

EINDRAPPORT

Derdelijnscontrole Lucht LABS2010

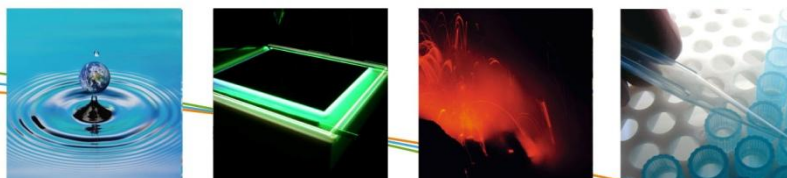
(LuchtAnalyse- en BemonsteringsSchema)

Externe kwaliteitscontrole voor erkende- en kandidaat-erkende laboratoria
"Lucht"

B. Baeyens, E. Damen, R. De Fré, F. Maes, W. Swaans, G. Otten

2010/MRG/R/351

Oktober 2010



VITO NV

Boeretang 200 – 2400 MOL – BELGIE
Tel. + 32 14 33 55 11 – Fax + 32 14 33 55 99
vito@vito.be – www.vito.be

BTW BE-0244.195.916 RPR (Turnhout)
Bank 435-4508191-02 KBC (Brussel)
BE32 4354 5081 9102 (IBAN) KREDBEBB (BIC)



Samenvatting

Op dinsdag 27 en woensdag 28 april 2010 werd door VITO in het kader van de externe kwaliteitscontrole voor erkende en kandidaat-erkende laboratoria "lucht" een derdelijnscontrole "Lucht" georganiseerd.

Aan andere, niet erkende, labo's wordt eveneens de mogelijkheid geboden om deel te nemen aan deze oefening.

In totaal namen 23 labo's deel waarvan 15 erkende of kandidaat erkende en 8 niet erkende labo's. Twee labo's hiervan namen deel aan een gelijkaardige derdelijnscontrole georganiseerd op VITO op 18 en 19 mei 2010. De resultaten van deze deelnemers worden gedeeltelijk eveneens in dit rapport opgenomen.

Volgende zes parameterpakketten werden bij de ringtesten aangeboden.

1. LABS2010-1: analyse vliegastaal voor zware metalen
2. LABS2010-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
3. LABS2010-3: stofweging conform de EN 13284-1
4. LABS2010-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
5. LABS2010-5: de continue meting van anorganische rookgassen
6. LABS2010-6: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

De aangeboden concentraties voor de verschillende pakketten liggen op emissieniveau. Er wordt verder bij de selectie van de verschillende stappen rekening gehouden met in de praktijk voorkomende matrices en de veranderende wetgeving en normering

LABS 2010-1 Analyse vliegastaal voor zware metalen

Twaalf labo's hebben deelgenomen aan de ringtest analyse vliegastaal voor zware metalen. De vliegastalen werd aan de labo's overhandigd op 27 en 28 april.

In totaal werden er 24 componenten aangeboden die geïdentificeerd en gekwantificeerd dienden te worden.

Elk erkend of kandidaat erkend labo dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 30% voor Se, Sn, Tl en As of meer dan 20% voor de overige zware metalen, dient een actieplan op te stellen indien de betreffende zware metalen waarvoor de overschrijding werd vastgesteld, tot het erkenningspakket behoren.

De laboratoria 3, 5, 7, 8, 10, 13, 16, 20 en 21 hebben grotere afwijkingen gerapporteerd voor één of meerdere elementen. Van de labo's 3, 5, 7, 8, 13 en 21 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

LABS 2010-2 Parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte

De ringtest voor de bepaling van temperatuur, druk, volume en watergehalte werd doorlopend gehouden in gebouw LAN op 27 en 28 april.

Voor de volumebepaling werd aan elk labo gevraagd een hoeveelheid gas van ongeveer 100 liter aan te zuigen met een uitrusting voor het bemonsteren van rookgassen voor natchemische analyses en hiervan nauwkeurig het volume te meten.

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

Voor de bepaling van de gassnelheid werden twee snelheden aangeboden op twee verschillende niveaus (tussen 4 en 20 m/s gemeten). Aan labo's 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 labo 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 erkende en kandidaat erkende labo's 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°C
- Voor snelheid een afwijking van 12,5%-0,53% * v
- Voor water een afwijking van 15%

In het totaal worden 4 actieplannen opgevraagd: 1 voor volume (labo 24), 2 voor de snelheidsmeting (labo 8 en 14) en 1 voor de waterbepaling (labo 24).

LABS2010-3 Stofweging

Voor de belading voor zowel de lage als de hoge stofgehalten namen 19 labo's deel aan de ringtest. Vier labo's namen deel met 2 filtersets voor het hoge gehalte, één labo nam deel met 2 filtersets voor het lage gehalte. Voor de stofweging laag en voor de stofweging hoog werd aan de labo's gevraagd telkens een set van 5 filters te bezorgen aan het referentielaboratorium. Deze sets werden dan beladen door het referentielabo tijdens de ringtesten en opnieuw aan de labo's meegegeven ter weging.

Elk erkend of kandidaat erkend labo dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 15 % voor de lage gehalten en 10 % voor de hoge gehalten dient een actieplan op te stellen. Van labo 4 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

LABS2010-4 Totaal koolwaterstoffen

Achtien labo's hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. De ringtest werd gehouden op 28 april van 10u00 tot 12u00 in gebouw Prodem.

In totaal werden dertien stappen aangeboden van ongeveer telkens 10 minuten.

Elk erkend of kandidaat erkend labo dat voor de stappen 1, 2, 3 en 13 één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 15 % t.o.v. de referentiewaarde dient een actieplan op te stellen.

Er dienen geen actieplannen opgesteld te worden.

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

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

Labo' 5, 7 en 17 voldoen niet aan dit criterium voor dichloormethaan, labo's 5 en 7 dienen hiervoor een actieplan op te stellen.

Labo 8 voldoet niet aan dit criterium voor ethanol, en dient hiervoor een actieplan op te stellen.

LABS 2010-5 Ringtest anorganische rookgassen

Eenentwintig laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest anorganische rookgassen. De ringtest werd gehouden op 28 april van 13u30 uur tot 16u00 in gebouw Prodem.

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-rookgassen ter bemonstering aangeboden. De negen mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen stappen waren er vier 'kalibratiestappen' met één component in droge N₂ of lucht (< 0,8 vol% vocht absoluut); 1 kalibratiestap (SO₂) bevatte een bevochtigd dragergas en vier stappen bevatten meerdere componenten waarvan één stap meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,8 vol% absoluut).

De erkende en kandidaat erkende labo's die een relatieve afwijking rapporteerden van 10 % of meer (0,3 vol % absoluut voor O₂) voor de stappen 2, 4, 6, en 7 of 20 % of meer (0,3 vol% voor O₂) voor de overige stappen dienen een actieplan op te stellen.

Labo's 2, 4, 5, 8, 9, 10, 14, 17, 22 en 24 voldoen niet aan deze criteria.

Labo's 2, 4, 5, 8, 9, 22 en 24 dienen hiervoor een actieplan op te stellen.

LABS 2010-6 Ringtest gasvormig waterstoffluoride

Vijftien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstoffluoride.

Bij de ringtest werden drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 0,5-50 mg/Nm³.

Elk erkend of kandidaat erkend labo dat voor de stappen 1 en 2 een resultaat heeft met een afwijking van meer dan 20 % t.o.v. de referentiewaarde dient een actieplan op te stellen. Er worden geen actieplannen gevraagd.

