

EINDRAPPORT

Derdelijnscontrole Lucht LABS2012

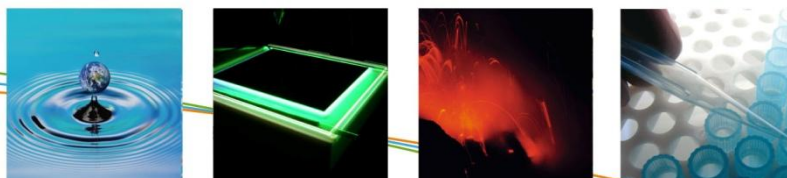
(LuchtAnalyse- en BemonsteringsSchema)

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

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

2012/MRG/R/262

Oktober 2012



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 woensdag 25 en donderdag 26 april 2012 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 22 labo's deel waarvan 13 erkende of kandidaat erkende en 9 niet erkende labo's. Van deze laatste namen er vier deel onder zelfcontrole.

Volgende zeven ringtesten werden tijdens LABS2012 aangeboden:

LABS2012-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten

LABS2012-2: de fysische parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte

LABS2012-3: stofweging conform EN 13284-1

LABS2012-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren

LABS2012-5: de continue meting van anorganische rookgassen

LABS2012-6: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride

LABS2012-7: analyse van vliegastaal voor zware metalen

De aangeboden concentraties in de verschillende pakketten liggen op emissieniveau. Tevens wordt bij de selectie van de verschillende stappen binnen een pakket rekening gehouden met in de praktijk voorkomende matrices en de veranderende wetgeving en normering.

LABS 2012-1 Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten

Veertien labo's hebben deelgenomen aan de ringtest identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies. De ringtest werd gehouden op 26 april van 10 uur tot 10u30 in gebouw Prodem.

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

Voor de componenten werd er een selectie gemaakt van componenten uit het vroegere basispakket 12 (conform VLAREM II bijlage 1.3.2.2) aangevuld met componenten uit het pakket L6 van het nieuwe erkenningenbesluit VLAREL. Dit nieuwe pakket werd immers uitgebreid en bevat naast de oorspronkelijke componentengroepen (aromatische KWS, alifatische halogeen-KWS, esters en ketonen) ook de componentengroepen paraffinische KWS, alcoholen en ethers. In de ringtest werden eveneens componenten aangeboden uit de twee laatste groepen, met name 1-propanol en tetrahydrofuraan.

Het pakket LABS2012-1 werd dubbel verwerkt nl. volgens VLAREM pakket 12 en volgens VLAREL pakket L6 (met de twee bijkomende parameters 1-propanol en tetrahydrofuraan). De uiteindelijke beoordeling gebeurt volgens VLAREM pakket 12. Verder wordt pakket LABS2012-1 ook apart beoordeeld naar identificatie en naar kwantificatie.

In het pakket LABS2012-1 worden zowel voor de identificatie als voor de kwantificatie dus telkens acht parameters meegenomen bij de beoordeling. Elk erkend of kandidaat erkend labo dat voor de kwantificatie een absolute z-score groter dan 2 (beoordeling 'twijfelachtig') heeft voor meer dan één component of een z-score groter dan 3 (beoordeling 'slecht') heeft voor één of meer componenten, of één of meerdere componenten niet heeft geïdentificeerd (beoordeling 'slecht'), dient een actieplan op te stellen.

Labo's met een absolute z-score >2 en ≤ 3 : **6, 7, 9, 11, 16, 18 en 20.**

Labo's met een absolute z-score >3 : **4, 6, 13, 16**

Labo's met een beoordeling 'slecht' voor de identificatie: **geen**

Pakketbeoordeling:

Volgende erkende of kandidaat erkende laboratoria moeten corrigerende actieplannen opstellen voor pakket LABS2012-1: **4 en 16.**

LABS 2012-2,3,4,5

Bij de pakketbeoordeling worden de parameters van ringtesten LABS 2012-2, LABS2012-3, LABS2012-4 en LABS-2012-5 samen beoordeeld. Per ringtest wordt hieronder overlopen welke labo's een overschrijding van de toegestane criteria hebben.

Een overzicht van de erkende of kandidaat erkend laboratoria die actieplannen dienen op te stellen wordt gegeven na de bespreking van alle ringtesten behorend tot pakket LABS2012-2,3,4,5.

LABS 2012-2 Parameters temperatuur, druk, volume en watergehalte

De ringtest voor de bepaling van temperatuur, druk, volume en watergehalte werd doorlopend gehouden in gebouw LAN op 25 en 26 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.

