg/Nm³ aangeboden. Eén labo (nummer 11) rapporteert een concentratie die meer dan 20 % afwijkt van de referentiewaarde.

4.3.1.2. Tolueen

Voor tolueen werd een referentiewaarde van 79,5 mg/Nm³ aangeboden. Twee labo's (nummers 11 en 19) rapporteren een concentratie die meer dan 20 % afwijkt van de referentiewaarde.

4.3.1.3. Chloorbenzeen

Voor chloorbenzeen werd een referentiewaarde van 102,1 mg/Nm³ aangeboden. Twee labo's (nummers 11 en 19) rapporteren een concentratie die meer dan 20 % afwijkt van de referentiewaarde.

4.3.1.4. Cyclohexanon

Voor cyclohexanon werd een referentiewaarde van 138,5 mg/Nm³ aangeboden. Zes labo's (nummers 6, 10, 16, 19, 20 en 21) rapporteren een concentratie die meer dan 20 % afwijkt van de referentiewaarde.

4.3.1.5. Trichloormethaan

Voor trichloormethaan werd een referentiewaarde van 33,0 mg/Nm³ aangeboden. Zes labo's (nummers 6, 9, 11, 15, 17 en 19) rapporteren een concentratie die meer dan 20 % afwijkt van de referentiewaarde.

4.3.1.6. Besluit

Tabel 4 geeft een overzicht van welke labo's voor welke componenten een systematische fout vertonen van meer dan 20 %.

Tabel 4: Componenten waarvoor SF% > 20%

Labo	Polluent				
	benzeen	tolueen	chloorbenzeen	cyclohexanon	trichloormethaan
6				x	x
7					
8					
9					x
10				x	
11	x	x	x		x
12					
15					x
16				x	
17					x
18					
19		x	x	x	x
20				x	
21				x	

Elk erkend labo dat 1 of meer stappen vertoont met een afwijking van meer dan 20% moet een actieplan opstellen. De laboratoria 6, 9, 10, 11, 15, 16, 17, 19, 20 en 21 voldoen niet aan het gestelde criterium voor 1 of meer componenten. Van de labo's 6, 9, 10, 11, 15 en 16 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

4.3.2 Identificatie van organische componenten d.m.v. GC-MS

In de te bemonsteren emissie dienden een onbekend aantal organische componenten geïdentificeerd te worden m.b.v. GC-MS. De resultaten van deze screening zijn samengevat in tabel 5.

Tabel 5 : Gedetecteerde componenten in het afgas

componenten	Labo													
	6	7	8	9	10	11	12	15	16	17	18	19	20	21
Geïdentificeerde componenten														
Benzeen	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Tolueen	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Chloorbenzeen	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Cyclohexanon	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Trichloormethaan	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Aceton	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Methylacetaat	x	x	x	x	x	x	o	x	x	x	x	/	x	x
Vinylacetaat	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	/	x	x
p-Xyleen	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Ethylbenzeen	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	o	x	x	x
Heptaan	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Cyclohexaan	x	x	x	x	x	x	x	x	o	x	x	x	x	x
1-Hexeen	x	x	x	x	x	x	x	o	x	x	x	x	x	x
2-Methylcyclohexanon	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
n-Butylacetaat	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
2-Propanol	o	x	x	x	x	x	x	o	x	x	x	o	x	x
Ethanol	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	o	x	x
Diethylether	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	o	x	x
Overige geïdentificeerde componenten														
Hexaan								x						
Ethylacetaat								x						

/ : niet gemeten

o : niet teruggevonden

Tabel 5 is opgedeeld in twee delen :

- Geïdentificeerde componenten :
In deze lijst zijn de organische componenten opgenomen die tijdens de ringtest aanwezig waren in de proefluchtverdeelheid;
- Overige geïdentificeerde componenten :
Dit zijn door de laboratoria "kwalitatief bepaalde organische componenten" die niet aanwezig waren in het aangeboden afgas of waarvan de concentratie beduidend lager was dan 0,1 maal de algemene emissiegrenswaarde.

Deel 2: Resultaten per parameter

zie bijgevoegde file 'LABS2006Deel2.xls'

Deel 3: Resultaten per labo

zie bijgevoegde file 'LABS2006Deel3.xls'

Deel 4: Methodes per labo

zie bijgevoegde file 'LABS2006Deel4.xls'

Referenties :

- (1): 2005/MIM/R/106
Validatie van de generatie en bemonstering met aansluitende analyse van fluoride volgens NBN T95-501, W. Swaans, E. Damen, R. De Fré, augustus 2005 (www.emis.vito.be/EMIS/Media/lucht_validatierapport_fluoride_2005.pdf)
- (2): 2006/MIM/R/132
Voorbereiding ringtest; validatie van een vloeistofgeneratiesysteem voor gasvormig HF en test van de HF-gasverdeelleiding, W. Swaans, E. Damen, R. De Fré, G. Otten, september 2006 (vertrouwelijk)
- (3): 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

Bijlage 1 Uitnodiging

datum
25.08.2006

Ringtesten LABS 2006

Geachte heer, mevrouw

Hierbij nodigen we uw laboratorium uit om deel te nemen aan de derdelijns kwaliteitskontrolle die door VITO wordt georganiseerd in het kader van uw erkenning Lucht. Zoals bekend heeft VITO, die door de Vlaamse Overheid werd aangeduid als referentielaboratorium, o.m. de taak om te waken over de kwaliteit van de in Vlaanderen uitgevoerde bemonsteringen en analyses.