Inhoud

Samenvatting	I
Inhoud	V
Lijst van tabellen	VII
Lijst van figuren	VIII
HOOFDSTUK 1 SITUERING VAN DE LABS-RINGTEST	1
HOOFDSTUK 2 AANMAAK REFERENTIE	3
2.1 LABS 2010-1 Analyse vliegastaal zware metalen	3
2.2 LABS 2010-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	4
2.2.1 Temperatuur	4
2.2.2 Volume	4
2.2.3 Gassnelheid	5
2.2.4 Watergehalte	6
2.3 LABS 2010-3 Stof belading	7
2.3.1 Validatie	7
2.3.2 Ringtest stofweging	8
2.4 LABS 2010-4 Totaal koolwaterstoffen	8
2.4.1 Inleiding	8
2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas	9
2.5 LABS 2010-5 Anorganische rookgassen	9
2.5.1 Inleiding	9
2.5.2 Samenstelling van het te bemonsteren testgas	10
2.6 LABS 2010-6 Gasvormig HF	11
HOOFDSTUK 3 STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN	13
3.1 Ringtesten LABS2010-1, LABS 2010-4, LABS 2010-5 en LABS2010- 6	13
3.2 Ringtesten LABS2010-2 en LABS2010-3	13
HOOFDSTUK 4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN	15
4.1 Analyse vliegastaal zware metalen	15
4.2 Fysische parameters	16
4.2.1 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	16
4.2.2 Volumebepaling	17
4.2.3 Temperatuur	17
4.2.4 Snelheidsmetingen	18
4.2.5 Waterbepaling	20
4.3 Stof	20
4.3.1 Lage stofconcentraties	21
4.3.1.1 KCl laag	21

4.3.1.2	KNO ₃ laag _____	21
4.3.1.3	(NH ₄) ₂ SO ₄ laag _____	22
4.3.2	Hoge stofconcentraties _____	22
4.3.2.1	KCl hoog _____	22
4.3.2.2	KNO ₃ hoog _____	22
4.3.2.3	(NH ₄) ₂ SO ₄ hoog _____	23
4.3.3	Blanco's _____	23
4.3.4	Besluit stofbelading _____	23
4.4	Totaal koolwaterstoffen _____	24
4.5	Anorganische rookgassen _____	24
4.6	Gasvormig waterstoffluoride _____	25
4.6.1	Bespreking _____	26
4.6.2	Stap 1 _____	26
4.6.3	Stap 2 _____	26
4.6.4	Stap 3 _____	26
4.6.5	Besluit HF _____	26
Deel 2: Resultaten per labo voor de ringtesten LABS2010-1, LABS2010-2, LABS2010-3, LABS2010-4, LABS2010-5 en LABS2010-6 _____		27
Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABS2010-1, LABS2010-4, LABS2010-5 en LABS2010-6 _____		27
Deel 4: Resultaten per parameter voor LABS2010-2 en LABS2010-3 _____		27
Deel 5: Methodes per labo _____		27
Referenties _____		29
BIJLAGEN _____		31
Bijlage 1:	Lijst met technisch verantwoordelijken _____	31
Bijlage 2:	Uitnodiging _____	33
Bijlage 3:	Lijst van de deelnemende labo's _____	38

Lijst van tabellen

Tabel 1: Referentieconcentraties zware metalen.....	3
Tabel 2: Procentuele afwijking na 1, 2, 3 en 16 u droging bij een temperatuur van 160 °C	8
Tabel 3: Referentie concentratie de van de verschillende componenten en gerelateerd zuurstofgehalte tijdens de ringtest LABS 2010-4	9
Tabel 4: Referentie concentraties van de rookgascomponenten tijdens de ringtest LABS 2010-5	10
Tabel 5: Uitgebreide relatieve meetonzekerheid op de gegenereerde gasconcentraties in %	11
Tabel 6: Componenten waarvoor de fout > 30% voor Se, Sn, Tl en As of meer dan 20% voor de overige zware metalen	15
Tabel 7: Referentieconcentraties 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	6
Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels ...	7

HOOFDSTUK 1 SITUERING VAN DE LABS-RINGTEST

Op dinsdag 27 en woensdag 28 april 2010 werd door VITO in het kader van de externe kwaliteitscontrole voor erkende en kandidaat-erkende laboratoria "lucht" een derdelijnscontrole Lucht georganiseerd. De organisatie van de ringtest is een onderdeel van een globaal pakket referentietaken dat VITO jaarlijks uitvoert in opdracht van de Vlaamse Overheid en specifiek in samenspraak met de Adeling Leefmilieu, Natuur en Energie.

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 en niet erkende milieudeskundigen".

Kandidaat erkende labo's nemen deel in het kader van de evaluatie van de lopende erkenningsaanvraag. Aan niet erkende labo's wordt de mogelijkheid geboden deel te nemen met als finaliteit een interne kwaliteitscontrole.

Volgende zes parameterpakketten werden bij de ringtest van 2010 aangeboden.

1. LABS2010-1: analyse vliegastaal zware metalen
2. LABS2010-2: de parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte
3. LABS2010-3: stofweging conform de EN 13284-1
4. LABS2010-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
5. LABS2010-5: de continue meting van anorganische rookgassen
6. LABS2010-6: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

Aan de hand van overzichtstabellen en -grafieken wordt in voorliggend rapport met bijlagen de afwijking van elke individuele meting gesitueerd ten opzichte van de referentiewaarden en de meetwaarden van de andere laboratoria. 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.

HOOFDSTUK 2 AANMAAK REFERENTIE

De verschillende ringtesten LABS2010-1 t.e.m. LABS2010-6 werden aangeboden in de eigen laboinfrastructuur van VITO, gelegen in de Boeretang 200 in 2400 Mol. De organisatie, de voorbereiding, de uitvoering en de uiteindelijke rapportering wordt volledig en exclusief uitgevoerd door VITO-medewerkers. In geen enkele ringtest wordt er gewerkt met onderaannemers. In bijlage 3 wordt een overzicht gegeven van de technisch verantwoordelijken en de medewerker dataverwerking.

2.1 LABS 2010-1 Analyse vliegasaal zware metalen

Voor de ringtest "analyse vliegasaal zware metalen " werd aan elk deelnemend labo een gesloten, glazen recipiënt bezorgd met een hoeveelheid vliegasaal (± 5 g/recipiënt).

Aan dit gedroogd reëel vliegasaal (fijn poeder) werden de elementen Tl, Hg, Be en Se geaddeerd. Het monster werd gehomogeniseerd in een turbula gedurende 24 uur. Na drogen bij 40°C werd het monster gemalen in de kogelmolen en gezeefd over 250 μm . Dit monster werd verdeeld in glazen recipiënten

De homogeniteit van het vliegasaalmonster, zowel binnen 1 recipiënt als tussen 2 recipiënten, werd gecontroleerd door alle metaalconcentraties te bepalen van 3 verschillende recipiënten en dit telkens in duplo.

Het vliegasaal bevat alle elementen van het erkenningspakket 16 (Cd, Tl, As, Sb, Pb, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, V, Se, Sn en Hg) verder aangevuld met Ti, Ba, Fe, Zn, Mo, Al, Ca, K, Mg, Na.

De referentieconcentratie werd bepaald door de gemiddelde waarde van de deelnemende labo's te berekenen, rekening houdende met de uitschieters. In tabel 1 worden de aldus berekende referentieconcentraties weergegeven.

Tabel 1: Referentieconcentraties zware metalen

Metaal	Concentratie (mg/kgDS)	Metaal	Concentratie (mg/kgDS)
Al	7186,3	Tl	82,6
Ba	1922,8	As	1670,0
Fe	14442,7	Co	140,3
Mo	247,5	Ni	629,7
Zn	44813,3	Sb	1255,5
Ca	28290,1	Pb	23175,3
K	92888,4	Cr	591,8
Mg	3702,4	Cu	4037,4
Na	131367,4	Mn	910,3
Ti	6082,2	V	185,9
Cd	712,4	Sn	2638,0
Hg	4,00	Se	70,1

2.2 LABS 2010-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte

In de volgende paragrafen worden voor temperatuur, volume, gassnelheid en watergehalte de gebruikte toestellen en generatiemethode beschreven.

2.2.1 Temperatuur

De temperatuurmetingen werden uitgevoerd met behulp van een gefluidiseerd zandbad van het merk Techne, type SBL-2. Dit bad heeft een diameter van 22,8 cm, een nuttige diepte van 14 cm en bevat ± 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 temperatuur controller 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.

2.2.2 Volume

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

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

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

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

De gecertificeerde druksensor die gebruikt wordt is van het merk 'Setra', model 239 (0-15 inch H_2O) en werd vóór de ingebruikname gekalibreerd tegenover een BKO-gecertificeerde, geïnclineerde oliemanometer.

De analoge uitgangssignalen van verplaatsing, druk en temperatuur worden via een datalogger (ADAM) om de 10 s opgeslagen op PC.

De atmosferedruk wordt gemeten met een digitale barometer van Setra, model 370 die vóór gebruik vergeleken werd met een BKO-gecertificeerde barometer en eveneens opgeslagen op PC. De bovenstaande methodologie realiseert de herleidbaarheid van de aangeboden volumes naar de primaire grootheid lengte.