Voor de berekening van de z-score ten opzichte van de referentiewaarde worden volgende afwijkingen toegestaan:

- Voor volume een afwijking van 8%
- Voor temperatuur een absolute afwijking van 2°C
- Voor snelheid een afwijking van 12,5%-0,53% * v_{ref}
- Voor water een afwijking van 15%

Labo's met een absolute z-score >2 en ≤3: **3, 17 en 19**

Labo's met een absolute z-score >3: **5, 12, 15 en 17**

LABS2012-3 Stofweging

Voor de belading voor zowel de lage als de hoge stofgehaltes namen 19 labo's deel aan de ringtest. Eén labo nam deel met 2 filtersets voor het hoge gehalte en 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.

Voor deze ringtest worden per set van 5 de 3 filters met de hoogste belading meegenomen in de verwerking en beoordeling.

Labo's met een absolute z-score >2 en ≤3: **16 en 20**

Labo's met een absolute z-score >3: **21**

LABS2012-4 De continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren

Zeventien labo's hebben deelgenomen aan de ringtest ter bepaling van totaal koolwaterstoffen in emissies. De ringtest werd gehouden op 26 april van 10u00 tot 12u00 in gebouw Prodem.

In totaal werden dertien stappen aangeboden van ongeveer telkens 10 minuten. De stappen 4 tot 6 zijn niet opgenomen in deze rapportering.

In de pakketbeoordeling worden enkel de z-scores voor de propaanstappen nl. 1, 2, 3 en 13 meegenomen. Een absolute z-score van 2 komt overeen met een maximale afwijking van 15% ten opzichte van de referentiewaarde.

Labo's met een absolute z-score >2 en ≤ 3 : **15**

Labo's met een absolute z-score >3 : **15 en 16**

Voor de beoordeling van de relatieve responsfactoren (RRF) bij de niet-propaanstappen 7 tot 12 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.

Er worden geen actieplannen opgevraagd.

LABS 2012-5 Anorganische rookgassen

Drieëntwintig laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest anorganische rookgassen. De ringtest werd gehouden op 26 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 zes 'kalibratiestappen' met één component in N₂ of lucht ($< 0,3$ vol% vocht absoluut); 2 kalibratiestappen (SO₂ en NO) bevatten een bevochtigd dragergas. Drie stappen bevatten meerdere componenten waarvan één stap deze bevatte in een bevochtigd dragergas.

Labo's met een absolute z-score >2 en ≤ 3 : **14, 16, 19, 20, 21 en 22.**

Labo's met een absolute z-score >3 : **8, 10, 14, 15, 17, 21 en 22.**

Pakketbeoordeling:

Volgende erkende of kandidaat erkende laboratoria moeten corrigerende actieplannen opstellen voor pakket LABS2012-2,3,4,5: Labo **17**.

LABS2012-6 Gasvormig waterstoffluoride

Vijftien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstoffluoride. Bij de ringtest werden 2 stalen als halfuurgemiddelde aangeboden en 1 staal als uurgemiddelde. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-50 mg/Nm³. Alle drie de stappen worden mee beoordeeld. Elk erkend of kandidaat erkend labo dat voor één van de stappen een absolute z-score heeft groter dan 2 of 3 dient een actieplan op te stellen.

Labo's met een absolute z-score >2 en ≤3: **1, 6, 7 en 12**

Labo's met een absolute z-score >3: **20 en 22**

Pakketbeoordeling:

Volgende erkende of kandidaat erkende laboratoria moeten corrigerende actieplannen opstellen voor pakket LABS2012-6: De labo's **1, 6, 7 en 20**

LABS 2012-7 Analyse vliegastaal voor zware metalen

Negen labo's hebben deelgenomen aan de ringtest vliegastaal voor zware metalen. De vliegastalen werden aan de labo's overhandigd op 25 en 26 april.

In totaal werden er 24 componenten aangeboden die geïdentificeerd en gekwantificeerd konden worden. De referentiewaarden worden berekend op basis van de statistische verwerking van de resultaten van de erkende labo's. Doordat niet elk deelnemend labo voor iedere component een resultaat rapporteert zijn er voor een aantal componenten te weinig gegevens om een statistische verwerking uit te voeren. Hierdoor werden er uiteindelijk 14 van de 24 parameters weerhouden voor de beoordeling nl. Cd, Hg, Tl, As, Co, Ni, Sb, Pb, Cr, Cu, Mn, V, Sn en Se.