Met betrekking tot de praktische invulling van de ringtesten wordt volgens de afspraken een vijfjarenplan gevolgd dat in wederzijds overleg werd opgesteld.

Voor dit jaar voorzien we op donderdag **21 september 2006** een ringtest identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies en een ringtest gasvormig HF.

Het is onze doelstelling zo weinig mogelijk van uw tijd in beslag te nemen. Daarom wordt er ook dit jaar voor geopteerd om de metingen bij VITO op één en dezelfde dag te laten doorgaan.

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

Mogen we er u op wijzen dat wanneer het onderwerp van een georganiseerde oefening deel uitmaakt van uw lopende erkenning, het verplicht is aan deze oefening deel te nemen. Gelieve voor **1 september 2006** een bevestiging van deelname via e-mail reply te bezorgen op chris.gielen@vito.be , met vermelding van de ringtest waaraan u wil deelnemen.

Hopende op Uw actieve medewerking, verblijven wij,

Hoogachtend,
Voor VITO – Milieumetingen

R. De Fré

E. Goelen

H. Van den Broeck

Bijlage

De ringtest voor identificatie en kwantificatie van organische componenten gebeurt aan het gebouw Prodem (PRD), die voor gasvormig HF gebeurt aan het gebouw Luchtanalysen (LAN).

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

De ringtest voor identificatie en kwantificatie van organische componenten begint om 10.00 uur en duurt tot 12.00 uur.

De ringtest voor gasvormig HF begint om 13.00 uur en duurt tot 17.00 uur.

De invulbladen voor zowel de resultaten als de gebruikte meetmethodes kan u in de bijgevoegde Excel-formulieren terugvinden. De resultaten dienen ons uiterlijk 1 maand na de ringtest te bereiken per mail (chris.gielen@vito.be) én per fax (014/319472).

LABS 2006-1

Bij de ringtest voor gasvormig HF worden in het totaal een viertal verschillende stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range van de Vlarem II bepalingen.

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

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

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

LABS 2006-2

Tijdens de ringtest identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies 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).

Een aantal van de componenten opgeleijst in tabel 1 zijn aanwezig in het afgas en dienen gekwantificeerd te worden. Gelijktijdig worden er andere componenten in het afgas aangeboden waarvan er een identificatie wordt gevraagd. 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](#)).

Tabel 1: Te kwantificeren componenten in het afgas

Mogelijk aanwezige componenten	Grootte-orde concentratie (mg/Nm ³)
benzeen	5
tolueen	100
chloorbenzeen	100
2-butanon	150
aceton	150
cyclohexanon	100
trichloormethaan	20
tetrachloroethyleen	100
methylacetaat	100
ethylacetaat	150
ethylacrylaat	20
vinylacetaat	100

Elk labo dient drie resultaten voor het kwantitatieve gedeelte door te sturen. De keuze van de adsorbentia is vrij. De resultaten dienen ons uiterlijk 1 maand na de ringtest te bereiken. De antwoordformulieren bevinden zich in een apart Excel bestand.

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

Bijlage 2 Lijst van de deelnemende labo's

SGS Belgium NV
Keetberglaan 4
Haven 1091
9120 Beveren

TUV
Schelsenweg 6
D-41238 Mönchengladbach

TAUW nv
Waaslandlaan 8A3
9160 Lokeren

Eurofins/Gfa
Otto-Hahn-Straße 22
48161 Münster-Roxel

Envirotox n.v.
Siemenslaan 13
8020 Oostkamp

Tessengerlo Chemie
Stationsstraat z/n
3980 Tessenderlo

Laboratorium Van Vooren
Industriepark Rosteyne 1
9060 Zelzate

VITO
Boeretang 200
2400 Mol

LISEC v.z.w.
Craenevenne 140
3600 Genk

AIB- Vinçotte nv – Divisie Ecosafer
Cross Point
Leuvensesteenweg 248
1800 Vilvoorde

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

BECEWA v.z.w.
Venecoweg 17
9810 Nazareth

LOVAP v.z.w.
Kleinhoefstraat 4
2440 Geel

Provincie Gelderland
Postbus 9090
6800 GX Arnhem

SERVACO n.v.
Tramstraat 2
8560 Wevelgem

LABORELEC
Rodestraat 125
1630 Linkebeek

Bayer Antwerpen N.V.
Centraal Analytisch Laboratorium
Haven 507-Scheldelaan 420
2040 Antwerpen

Provincie Noord-Brabant:
Postbus 90151
5200 MC 's-Hertogenbosch (Nederland)

Dienst Leefmilieu van de Stad Brugge
Walweinstreet 20
8000 Brugge

CWOBKN
Avenue Gouverneur Cornez 4
7000 Mons