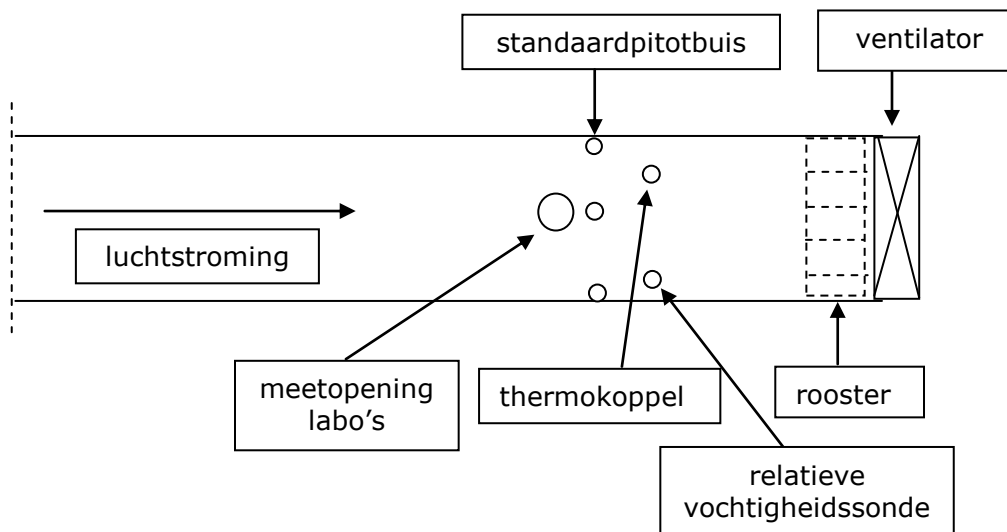
De totale fout op de volumebepaling met de Bell prover werd berekend met de onzekerheden op volume, temperatuur en druk. De belangrijkste onzekerheid is afkomstig van de schommelingen in atmosferedruk en temperatuur en de diameter van de klok.

De totale relatieve fout, uitgedrukt als standaard-deviatie, 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.

2.2.3 Gassnelheid

De gassnelheidsmetingen werden uitgevoerd in een windtunnel, geconstrueerd uit roestvrij staal, die door Vito gebouwd werd en schematisch wordt weergegeven in figuur 1. De tunnel heeft een inwendige diameter van 50 cm en een totale lengte van 6 m. De gassnelheid wordt gegenereerd door een frekwentiegestuurde ventilator. Om een homogene snelheidsverdeling over de volledige diameter te garanderen wordt onmiddellijk vóór de ventilator een roosterstructuur geplaatst. Tevens wordt aan de ingang van de buis een draadnet gemonteerd. In de buis zijn 6 meetopeningen aangebracht, vijf met een diameter van 11 mm en één met een diameter van 40 mm. In één van de meetopeningen wordt een standaardpitotbuis als referentiemeettoestel geplaatst: deze werd tijdens de metingen in verticale richting (van boven naar beneden) gemonteerd met de opening op een diepte van 25 cm. Twee meetopeningen worden gebruikt voor respectievelijk een temperatuurmeting met een thermokoppel en een vochtbepaling met een relatieve vochtigheidssonde.



Figuur 1: Schematische voorstelling van de windtunnel

Vooraleer de opstelling voor de ringtest werd gebruikt werden de volgende parameters gevalideerd:



- vergelijkbaarheid meetpunt-referentiepunt
- homogeniteit van de meetdoorsnede
- stabiliteit van de ingestelde snelheid in functie van de tijd
- herhaalbaarheid

Voor de bijhorende resultaten wordt verwezen naar rapport 2001/MIM/R/21 "Referentiewerk "Lucht", LABS 2000-2" van maart 2001.

Uit de gegevens van de homogeniteits-, stabiliteits- en herhaalbaarheidstesten werd een uitgebreide meetonzekerheid van 5,2% voor de lage en 2,1% voor de hoge snelheid afgeleid.

2.2.4 Watergehalte

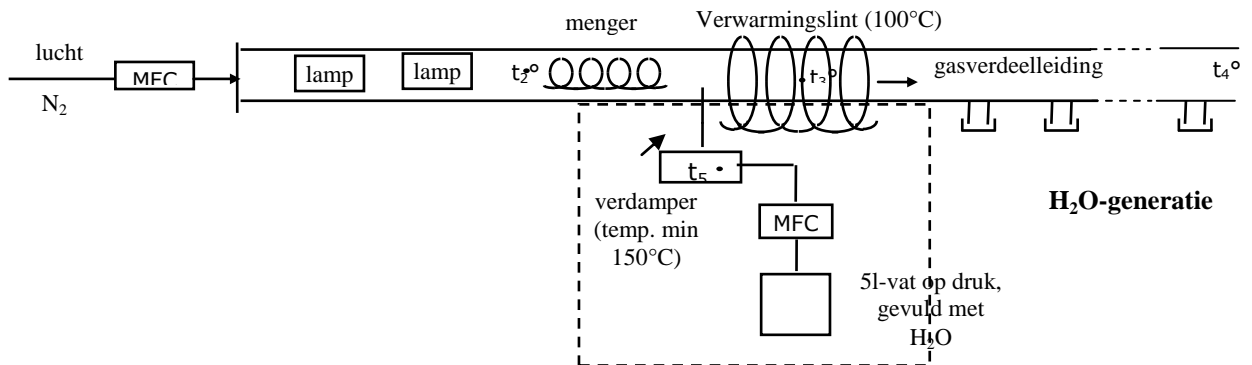
Het genereren van waterdamp gebeurt met een watergevuuld vat van 5 liter, een massadebietsmeter voor water (0-1000 g/h) en een verdamer (= stoompot). Het vat wordt op 1 bar overdruk gezet waardoor het water naar de mass flow controller (MFC) geperst wordt die het debiet meet en controleert. Vervolgens stroomt het water in de verwarmde verdamer. De geproduceerde stoom wordt na een statische menger in een glazen buis geïnjecteerd waar het op 100°C, voorverwarmde verdunningsgas de gasstroom kan verdunnen tot een dauwpunt van maximum 80°C. De MFC wordt geijkt door dit waterdebiet in een erlenmeyer op een balans te leiden. Deze balans registreert de gewichtstoename m.b.v. een PC. De stoompot heeft een capaciteit van maximum 25 ml water per minuut. De temperatuur van de stoompot wordt automatisch geregeld met een temperatuurregelaar en gemeten met een voeler (type-K) op 1 cm boven de

bodem in de pot. De temperatuur in de pot wordt geregeld tussen de 150 en 250°C. Met bovenstaand systeem kunnen vochtgehalten tot 50% gegenereerd worden.

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

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

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



Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor watermengsels

2.3 LABS 2010-3 Stof belading

2.3.1 Validatie

De meetonzekerheid op de stofbepaling in de geconditioneerde weegruimte wordt hoofdzakelijk bepaald door de gravimetrische bepaling, de periode van droging en de droogtemperatuur.

Bij de keuze van de zouten voor het beladen van de filters werd de droogtijd geëvalueerd in functie van de temperatuur van droging. Onderstaande tabel 2 geeft een overzicht van de procentuele afwijking (verschil tussen gewogen stof en beladen stof) van vier zouten en een blanco (ultrapuurwater) in functie van de droogtijd bij een droogtemperatuur van 160 °C (EN 13284-1). De tabel geeft voor de zouten KCl, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, KNO_3 en de blanco filter (UPW) telkens een gemiddelde waarde weer van 3 filters.

In de tabel is op te merken dat bij de droging van de met $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ beladen filters, er een grote afwijking is tegenover de theoretische referentiewaarde. Het zout kopersulfaat-pentahydraat bevat verschillende gehydrateerde watermoleculen die in 3 duidelijk gescheiden temperatuursdomeinen vrijgesteld worden nl. rond 75°C, rond 120 °C en ten slotte rond 230°C. Rond de temperatuur van 160°C kan men verwachten dat 4 watermoleculen afgedampt zijn. Indien de referentiewaarde hiervoor wordt gecorrigeerd is de afwijking beduidend lager (in de tabel tussen haakjes weergegeven).