Elk erkend of kandidaat erkend labo dat meer dan één resultaat heeft met een absolute z-score hoger dan 2 of 3 voor deze componenten dient een actieplan op te stellen indien de betreffende zware metalen waarvoor de overschrijding werd vastgesteld tot het erkenningspakket behoren.

Labo's met een absolute z-score >2 en ≤3: **22**

Labo's met een absolute z-score >3: **12 en 22**

Pakketbeoordeling:

Volgende erkende of kandidaat erkende laboratoria moeten corrigerende actieplannen opstellen voor pakket LABS212-7: **geen**

Inhoud

Samenvatting	I
LABS 2012-2,3,4,5	II
LABS2012-6 Gasvormig waterstoffluoride	V
LABS 2012-7 Analyse vliegastaal voor zware metalen	V
Inhoud	VII
Lijst van tabellen	X
Lijst van figuren	XI
HOOFDSTUK 1 SITUERING VAN DE LABS-RINGTEST	12
HOOFDSTUK 2 AANMAAK REFERENTIE	13
2.1 LABS 2012-1 Vluchtige organische componenten	13
2.2 LABS 2012-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	14
2.2.1 Temperatuur	14
2.2.2 Volume	15
2.2.3 Gassnelheid	16
2.2.4 Watergehalte	17
2.3 LABS 2012-3 Stofbelading	18
2.3.1 Validatie	18
2.3.2 Ringtest stofweging	19
2.4 LABS 2012-4 De continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren	19
2.4.1 Inleiding	19
2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas	19
2.5 LABS 2012-5 Anorganische rookgassen	20
2.5.1 Inleiding	20
2.5.2 Samenstelling van het te bemonsteren testgas	20
2.6 LABS 2012-6 Gasvormig HF	22
2.7 LABS 2012-7 Analyse vliegastaal zware metalen	22
HOOFDSTUK 3 STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN	24
3.1 Parameterbeoordeling	24
3.2 Pakketbeoordeling	25
3.3 Informatieve statistische verwerking	26
HOOFDSTUK 4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN	28
4.1 Pakket LABS2012-1 Vluchtige organische componenten	28
4.1.1 Bespreking resultaten	28
4.1.2 Beoordeling pakket LABS2012-1	29

4.2	<i>Pakket LABS2012- 2,3,4,5</i>	29
4.2.1	Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte	29
4.2.1.1	Volumebepaling	30
4.2.1.2	Temperatuur	31
4.2.1.3	Snelheidsmetingen	32
4.2.1.4	Waterbepaling	34
4.2.2	Stof	35
4.2.2.1	Lage stofconcentraties	36
4.2.2.2	Hoge stofconcentraties	37
4.2.2.3	Besluit stofbelading	38
4.2.3	De continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren	39
4.2.3.1	Besluit totaal koolwaterstoffen	39
4.2.4	Anorganische rookgassen	40
4.2.4.1	CO	40
4.2.4.2	SO ₂	40
4.2.4.3	NO _x	41
4.2.4.4	O ₂	41
4.2.4.5	CO ₂	41
4.2.5	Beoordeling pakket LABS2012-2,3,4,5	41
4.3	<i>Pakket LABS2012-6 Gasvormig waterstoffluoride</i>	42
4.3.1	Bespreking resultaten	42
	Stap 1	42
	Stap 2	42
	Stap 3	42
4.3.2	Beoordeling pakket LABS2012-6 bemonstering gasvormig HF	43
4.4	<i>Pakket LABS2012-7 Analyse vliegastaal zware metalen</i>	43
4.4.1	Bespreking resultaten	43
4.4.2	Beoordeling pakket LABS2012-7: analyse vliegastaal voor zware metalen	44
Deel 2: Resultaten per labo voor de ringtesten LABS2012-1, LABS2012-2, LABS2012-3, LABS2012-4, LABS2012-5, LABS2012-6 en LABS2012-7		45
Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABS2012-1, LABS2012-4, LABS2012-5 en LABS2012-6		45
Deel 4: Resultaten per parameter voor LABS2012-2 en LABS2012-3		45
Referenties		47
BIJLAGEN		49
Bijlage 1: Lijst met technisch verantwoordelijken		49
Bijlage 2: Uitnodiging		51
1. IDENTIFICATIE		51
1.1	Opdrachtgever	51
1.2	Opdrachttuitvoerder(s)	51
1.3	Coördinatie (ringtestorganisator)	52
2. BESCHRIJVEND GEDEELTE		52

2.1	<i>Beschrijving</i>	52
2.2	<i>Doelstelling</i>	52
2.3	<i>Contactpersoon VITO</i>	53
2.4	<i>Programma 2012</i>	54
2.5	<i>Verloop van de ringtest</i>	57
2.6	<i>Analyse</i>	63
2.7	<i>Rapportering</i>	64
2.8	<i>Verwerking en beoordeling van de ringtestresultaten</i>	65
2.9	<i>Rapportering van de beoordeling naar de laboratoria</i>	66
3.	INSCHRIJVINGSMODALITEITEN	66
Bijlage 3:	Criteria voor de beoordeling van ringtesten	67
Bijlage 3:	Lijst van de deelnemende erkende en kandidaat erkende labo's	72

Lijst van tabellen

Tabel 1: Kwantitatief te bepalen componenten	14
Tabel 2: Procentuele afwijking na 1, 2, 3 en 16 u droging bij een temperatuur van 160 °C	18
Tabel 3: Referentieconcentratie van de verschillende componenten met gerelateerd zuurstofgehalte tijdens de ringtest LABS 2012-4	20
Tabel 4: Referentieconcentraties van de rookgascomponenten tijdens de ringtest LABS 2012-5.....	21
Tabel 5: Uitgebreide relatieve meetonzekerheid (2s) op de gegenereerde gasconcentratie (%)	22
Tabel 6: Referentieconcentraties zware metalen	23
Tabel 7: Componenten met een z-score >2 en ≤3 of >3 (*)	29
Tabel 8: Referentieconcentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm ³ , bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.....	42
Tabel 9: Componenten met een z-score >2 of >3.....	44

Lijst van figuren

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

HOOFDSTUK 1 SITUERING VAN DE LABS-RINGTEST

Op woensdag 25 en donderdag 26 april 2012 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 Afdeling Leefmilieu, Natuur en Energie.

Volgens Art.25 en Art.44 van Vlarel moeten kandidaat erkende en erkende labo's lucht 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 of erkend wil worden.

Erkende en kandidaat erkende labo's nemen deel in het kader van een evaluatie van de lopende erkenning of de erkenningsaanvraag. Aan niet erkende labo's wordt de mogelijkheid geboden deel te nemen met als finaliteit een interne kwaliteitscontrole. In totaal namen 22 labo's deel waarvan 13 erkende of kandidaat erkende en 9 niet erkende labo's. Van deze laatste namen er vier deel onder zelfcontrole.

De resultaten van deze kwaliteitsoefening worden anoniem aan de deelnemers kenbaar gemaakt.

Volgende zeven ringtesten werden bij de LABS-ringtest van 2012 aangeboden.

1. LABS2012-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten
2. LABS2012-2: de parameters temperatuur, snelheid, volume en watergehalte
3. LABS2012-3: stofweging conform de EN 13284-1
4. LABS2012-4: de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren
5. LABS2012-5: de continue meting van anorganische rookgassen
6. LABS2012-6: de bepaling van gasvormig waterstoffluoride
7. LABS2012-7: analyse vliegastaal voor zware metalen

De erkende en kandidaat erkende labo's worden beoordeeld op basis van de volgende vier parameterpakketten: LABS2012-1; LABS2012-2,3,4,5; LABS2012-6 en LABS2012-7.

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 LABS2012-1 t.e.m. LABS2012-7 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 1 wordt een overzicht gegeven van de technisch verantwoordelijken en de medewerker dataverwerking.

2.1 LABS 2012-1 Vluchtige organische componenten

Het referentiegas bestond uit 10 kwantitatief (zie onderstaande Tabel 1) te bepalen componenten die werden gekozen uit de lijst van parameterpakket L6 volgens VLAREL (zie in bijlage 2). Het aangeboden afgas was droog.

Voor de generatie van de organische componenten wordt gebruik gemaakt van een capillair dosage systeem (ref. 1). De verdunningsdebieten worden 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.

Bij validatietesten werd 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; dit zijn metingen op dezelfde plaats gedurende een bepaalde periode.

Tabel 1: Kwantitatief te bepalen componenten

Polluent	Concentratie (mg/Nm ³) (*)
1-propanol	111,57
2-butanon	89,22
4-methylcyclohexanon	108,98
Chloorbenzeen	103,97
Ethylbenzeen	118,90
Styreen	49,62
Tetrachloorethyleen	69,47
Tetrahydrofuraan	158,78
Trichloormethaan	27,73
Vinylacetaat	89,13

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

De gecumuleerde fout op de concentraties bedraagt maximaal ± 3 %.