Bij een droogtemperatuur van 160°C kan voor KCl, 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 2: 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

2.3.2 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 labo's die zowel een erkenning hebben voor lage (< 20 mg/Nm³) als hoge (> 20 mg/Nm³) stofconcentraties (respectievelijk parameterpakketten 2 en 3), werd gevraagd om voor elk concentratieniveau een filterset te laten beladen en af te wegen.

2.4 LABS 2010-4 Totaal koolwaterstoffen

2.4.1 Inleiding

Tijdens de ringtest "Totaal Koolwaterstoffen" werden propaan, dichloormethaan, benzeen en ethanol aangeboden. De concentraties varieerden van 23,5 tot 141,8 mgC/Nm³. De proef is opgebouwd uit 13 stappen van ongeveer 10 minuten waarbij tijdens elke stap telkens 1 organische component wordt aangeboden. De stabiliteit van het referentiegas wordt tijdens de oefening opgevolgd m.b.v. GC-FID en een TKWS monitor.

2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas

In tabel 3 worden de referentieconcentratie, het zuurstofgehalte en de aanwezige component in de distributieleiding weergegeven voor de verschillende stappen. De aangeboden afgassen zijn droog.

Voor de generatie van de gewenste dichloormethaan-, benzeen- en ethanolconcentraties werd gebruik gemaakt van een capillaire dosage systeem (ref. 1), de verdunningsdebieten werden gegenereerd met behulp van thermische massadebietregelaars, die gekalibreerd worden met referentie naar een primaire standaard. De generatie van propaan gebeurde met een thermische massadebietregelaar aan een gasfles. Alle concentraties worden berekend steunende op gegevens traceerbaar naar primaire standaarden.

Tabel 3: Referentie concentratie van de verschillende componenten en gerelateerd zuurstofgehalte tijdens de ringtest LABS 2010-4

Stap	Component	Concentratie (mgC/Nm ³) (*)	O ₂ -gehalte (%)
1	propaan	23,5	8,2
2	propaan	72,4	21,0
3	propaan	41,9	0,0
4	dichloromethaan	124,5	0,0
5	dichloromethaan	141,7	10,3
6	dichloromethaan	110,6	20,5
7	benzeen	64,3	0,0
8	benzeen	76,4	10,3
9	benzeen	57,7	20,5
10	ethanol	124,6	20,4
11	ethanol	107,1	7,8
12	ethanol	141,8	0,0
13	propaan	23,5	8,2

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

2.5 LABS 2010-5 Anorganische rookgassen

2.5.1 Inleiding

Tijdens de ringtest "Anorganische rookgassen" werden er negen referentie-atmosferen aangeboden waarbij de concentraties tijdens elke stap constant werden gehouden. Er zijn vier 'kalibratiestappen' met één component in droge N₂ of lucht (< 0,8 vol% vocht absoluut). Eén kalibratiestap (SO₂) bevatte een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,8 vol% absoluut) en vier stappen bevatten meerdere componenten waarvan 1 in een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,8 vol% absoluut).

2.5.2 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 CO₂ gebeurt vanuit een gasfles met een zuiver gas; SO₂, NO en NO₂ zijn gegenereerd vanuit een gasfles die de component in een verdunde vorm bevat. De concentratie van deze flessen werd in voortesten gesteld met behulp van de zuivere component.

De verduunning van de zuivere gassen gebeurt met stikstof en/of lucht. De regeling van alle gasdebieten gebeurt met behulp van thermische massadebietsregelaars, die gekalibreerd werden met referentie naar een primaire standaard.

Tijdens de ringtest werd de stabiliteit van de testgassen opgevolgd door middel van een NGA-2000 toestel voor SO₂, CO en CO₂ en een NGA-XStream voor NO, NO₂ en O₂. Het blijkt dat de aangeboden concentraties in de verschillende stappen constant waren (relatieve standaardafwijking < 1,5 %). De referentiewaarden van de concentraties van de rookgassen tijdens de ringtest worden in tabel 4 weergegeven.

Tabel 4: Referentie concentraties van de rookgascomponenten tijdens de ringtest LABS 2010-5

Stap	Concentratie (mg/Nm ³)					Concentratie (%)		Absoluut vochtgehalte (%) (per volume-eenheid droog gas)
	CO	SO ₂	NO(als NO ₂)	NO ₂	NO _x	O ₂	CO ₂	
1				39,3	39,3	20,95		< 0,4
2		73,2				20,94		< 0,4
3	86,6	269,1	123,7	39,5	163,1	6,20	5,25	4,8
4		73,9				16,28		4,8
5	129,4	140,7	63,4		63,4	3,90	3,20	< 0,4
6			80,3		80,3	0,00		< 0,1
7	59,7					0,00		< 0,1
8	108,8	33,7	180,5		180,5	3,49	2,72	< 0,4
9		588,1	424,0		424,0	15,39		< 0,4

Normaal condities zijn gerefereerd naar 273 K en 101,3 kPa, droog gas. Voor O₂ en CO₂ 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 5: Uitgebreide relatieve meetonzekerheid op de gegenereerde gasconcentraties in %

Stap	CO	SO ₂	NO	NO ₂	NO _x	O ₂	CO ₂
1				1,4	1,4	0,0	
2		1,4				0,6	
3	0,4	1,3	1,4	1,2	1,1	0,4	0,5
4		1,5				1,0	
5	0,5	1,0	2,3		2,3	0,7	0,4
6			1,7		1,7		
7	0,7						
8	0,9	2,3	1,3		1,3	0,9	0,6
9		0,8	0,9		0,9	0,8	

2.6 LABS 2010-6 Gasvormig HF

Bij de ringtest gasvormig HF werden in 3 stappen van een half uur 3 concentraties aangeboden in de range van 0,5-50 mg/Nm³.

Een constant debiet van een verdunde HF-oplossing ($\pm 0,1$ g HF/l, $\pm 0,5$ g HF/l of $\pm 2,0$ g HF/l afhankelijk van de aan te maken HF-concentratie) wordt met behulp van een vloeistofpomp gedoseerd en in een verwarmde leiding in gasfase gebracht. Een verwarmde lucht-gasstroom van ± 100 l/min wordt als verdunningsgas bijgevoegd. De debieten aan verdunningsgas worden met het Bell-provervat van het merk Sierra, type MPB 20 (MIE-ILU-319) gekalibreerd. De HF-generatie-oplossingen worden aangemaakt door verdunning vanuit een aangekochte HF-stockoplossing. De concentratie van deze stockoplossing wordt bepaald door titratie met NaOH en bedroeg ($48,6 \pm 0,3$)%.

De uitgebreide relatieve meetonzekerheid op HF-concentraties in de gasstromen die met een dergelijk vloeistofgeneratiesysteem gegenereerd worden, bedraagt 2,8% (VITO-rapport 2006/MIM/R/132 -Swaans et al, 2006).

HOOFDSTUK 3 STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN

3.1 Ringtesten LABS2010-1, LABS 2010-4, LABS 2010-5 en LABS2010- 6

Voor de ringtesten LABS2010-1, LABS2010-4, LABS2010-5 en LABS2010-6 worden de gemiddelden, de robuuste standaarddeviaties, de relatieve robuuste standaarddeviaties (RSD%) en de z-scores berekend en weergegeven in deel 2 en deel 3 van dit rapport . De statistische verwerking van de resultaten is gebaseerd op de norm ISO 13528.

In deel 2 (Resultaten per deelnemer) wordt voor elk deelnemend labo een overzicht gegeven van de resultaten van alle ringtesten waaraan het labo in 2010 deelnam. De resultaten van het labo worden getoetst aan de referentiewaarden en vergeleken ten opzichte van de resultaten van de andere labo's.

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

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

3.2 Ringtesten LABS2010-2 en LABS2010-3

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

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

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

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

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

3. Statistische verwerking resultaten

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 Analyse vliegastaal zware metalen

Tabel 6 geeft een overzicht van welke labo's voor welke componenten een fout vertonen van meer dan 30% voor Se, Sn, Tl en As of meer dan 20% voor de overige zware metalen.