2.2 LABS 2012-2 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte

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

2.2.1 Temperatuur

De temperatuurmetingen werden uitgevoerd met behulp van een gefluïdiseerd zandbad van het merk Techne, type SBL-2. Dit bad heeft een diameter van 22,8 cm, een nuttige diepte van 14 cm en bevat ± 16 kg alundum zand. Het gedraagt zich als een geroerd gethermostatiseerd oliebad met dat voordeel dat de te controleren temperatuursondes schoon blijven. De minimum instelbare temperatuur is $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, het maximum is $600^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

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

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

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

De temperatuurcontrole van het bad gebeurt door middel van een Ametek Digital Temperature Indicator (DTI) 100 van Jofra Instruments. Dit is een draagbaar systeem dat

ontworpen is voor snelle en natrekbare kalibratie. De sensor die met de DTI 100 verbonden is, is een Pt 100. Het geheel is BKO gekalibreerd.

De integrale opstelling werd uitgebreid getest en gevalideerd. De uitgebreide onzekerheid ten gevolge van de inhomogeniteit en de instabiliteit van het zandbad bedraagt bij een temperatuur van de orde van grootte van 70°C 0,8%. Voor een overzicht van de validatiegegevens wordt verwezen naar rapport 2001/MIM/R/21 "Referentiewerk "Lucht", LABS 2000-2" van maart 2001.

2.2.2 Volume

De volumeringtest 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 H₂O) 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 atmosfeerdruk wordt gemeten met een digitale barometer van Setra, model 370 die vóór gebruik vergeleken werd met een BKO-gecertificeerde barometer. De atmosfeerdruk wordt eveneens opgeslagen op PC.

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

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

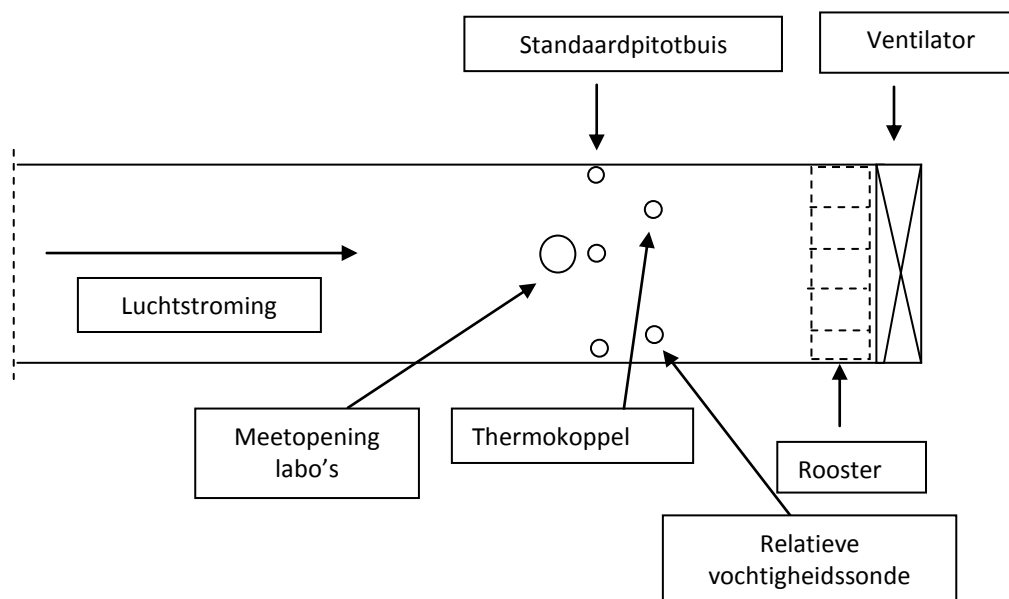
De totale relatieve fout, uitgedrukt als standaarddeviatie, bedraagt 0,2%. De geëxpandeerde meetonzekerheid (dekkingsfactor 2) of de 95% betrouwbaarheid is gelijk aan 0,4 % of 0,4 l op 100 l.

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

2.2.3 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.

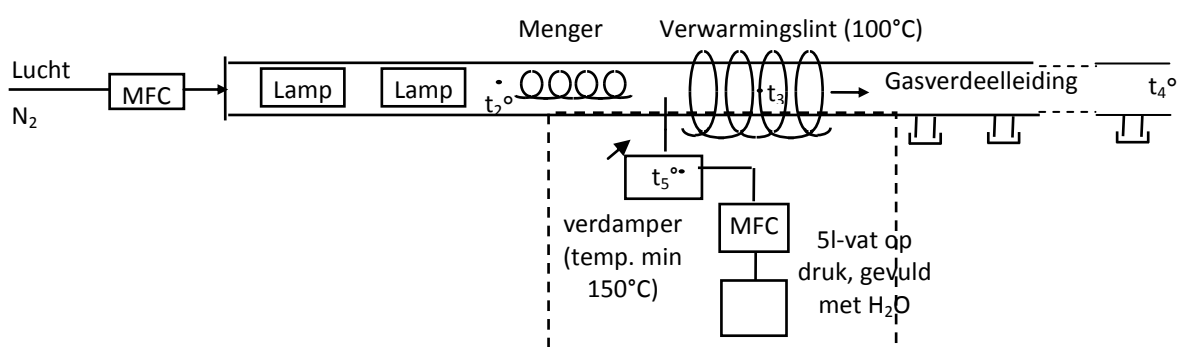
2.2.4 Watergehalte

Het genereren van waterdamp gebeurt met een watergevuuld vat van 5 liter, een massadebietsmeter voor water (0-1000 g/h) en een verdamper (= stoompot). Het vat wordt op 1 bar overdruk gebracht waardoor het water naar de mass flow controller (MFC) geperst wordt die het uitgaande debiet meet en controleert. Vervolgens stroomt het water in de verwarmde verdamper. De geproduceerde stoom wordt na een statische menger in een glazen buis geïnjecteerd waar het met het op 100°C voorverwarmde verdunningsgas verdund wordt tot een dauwpunt van maximum 80°C. De MFC wordt voorafgaand aan de ringtest geijkt door dit waterdebiet in een erlenmeyer, die zich op een balans bevindt, te leiden. Deze balans registreert de gewichtstoename en wordt uitgelezen met 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 kan geregeld worden tussen 150 en 250°C. Met bovenstaand systeem kunnen vochtgehalten tot 50% gegenereerd worden.

Om de afgifte tijdens de ringtest te 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 bedraagt 2% (rel) bij een watergehalte tussen 5 en 25%.



Figuur 2: Schematische voorstelling van de generatieopstelling voor waterdamp

2.3 LABS 2012-3 Stofbelading

2.3.1 Validatie

De meetonzekerheid op de stofbepaling, uitgevoerd 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, KNO_3 en de blanco filter (UPW) reeds na 1 uur droging, een weging worden uitgevoerd. Voor $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kan, bij een droging bij 160°C, na 3 u een stabiele uitlezing van het gewicht worden bekomen. De filters beladen met het zout $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ vertonen bij een droogtemperatuur van 160 °C een onstabiel gedrag en verliezen irreversibel stof.

Tabel 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
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	-1,0	-3,5	-6,1	-11,2
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	-27,7 (1,7)*	-27,8 (1,5)*	-28,2 (0,9)*	-28,0 (1,2)*
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 deze belading wordt een bepaalde hoeveelheid van een zoutsuspensie op de filter gebracht en gewogen.

Voor de ringtest stofweging werd voorzien dat elk laboratorium wegingen uitvoert op een set van 5 filters, waarvan er 4 beladen werden met respectievelijk KCl, KNO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en ultrapuurwater. De vijfde filter werd niet beladen en fungeert als blanco.

Aan de labo's die zowel een erkenning hebben voor lage ($< 20 \text{ mg/Nm}^3$) als hoge ($> 20 \text{ mg/Nm}^3$) stofconcentraties werd gevraagd om voor elk concentratieniveau een filterset te laten beladen en af te wegen.

2.4 LABS 2012-4 De continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren

2.4.1 Inleiding

Tijdens de ringtest “De continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren” werden propaan, dichloormethaan, aceton en benzeen aangeboden. De concentraties varieerden van 15,2 tot 173,8 mgC/Nm^3 . De proef omvat 13 stappen van ongeveer 10 minuten waarbij tijdens elke stap telkens 1 organische component wordt aangeboden. De stabiliteit van het referentiegas wordt tijdens de oefening opgevolgd m.b.v. een GC-FID en een TKWS monitor.

2.4.2 Samenstelling van het te bemonsteren afgas

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

In tabel 3 worden de aanwezige component, de referentieconcentratie en het zuurstofgehalte weergegeven voor de verschillende stappen. De aangeboden afgassen zijn droog. Op basis van de interne kwaliteitscontrole worden de referentieconcentraties voor dichloormethaan niet weerhouden. De stappen 4 tot 6 worden om deze reden niet opgenomen in voorliggende rapportering.