Tabel 6: Componenten waarvoor de fout > 30% voor Se, Sn, Tl en As of meer dan 20% voor de overige zware metalen

Polluent	Labo											
	3	4	5	6	7	8	9	10	13	16	20	21
Al		-				-						
Ba		-	x			-					x	x
Fe		-										
Mo		-				-						
Zn		-	x									
Ca		-				-						
K		-				-				x		
Mg		-	x			-						
Na		-				-						
Ti		-				-		x	x			
Cd												
Hg	x					x					x*	
Tl								x*				
As												
Co												
Ni											x	
Sb						x					x	
Pb												
Cr					x			x				
Cu												
Mn												
V												
Sn			x			x		x		x	x	
Se								x				

(X*): In beide gevallen werd voor betreffende parameter als resultaat "< bepalinglimiet" opgegeven. Voor beide waarden wordt niet voldaan aan de vereiste criteria. Aangezien beide parameters niet tot het erkenningspakket van de betreffende labo's behoren wordt hiervoor geen actieplan gevraagd.

(-): Labo's met deze vermelding rapporteerden voor de betreffende parameters geen resultaat. De parameters behoren ook niet tot het erkenningspakket van deze labo's.

Elk erkend of kandidaat erkend labo dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 30% voor Se, Sn, Tl en As of meer dan 20% voor de overige zware metalen, dient een actieplan op te stellen.

De laboratoria 3, 5, 7, 8, 10, 13, 16, 20 en 21 hebben grotere afwijkingen gerapporteerd voor één of meerdere elementen. Van de labo's 3, 5, 7, 8, 13 en 21 wordt verwacht dat ze een actieplan opstellen.

4.2 Fysische parameters

4.2.1 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte

Aan de erkende en kandidaat erkende labo's 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°C
- Voor snelheid een afwijking van 12,5%-0,53%*v
- Voor water een afwijking van 15%

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

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

met

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

Naast een berekening van de totale meetonzekerheid werd eveneens voor elke parameter nagegaan of er een **significante systematische fout** optreedt. Als criterium werd hiervoor beroep gedaan op het resultaat van de vergelijking tussen de

waarden van $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ [2] en $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ [3]. Wanneer $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ in absolute waarde

groter of gelijk is aan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ mag besloten worden dat er een significante systematische fout aanwezig is.

4.2.2 Volumebepaling

Het aantal deelnemers bedraagt 22.

De aangezogen volumes bij de bepaling van deze parameter waren gelegen tussen 33,1 Nldr en 108,1 Nldr. Het aantal uitschieters berekend met behulp van de Grubbstest bedraagt 3 (labo 7, 14 en 24). De gemiddelde relatieve afwijking met of zonder de uitschieters bedraagt respectievelijk 2,80% en 0,38%.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 21 labo's vertoonden afwijkingen van minder dan 10%,
- 19 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%,
- voor 16 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%,

Er is 1 erkend of kandidaat erkend labo (labo 24) dat een relatieve afwijking rapporteert van meer dan **8 %**. Er wordt voor de volumebepaling dus 1 actieplan opgevraagd.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt **2,73 % relatief** op een gemiddelde referentiewaarde van 83,07 Nldr of 2,27 Nldr.

Uit de waarden voor $\bar{z} = 0,0038$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0063$ kan besloten worden dat er voor de

totale groep van de labo's **geen significante systematische fout** optreedt bij de volumemetingen.

4.2.3 Temperatuur

Het aantal deelnemers bedraagt 22.

Bij de temperatuurmeting varieerden de aangeboden waarden van 124,6°C tot 125,2°C.

Er is 1 uitschieter (labo 15). De gemiddelde absolute afwijking bedraagt 0,11°C absoluut met uitschieter en 0,21°C absoluut zonder uitschieter.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 22 labo's vertoonden afwijkingen van minder dan 2°C;
- 11 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 0,5°C;
- voor 4 deelnemers was de afwijking kleiner of gelijk aan 0,2°C;

Aan de erkende en kandidaat erkende labo's die een afwijking vertonen van meer dan **2°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 **1,25°C absoluut** op een gemiddelde referentiewaarde van 124,7 °C of 1,00 % 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

leidt tot $\bar{z} = 0,2071$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,2729$ mag besloten worden dat er **geen significante**

systematische fout optreedt bij de temperatuurbepaling.

4.2.4 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 17. De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,00 en 5,35 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,25 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 14,70 en 15,20 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 15,02 m/s.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een S-pitot bedraagt 19. Vier deelnemers hiervan (labo's 4, 7, 11 en 15) nemen deel met 2 verschillende exemplaren.

De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,20 en 5,56 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,29 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 14,84 en 15,85 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 15,13 m/s.

Samengevat kan besloten worden dat:

A. Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid

- 2 labo's een waarde die meer dan 10 % afweek rapporteerden, nl. labo's 8 en 14
- 13 van de 17 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- 7 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken
- er drie uitschieters zijn (labo's 8, 14 en 18)
- de gemiddelde afwijking met uitschieters -3,11% bedraagt, zonder uitschieters -1,94%
-

Aan de erkende en kandidaat erkende labo's die een relatieve afwijking vertonen van meer dan $(12,5-0,53 \cdot V_{ref})$, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier labo's 8 en 14.

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als $2s_D$, bedraagt 0,25 m/s of 4,77 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting laag met een standaardpitotbuis werd **een significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0194$ groter is

dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0128$.

B. Voor de S-pitotbuizen lage snelheid

- Eén labo een waarde rapporteerden die meer dan 10 % afweek (labo 15)
- 15 van de 19 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- 9 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken
- er 1 uitschieter is (labo 15)
- de gemiddelde afwijking -0,80% bedraagt met uitschieters en -1,34% zonder uitschieters.

Aan de erkende en kandidaat erkende labo's die een relatieve afwijking vertonen van meer dan $(12,5-0,53 \cdot V_{ref})$, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier geen enkel labo.

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ bedraagt 0,34 m/s of 6,48 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting laag met een s-pitotbuis werd **geen significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0134$ kleiner is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0138$.

C. Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid

- 16 van de 17 labo's waarden rapporteerden die minder dan 10 % afweken,
- 15 van de 17 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 3%
- er zijn twee uitschieters (labo 8 en 14)
- de gemiddelde afwijking bedroeg -0,83% met uitschieters en 0,55 % zonder uitschieters

Aan de erkende en kandidaat erkende labo's die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **(12,5-0,53*V_{ref})**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier labo's 8 en 14.

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als $2s_D$, bedraagt 0,45 m/s of 2,97 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting hoog met een standaardpitotbuis werd **geen significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0055$ lager is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0077$.

D. Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid

- Geen enkel labo een waarde rapporteerde die meer dan 10 % afweek
- 17 van de 19 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%
- 16 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken
- er geen uitschieters zijn.
- de gemiddelde afwijking 0,31% bedraagt

Aan de erkende en kandidaat erkende labo's die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **(12,5-0,53*V_{ref})**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier geen enkel labo.

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ bedraagt 0,79 m/s of 5,20% van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting hoog met een s-pitotbuis werd **geen significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0031$ kleiner is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0109$

4.2.5 Waterbepaling

Voor de waterbepaling werd er een waterconcentratie 84,15 g/Nm³dr aangeboden. Voor twee labo's, die deelgenomen hebben aan een gelijkaardige ringtest op 17 en 18 mei bedraagt de referentieconcentratie 82,00 g/Nm³dr. Het aantal deelnemers bedraagt 22. Er is 1 uitschieter (labo 24).

De gemiddelde relatieve afwijking met uitschieters bedraagt -6,29%, zonder uitschieters -4,56 %.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 5 labo's vertoonden afwijkingen van meer dan 10%,
- 14 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%,
- voor 6 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%,

Aan de erkende en kandidaat erkende labo's die een relatieve afwijking vertonen van meer dan **15 %**, wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. Het betreft hier het labo 24.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ berekend. Deze bedraagt 9,09% relatief op een referentiewaarde van 84,15 g/Nm³dr of 7,65 g/Nm³dr.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0456$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0198$ kan

besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **een significante systematische fout** optreedt bij de waterbepaling.

4.3 Stof

Aan de ringtest LABS2010-3 "Stofweging" namen in het totaal 20 labo's deel .

Als drempel voor het opstellen van een actieplan voor de erkende en kandidaat erkende labo's wordt voor de belading van stoffilters een relatieve afwijking van 15 % voor de lage stofgehaltenes en 10% voor 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.

4.3.1 Lage stofconcentraties

4.3.1.1 KCl laag

Voor de belading van stoffilters met KCl (lage concentratie) werd er één resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 15 % tov de referentiewaarde (labo 19). Dit resultaat werd eveneens als uitschieter berekend.

18 labo's (19 resultaten, want 1 labo met een dubbele filterset voor de lage gehalten) rapporteerden een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,08% zonder uitschieter en -3,68 % met uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 4,91% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 9,57 mg of 0,47 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0008$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0110$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **geen significante systematische fout** optreedt.

4.3.1.2 KNO₃ laag

Voor de belading van stoffilters met KNO₃ (lage concentratie) werd er één resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 15 % tov de referentiewaarde (labo 19). Dit resultaat werd eveneens als uitschieter berekend.

19 labo's (20 resultaten, want 1 labo met een dubbele filterset voor de lage gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,41 % zonder uitschieters en -4,37% met uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 2,81% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 17,54 mg of 0,49 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0041$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0063$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **geen significante systematische fout** optreedt.

4.3.1.3 (NH₄)₂SO₄ laag

Voor de belading van stoffilters met (NH₄)₂SO₄ (lage concentratie) werd er één resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 15 % tov de referentiewaarde (labo 19). Dit resultaat werd eveneens als uitschieter berekend.

13 labo's (14 resultaten, want 1 labo met een dubbele filterset voor de lage gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -6,02% met uitschieter en -3,39% zonder uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 7,57% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 20,98 mg of 1,59 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0339$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0169$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **een significante systematische fout** optreedt.

4.3.2 Hoge stofconcentraties

4.3.2.1 KCl hoog

Voor de belading van stoffilters met KCl (hoge concentratie) zijn er twee labo's met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde (labo's 4 en 19). Aan labo 4 wordt gevraagd om een corrigerend actieplan op te stellen. 17 labo's (20 resultaten, want 4 labo's met een dubbele filterset voor de hoge gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. Er zijn zeven uitschieters (labo's 4, 6, 8, 13, 16, 19 en 24). De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 3,25% met uitschieters en 0,19% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,17% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 40,97 mg of 0,48 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0019$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0028$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **geen significante systematische fout** optreedt.

4.3.2.2 KNO₃ hoog

Voor de belading van stoffilters met KNO₃ (hoge concentratie) zijn er twee labo's met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde (labo's 4 en 19). Aan labo 4 wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen. 17 Labo's (21 resultaten, aangezien 4 labo's met een dubbele filterset voor de hoge gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5% . Er zijn vier uitschieters, met name labo's 4, 8, 13 en 19.

De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt 0,14% zonder uitschieters en -4,64 % met uitschieters .

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,76% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 55,98 mg of 0,99 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0014$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0039$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **geen significante systematische fout** optreedt.

4.3.2.3 (NH₄)₂SO₄ hoog

Voor de belading van stoffilters met (NH₄)₂SO₄ (hoge concentratie) zijn er twee labo's met een afwijking van meer dan 10 % tov de referentiewaarde (labo's 4 en 19). Beide labo's zijn ook uitschieters. Aan labo 4 wordt gevraagd een corrigerend actieplan op te stellen.

16 labo's (19 resultaten, vier labo's met een dubbele filterset voor de hoge gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5% . De gemiddelde relatieve afwijking met uitschieters bedraagt -3,64 %, en -1,74% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 4,36% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 101,45 mg of 4,42 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0174$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0093$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **een significante systematische fout** optreedt.

4.3.3 Blanco's

Bij elke set filters werd 1 filter met UPW beladen en bleef 1 filter onaangeroerd. Deze beide filters fungeren als blanco's. Erkende of kandidaat erkende labo's die voor deze blanco's een waarde > 1 mg rapporteerden dienen hiervoor een actieplan op te stellen. Van alle deelnemende labo's is er één labo (labo 19) dat hogere waarden rapporteerde voor deze blanco's:

- ✓ labo 19 rapporteerde een afwijking van 10 mg voor de met UPW beladen filter en een afwijking van 125,10 mg voor de onaangeroerde filter in de reeks van de lage stofconcentraties.

4.3.4 Besluit stofbelading

De overall gemiddelde afwijking zonder uitschieters voor de lage stofbeladingen bedraagt -0,96 %; voor de hoge stofbeladingen bedraagt dit -0,55 %.

Omwille van het overschrijden van de grens van 10% (hoge concentraties) afwijking ten opzichte van de aanmaakwaarde wordt van de labo 4 verwacht dat zij een actieplan opstelt.

4.4 Totaal koolwaterstoffen

Achttien labo's hebben deelgenomen aan de ringtest bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. In totaal werden dertien stappen aangeboden van telkens 10 minuten.

Elk erkend of kandidaat erkend labo dat één of meerdere resultaten heeft met een afwijking van meer dan 15 % t.o.v. de referentiewaarde voor de stappen 1, 2, 3 en 13 dient een actieplan op te stellen. Er worden hiervoor geen actieplannen opgevraagd.

Voor de beoordeling van de RRF waarden is gebruik gemaakt van de criteria weergegeven in de Europese normen EN 12619 (ref. 2) en EN 13526 (ref. 3) (voor beide normen is dit in Table 1: Minimum performance requirements of FIDs). Dit resulteert in de volgende bereiken voor:

- Dichloormethaan: 0,75 – 1,15 volgens EN 12619
- Benzeen: 0,8 – 1,1 volgens EN 13526 Aromatic hydrocarbons.
- Ethanol: 0,7 – 1,0 volgens EN13526 Aliphatic alcohols

De relatieve respons factoren (RRF) van de deelnemende labo's worden eveneens weergegeven in bijlage LABS2010-4 Deel 3.

Praktisch moet elk labo dat per component voor twee of meer stappen meer dan 0,1 afwijkt van de uiterste waarden van hoger vermelde bereiken een actieplan opstellen.

Labo' 5, 7 en 17 voldoen niet aan dit criterium voor dichloormethaan, labo's 5 en 7 dienen hiervoor een actieplan op te stellen.

Labo 8 voldoet niet aan dit criterium voor ethanol, en dient hiervoor een actieplan op te stellen.

4.5 Anorganische rookgassen

Aan de ringtest anorganische rookgassen namen in totaal 20 labo's deel.

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-rookgassen ter bemonstering aangeboden. Alle negen deze mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen waren er vier 'kalibratiestappen' met één component in droge N₂ of lucht (< 0,8 vol% vocht absoluut); 1 kalibratiestap (SO₂) bevatte een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,8 vol% absoluut) en vier stappen bevatten meerdere componenten waarvan één stap meerdere componenten bevatte in een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 4,8 vol% absoluut).

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

1. CO
 - In de mengstappen werden geen afwijkingen groter dan 20% gerapporteerd. 20 van de 21 labo's rapporteerden waarden lager dan 10%
 - Labo 14 rapporteerde in elke mengstap een afwijking van meer dan 10%.
 - In de kalibratiestap is er geen labo met een afwijking van meer dan 10%.
2. SO₂
 - in de droge kalibratiestap (stap 2) hebben 5 labo's (labo's 2, 5, 9, 14 en 22) afwijkingen groter dan 10%;
 - in de (vochtige) kalibratiestap (stap 4) heeft enkel labo 14 een afwijking hoger dan 10%

- in stap 3 (mengstap vochtig) zijn er geen labo's met afwijkingen groter dan 20 %;
 - In mengstap 8 zijn er 4 labo's met afwijkingen groter dan 20 % (labo's 4, 5, 8, en 9). In mengstappen 5 en 9 zijn er geen labo's met afwijkingen groter dan 20%.
3. NO_x
- in de NO-kalibratiestap (stap 6) zijn er 2 labo's met meer dan 10 % afwijking (labo's 5 en 14);
 - in de NO₂-kalibratiestap (stap 1) hebben 5 labo's afwijkingen groter dan 20 % (labo's 2, 8, 10, 17 en 24)
 - in alle andere NO_x-stappen (stap 3, 5, 8 en 9) heeft enkel labo 17 in stap 3 een afwijking van meer dan 20 %.
4. O₂
- er is geen kalibratiestap aangeboden;
 - er wordt door geen enkel labo een afwijking van meer dan 0,3vol% absoluut gemeten
5. CO₂
- er is geen kalibratiestap aangeboden;
 - Buiten labo 14 dat in alle stappen meer dan 20% afwijking heeft ten opzichte van de referentiewaarde, rapporteren alle overige labo's afwijkingen lager dan 20%.