Tabel 3: Referentieconcentratie van de verschillende componenten met gerelateerd zuurstofgehalte tijdens de ringtest LABS 2012-4

Stap	Component	Concentratie (mgC/Nm ³) (*)	O ₂ -gehalte (%)
1	propaan	72,8	13,62
2	propaan	37,1	20,95
3	propaan	51,6	0,00
4	dichloormethaan	niet weerhouden	0,00
5	dichloormethaan	niet weerhouden	20,70
6	dichloormethaan	niet weerhouden	10,36
7	aceton	105,3	0,00
8	aceton	149,6	10,36
9	aceton	173,8	20,52
10	benzeen	67,7	0,00
11	benzeen	62,0	20,58
12	benzeen	51,9	10,93
13	propaan	72,8	13,62

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

2.5 LABS 2012-5 Anorganische rookgassen

2.5.1 Inleiding

Tijdens de ringtest “Anorganische rookgassen” werden er negen referentie-atmosferen aangeboden in evenveel stappen waarbij de concentraties tijdens elke stap constant werden gehouden. Van deze negen stappen waren er zes ‘kalibratiestappen’ met één component in N₂ of lucht (< 0,3 vol% vocht absoluut), twee kalibratiestappen (stap 6 SO₂ en stap 9 NO_x) bevatten een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 5,3 vol% absoluut) en drie stappen bevatten meerdere componenten waarvan één stap in een bevochtigd dragergas (stap 5: vochtgehalte 5,1 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 gevuld met een zuiver gas. SO₂ en NO worden gegenereerd vanuit een gasfles die de component in een verdunde vorm bevat, maar waarbij de waarde vermeld op het analysecertificaat in voortesten gecontroleerd is met behulp van de zuivere component. NO₂ wordt aangemaakt vanuit een

gasfles die de component in een verdunde vorm bevat en de referentiewaarde wordt berekend op basis van het calibratiecertificaat.

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

Tijdens de ringtest werd de stabiliteit van de testgassen opgevolgd door middel van een Emerson NGA-2000 toestel voor SO₂, CO en CO₂ en een Emerson NGA-XStream voor NO, NO₂ en O₂.

Het blijkt dat de aangeboden concentraties in de verschillende stappen constant zijn (relatieve standaardafwijking < 1,5 %). De referentiewaarden van de concentraties van de rookgassen tijdens de ringtest worden in Tabel 4 weergegeven.

Tabel 4: Referentieconcentraties van de rookgascomponenten tijdens de ringtest LABS 2012-5

Stap	Concentratie (mg/Nm ³)					Concentratie (%)		Absoluut vochtgehalte (%) (per volume-eenheid droog gas)
	CO	SO ₂	NO(als NO ₂)	NO ₂	NO _x (als NO ₂)	O ₂	CO ₂	
1	130,09							< 0,3
2			82,72		82,72	5,20		< 0,3
3						12,46	5,06	< 0,3
4	260,64	118,87	254,25	24,45	278,70	3,75	4,05	< 0,3
5	104,33	89,78	274,64	28,21	302,85	16,04		5,1
6		63,82				8,24		5,3
7	51,48	61,01				20,94		< 0,3
8				31,46	31,46	20,93		< 0,3
9			68,68		68,68			5,3

Normaalcondities 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 5.

Tabel 5: Uitgebreide relatieve meetonzekerheid (2s) op de gegenereerde gasconcentratie (%)

Stap	CO (%)	SO ₂ (%)	NO (%)	NO ₂ (%)	NO _x (%)	O ₂ (abs)	CO ₂ (%)
1	2,6						
2			2,6		2,6	0,19	
3						0,28	2,6
4	2,6	2,6	2,6	3,3	2,4	0,15	2,6
5	2,6	2,6	2,6	3,3	2,4	0,26	
6		2,6				0,10	
7	2,6	2,6				0,25	
8				3,3	3,3	0,25	
9			2,6		2,6		

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

2.6 LABS 2012-6 Gasvormig HF

Bij de ringtest gasvormig HF werden in 2 stappen van een half uur en 1 stap van een uur 3 concentraties aangeboden in de range van 1-50 mg/Nm³.

Een verdunde HF-oplossing (0,21g HF/kg, 0,68g HF/kg of 2,37g HF/kg afhankelijk van de aan te maken HF-concentratie) wordt met behulp van een vloeistofpomp opgezogen. De verpompte hoeveelheid HF wordt continu gewogen en de balansuitlezing wordt op PC gelogd. Een verwarmde N₂-gasstroom van ± 100 l/min wordt als verdunningsgas bijgevoegd.

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

De HF-generatie-oplossingen worden aangemaakt door verdunning vanuit een aangekochte en geanalyseerde 48% HF-oplossing.