De erkende en kandidaat erkende labo's die een relatieve afwijking rapporteerden van 10 % of meer (0,3 vol % absoluut voor O₂) voor de stappen 2, 4, 6, en 7 of 20 % of meer (0,3 vol% voor O₂) voor de overige stappen dienen een actieplan op te stellen. Labo's 2, 4, 5, 8, 9, 10, 14, 17, 22 en 24 voldoen niet aan deze criteria. Labo's 2, 4, 5, 8, 9, 22 en 24 dienen hiervoor een actieplan op te stellen.

4.6 Gasvormig waterstoffluoride

Vijftien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstoffluoride. Bij de ringtest werden drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 0,5-50 mg/Nm³.

In onderstaande tabel 7 worden de referentiewaarden weergegeven.

Tabel 7: Referentieconcentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm³, bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.

	Concentratie
Stap 1	11,73 mg/Nm ³
Stap 2	2,96 mg/Nm ³
Stap 3	0,60 mg/Nm ³

4.6.1 Bespreking

Voor de erkende of kandidaat erkende labo's wordt als drempel voor het opstellen van een actieplan voor de bemonstering en analyse van gasvormig HF voor stappen 1 en 2 een afwijking van 20 % ten opzichte van de referentiewaarde genomen.

4.6.2 Stap 1

In stap 1 werd een referentiewaarde van 11,73 mg/Nm³ HF aangeboden. Eén labo (labo 10) rapporteerde een afwijking van meer dan 20%.

4.6.3 Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 2,96 mg/Nm³ HF aangeboden. Alle labo's rapporteren voor deze stap een concentratie die minder dan 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde.

4.6.4 Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde van 0,60 mg/Nm³ HF aangeboden. Voor deze stap werd er geen criterium opgegeven. Tien labo's geven voor deze stap een concentratie die minder dan 20 % verschilt ten opzichte van de referentiewaarde; 4 labo's (labo's 5, 8, 9 en 10) wijken meer dan 30 % af van de referentiewaarde. Labo 18 rapporteerde een waarde <0,6.

4.6.5 Besluit HF

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

- op de in totaal 30 resultaten waarvoor er een criterium werd gegeven (2 stappen, 15 labo's per stap) zijn er 29 die 20 % of minder afwijken ten opzichte van de referentiewaarde.
- 24 van de 30 resultaten wijken 10 % of minder af van de referentiewaarde;
- er zijn 14 labo's waarvan de resultaten voor de 2 stappen 20 % of minder verschillen van de referentiewaarde;
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk -2,64 % en -5,74 % voor de stappen 1 en 2.
- Alle erkende of kandidaat erkende labo's rapporteren afwijkingen lager dan 20% voor stap 1 en 2. Er worden geen actieplannen opgevraagd.



Gert Otten
Coördinator

Deel 2: Resultaten per labo voor de ringtesten LABS2010-1, LABS2010-2, LABS2010-3, LABS2010-4, LABS2010-5 en LABS2010-6

zie bijgevoegde file 'LABS2010-Deel2.xls'

Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABS2010-1, LABS2010-4, LABS2010-5 en LABS2010-6

zie bijgevoegde file 'LABS2010-1Deel3.xls'
zie bijgevoegde file 'LABS2010-4Deel3.xls'
zie bijgevoegde file 'LABS2010-5Deel3.xls'
zie bijgevoegde file 'LABS2010-6Deel3.xls'

Deel 4: Resultaten per parameter voor LABS2010-2 en LABS2010-3

zie bijgevoegde file 'LABS2010-2,3Deel4.xls'

Deel 5: Methodes per labo

zie bijgevoegde file 'LABS2010Deel5.xls'

Referenties

- (1): Development and performance characteristics of a capillary dosage unit with in situ weight sensor for the preparation of known amounts of gaseous VOC's in air.
E. Goelen, M. Lambrechts, F. Geyskens and T. Rymen, Intern. J. Environ. Anal. Chem., Vol 47, pp 217-225, 1992
- (2): EN 12619: Stationary source emissions – determination of the mass concentration of total gaseous organic carbon at low concentrations in flue gases – continuous flame ionisation detector method.
- (3): EN 13526: Stationary source emissions – determination of the mass concentration of total gaseous organic carbon at high concentrations in flue gases – continuous flame ionisation detector method

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

LABS2010	Technisch verantwoordelijken
LABS2010-1	Chris Vanhoof
LABS2010-2	Eddy Damen, Rob Brabers
LABS2010-3	Jef Daems
LABS2010-4	Frederick Maes
LABS2010-5	Frederick Maes
LABS2010-6	Eddy Damen
dataverwerking	Bart Baeyens

Bijlage 2: Uitnodiging

Datum
6.03.2010

Ringtesten LABS 2010

Geachte heer, mevrouw

Hierbij nodigen we uw laboratorium uit om deel te nemen aan de derdelijns kwaliteitscontrole 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.

Voor dit jaar voorzien we de organisatie van de ringtesten op **dinsdag 27 april en woensdag 28 april 2010**. Volgend programma staat op de agenda:

Dinsdag 27 april	<ul style="list-style-type: none"> • bepaling van gasvormig HF (LABS 2010-6) • verdeling vliegastaal voor zware metalen en filters stofweging (resp. LABS 2010-1 en LABS 2010-3) • bepaling van de fysische parameters in emissies (LABS 2010-2)
Woensdag 28 april	<ul style="list-style-type: none"> • verdeling vliegastaal voor zware metalen en filters stofweging (resp. LABS 2010-1 en LABS 2010-3) • bepaling van de fysische parameters in emissies (LABS 2010-2) • continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (LABS 2010-4) • bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (LABS 2010-5)

De ringtest voor de bepaling van fysische parameters wordt gespreid over 2 opeenvolgende dagen. Er wordt gevraagd aan de labo's die niet deelnemen aan LABS 2010-6 om LABS 2010-2 af te werken op woensdag 28 april. Aan de labo's die deelnemen aan LABS 2010-6 wordt gevraagd om bij voorkeur de testen van LABS 2010-2 uit te voeren op dinsdag 27 april.

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 **2 april 2010** een bevestiging van deelname via e-mail reply te bezorgen op bart.baeyens@vito.be, met vermelding van de ringtesten waaraan u wil deelnemen. **Deze vermelding dient te gebeuren op het bijgevoegde inschrijvingsformulier dat u in bijlage van uw e-mail reply dient mee te sturen.**

Hopende op Uw actieve medewerking, verblijven wij,

Hoogachtend,
Voor VITO – Milieumetingen

R. De Fré

E. Goelen

H. Van den Broeck

BIJLAGE

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

gebouw Prodem (PRD)	<ul style="list-style-type: none"> • continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (LABS 2010-4) • bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (LABS 2010-5)
gebouw Luchtanalysen (LAN)	<ul style="list-style-type: none"> • verdeling vliegastaal voor zware metalen en filters stofweging (resp. LABS 2010-1 en LABS 2010-3) • bepaling van de fysische parameters in emissies (LABS 2010-2) • bepaling van gasvormig HF (LABS 2010-6)

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

De invulbladen voor zowel de resultaten als de gebruikte meetmethodes kan u in de bijgevoegde Excel-formulieren terugvinden.

Belangrijke opmerking ivm het invullen van het resultatenformulier:

Zoals vorige jaren wordt gevraagd om voor de ringtesten LABS 2010-2, LABS 2010-4 en LABS 2010-5 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 2010-1, LABS 2010-3 en LABS 2010-6) en dit op het email adres bart.baeyens@vito.be. **De resultaten dienen ten laatste vrijdag 14 mei doorgestuurd te worden.**

LABS 2010-1

Voor de ringtest **analyse vliegastaal voor zware metalen** dient elk deelnemend laboratorium een analyse uit te voeren op één vliegastaal. Het staal zal u bezorgd worden in het gebouw LAN op dinsdag 27 of woensdag 28 april.

De mogelijk aanwezige metalen worden opgegeven in het invulformulier. Elk erkend labo dient minimaal die elementen te rapporteren waarvoor het een erkenning heeft.

LABS 2010-2

De ringtest voor de parameters **temperatuur, druk, volume en watergehalte** zal doorgaan zowel op 27 als op 28 april 2010 van 8.00 tot 18.00 uur. De ringtesten volume en watergehalte zullen vanaf dinsdag 27 april om 14u00 gestart kunnen worden. Van de erkende 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. Labo's die zowel standaard- als s-pitotbuizen gebruiken, moeten van allebei een exemplaar meebrengen. Het totaal aantal pitot-buizen wordt beperkt tot 3.

- Bepaling van een volume in de orde van grootte van 100 l. Hiervoor moet door de deelnemers de mogelijkheid voorzien worden om de meetapparatuur te koppelen aan een slangenpilaar met een uitwendige diameter van 6 mm (bv siliconendarm met een inwendige diameter van 6 mm). Voor deze proef wordt een

	totaalduur	van
20 minuten per deelnemer voorzien.		

 De proef volumebepaling vanaf dinsdag 27 april om 14u00 uitgevoerd kunnen worden.
- Eén waterbepaling waarbij gedurende 1 uur een constant watergehalte gegenereerd wordt gelegen in een range van 5 tot 15%. De duur van de individuele bemonstering mag binnen deze periode door het desbetreffende laboratorium zelf bepaald worden, maar dient conform de norm EN 14790 minimaal 30 min. te bedragen. De aansluiting van de meetapparatuur op de leiding gebeurt via een koppeling type GL18. De waterbepaling zal op dinsdag 27 april vanaf 14u00 uitgevoerd kunnen worden.

Bij de verschillende testen dienen de deelnemers gebruik te maken van de operationele meetapparatuur die zij op locatie toepassen (geen referentie- of kalibratietoestellen). Voor de volumetest wordt hierbij verwezen naar een operationele opstelling die gebruikt wordt voor de natchemische bemonstering van HCl, SO₂ e.d., **met twee wasflessen met water** als eerste element van de trein. Met de laboratoria die geen erkenning voor natchemische proeven bezitten wordt individueel een alternatieve opstelling afgesproken.

De ringtesten voor fysische parameters gaan gedurende de hele dag door van 08.00 tot 18.00 uur met, met uitzondering voor de bepaling van het watergehalte, één deelnemer tegelijk per test. Ze wordt simultaan georganiseerd met de andere ringtesten.

De verschillende metingen kunnen in principe door één persoon worden uitgevoerd en gaan door in het gebouw LAN.

We willen u op voorhand al verwittigen dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden, waarna u nog tot 14 mei de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

Bij het opstellen van een tijdsschema voor de ringtest "fysische parameters" is het noodzakelijk dat de deelnemende laboratoria die niet in de mogelijkheid zijn de verschillende ringtesten gelijktijdig af te werken Vito hiervan op de hoogte brengen.

Voor bijkomende inlichtingen kan u contact opnemen met Gert Otten (tel. 014/335351).

LABS 2010-3

Voor de ringtest **stofweging** wordt voorzien dat elk laboratorium wegingen uitvoert op één of twee sets van 5 filters (tweede set is specifiek voor lage stofgehaltenes en is verplicht indien het labo erkend is voor pakket 3 en/of pakket 5) De weegprocedure zoals die beschreven wordt in de NBN EN 13284-1 dient gevolgd te worden.

Een gedetailleerde beschrijving van de gevolgde methode (conditionering en weging) en de gevolgde norm worden (door u) toegevoegd op het invulformulier.

De ringtest stofweging is opgesplitst in twee fasen:

- In een eerste fase worden door uzelf de filters voorbehandeld en gewogen. De filters worden meegebracht op de dag van de ringtesten zelf en worden bezorgd aan Bart Baeyens (gebouw LAN). Mogen wij u hierbij vragen om de filters en de eventuele verpakking op een gepaste wijze te identificeren. Voor Nederlandse en Duitse deelnemers wordt de filterbelading zo mogelijk voorzien op de dagen van de ringtesten zelf en op deze dagen terug bezorgd aan deze labo's.
- De filters van de overige labo's worden voor zover mogelijk ook de dag zelf terug meegegeven, in het andere geval worden ze nadien bezorgd via een taxidienst.

Voor bijkomende inlichtingen kan u contact opnemen met Gert Otten (tel. 014/335351).

LABS 2010-4

Tijdens de ringtest voor de **continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren** (woensdag 28 april 10u00-12u00) bevindt het testgas zich in een glazen distributieleiding die voorzien is van de nodige staalnamepunten. De verbinding van de totaal koolwaterstofmonitor met de leiding dient door de labo's zelf gerealiseerd te worden. Dit gebeurt d.m.v. een vrouwelijk stuk (Rotulex 19/9) met een bevestigingsklem (690-23) en een dichting (690-03).

Tijdens deze ringtest worden er dertien afgassen ter bemonstering aangeboden. In elk afgas dient het totaal koolwaterstofgehalte bepaald te worden. De emissies verschillen in samenstelling (organische componenten), concentratie en zuurstofgehalte. De aangeboden afgassen zijn droog. De concentraties van de organische componenten in de verschillende emissies variëren van 5 tot 200 mgC/Nm³.

Voor en na de ringtest bevindt zich nulgaz (N₂) in de distributieleiding. De totaal koolwaterstofmonitoren dienen met eigen ijkgasen gekalibreerd te worden.

VITO vraagt om de **totaal koolwaterstofmonitoren in het laboratorium op te stellen**. Bij de meting van organische koolwaterstoffen dient de lengte van de aanzuigleiding immers zo kort mogelijk gehouden worden.

In het gebouw Prodem is er een lift aanwezig die kan gebruikt worden om de totaal koolwaterstofmonitoren naar de tweede verdieping te transporteren.

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

We willen u op voorhand al verwittigen dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden, waarna u nog tot 14 mei de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

LABS 2010-5

Bij de ringtest voor de continue meting van **anorganische rookgassen** (woensdag 28 april van 13u30 tot 16u00 in gebouw Prodem) zullen er 9 stappen ter bemonstering worden aangeboden, al of niet in aanwezigheid van vocht. De labo's dienen dan ook de nodige maatregelen te treffen om condensatie in de aanzuigleiding te vermijden. We vragen om aanzuigleidingen van minimaal 30 m te gebruiken (labo ligt op de tweede verdieping).

In alle stappen (duurtijd: 15 minuten) zijn de concentraties van de rookgassen constant.

De concentraties van de aangeboden rookgassen situeren zich tussen volgende grenswaarden

- CO : 10-1000 mg/Nm³
- SO₂ : 20-1500 mg/Nm³
- NO : 20-1500 mg/Nm³ (uitgedrukt als mg NO₂)

De concentraties van de andere rookgassen 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 willen u op voorhand al verwittigen dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden, waarna u nog tot 14 mei de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven. Het invulblad zal u ter plaatse overhandigd krijgen, gelieve de gemeten concentraties in te vullen in de gevraagde eenheid.

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

LABS 2010-6

Bij de ringtest voor gasvormig HF (dinsdag 27 april van 10u00-12u00) worden in het totaal drie stalen als halfuurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range tot 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).

De ringtest wordt aangeboden in gebouw LAN.

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

Bijlage 3: Lijst van de deelnemende labo's

AGC Glass Europe
Rue de la Glacerie 167
5190 Moustier

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

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

BECEWA NV
Venecoweg 17
9810 Nazareth

CWOBKN
Avenue Gouverneur Cornez 4
7000 Mons

Dienst Leefmilieu van de Stad Brugge
Walweinstraat 20
8000 Brugge

Eurofins Belgium NV
Siemenslaan 13
8020 Oostkamp

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

Evonik Degussa Antwerpen NV
Tijsmanstunnel West
2040 Antwerpen

ISSeP
Rue de Chéra 200
4000 Liège

Joveco
Kriesberg 29b
3221 Nieuwrode

Laborelec
Rodestraat 125
1630 Linkebeek

LISEC NV
Craenevenne 140
3600 Genk

LOVAP NV
Klaus Michael Kuehnelaan 11
2440 Geel

PRG Odournet NV
Industrieweg 114 H
9032 Wondelgem

SERVACO NV
Tramstraat 2
8560 Wevelgem

SGS Belgium NV
Keetberglaan 4
Haven 1091
9120 Beveren

SGS Gembloux
Rue Phocas Lejeune 4
5032 Gembloux

LKM
Boeretang 200
2400 Mol

TAUW NV
Waaslandlaan 8A3
9160 Lokeren

Tessengerlo Group
Stationsstraat z/n
3980 Tessenderlo

Vinçotte Environment
Jan Olieslagerslaan 35
1800 Vilvoorde

Wienerberger Technicum
Steenbakkersdam 10
2340 Beerse