De verschillende oplossingen werden ter controle met doorstroomspectrometrie geanalyseerd.

2.7 LABS 2012-7 Analyse vliegastaal zware metalen

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

Aan dit gedroogd reëel vlieggas (fijn poeder) werden de elementen As, Be, Ca, Co, Mo, Tl, Hg, Va, 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 vliegasmonte, zowel binnen 1 recipiënt als tussen 2 recipiënten, werd gecontroleerd door alle metaalconcentraties te bepalen van 4 verschillende recipiënten en dit telkens in duplo.

In totaal werden er 24 componenten aangeboden die geïdentificeerd en gekwantificeerd konden worden (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 erkende labo's te berekenen, rekening houdende met eventuele uitschieters. In tabel 6 worden de aldus berekende referentieconcentraties weergegeven.

Omdat niet alle deelnemende labo's voor elke component een resultaat rapporteren zijn er voor een aantal componenten te weinig gegevens om een statistische verwerking uit te voeren. Hierdoor werden 14 van de 24 parameters weerhouden voor de beoordeling. Elk erkend of kandidaat erkend labo dat één of meerdere resultaten heeft met een Z-score hoger dan 2 voor de componenten Cd, Hg, Tl, As, Co, Ni, Sb, Pb, Cr, Cu, Mn, V, Sn en Se dient een actieplan op te stellen indien de betreffende zware metalen waarvoor de overschrijding werd vastgesteld tot het erkenningspakket behoren.

Tabel 6: Referentieconcentraties zware metalen

Metaal	Concentratie (mg/kgDS)
Cd	241,2
Hg	5,303
Tl	62,55
As	205,3
Co	208,7
Ni	183,2
Sb	338
Pb	1773
Cr	268,8
Cu	8752
Mn	821
V	163,2
Sn	243,7
Se	132

HOOFDSTUK 3 STATISTISCHE VERWERKING RESULTATEN

3.1 Parameterbeoordeling

Voor de ringtesten LABS2012-1, LABS2012-2, LABS2012-3, LABS2012-4, LABS2012-5, LABS2012-6 en LABS2012-7 wordt in deel 2 (Resultaten per deelnemer) voor elk deelnemend labo een overzicht gegeven van de resultaten van alle ringtesten waaraan het labo in 2012 deelnam.

De resultaten worden beoordeeld op basis van een z-score. De z-score gebruikt bij de beoordeling wordt als volgt gedefinieerd:

$$z = \frac{(x - \mu)}{\sigma}$$

met:

- x als de gerapporteerde meetwaarde voor de parameter
- μ als de referentiewaarde voor de parameter
- σ als toegewezen spreiding voor de parameter

μ is de aanmaakwaarde zoals door het referentielaboratorium bepaald behalve voor de ringtest LABS2012-7 waar de consensuswaarde volgens robuuste statistiek van de dataset van de erkende labo's genomen wordt.

σ is een vaste dimensieloze waarde, toegewezen als de helft van de toegestane afwijking - welke rekening houdt met de prestatie-eisen in de regelgeving en in overleg met de afdeling Milieuvergunningen werd vastgelegd- behalve voor LABS2012-5 waar voor één parameter NOx bij een concentratie beneden 50 mg/Nm³ de standaardafwijking volgens robuuste statistiek van de dataset van de erkende labo's genomen wordt.

De toegestane afwijkingen bedragen:

- voor stof:
 - 15% voor het lage gehalte
 - 10 % voor het hoge gehalte
- voor T: 2°C (absolute afwijking ipv %-afwijking)
- voor de volumebepaling: 8 %
- voor het waterdampgehalte: 15%
- voor snelheid: 12,5%-0,53*v
- voor VOC: 20 %
- voor anorganische rookgassen (componenten CO, NOx, SO₂, CO₂): 15%
- voor zuurstof: 0,3 vol% absoluut
- voor TOC met FID: 15% voor stappen 1, 2, 3 en 13
- voor HF: 20 %

- voor zware metalen: 20%, met uitzondering voor Tl, Se, Sn en As waarvoor de toegestane afwijking 30% bedraagt. Indien de standaardafwijking verkregen volgens robuuste statistiek uit de dataset van de erkende labo's groter is dan de helft van de toegestane vaste afwijking, wordt de berekende standaardafwijking genomen.

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

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

3.2 Pakketbeoordeling

Bij de beoordeling worden 4 verschillende parameterpakketten onderscheiden:

- Pakket LABS1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies
- Pakket LABS2345: bepaling van de fysische parameters in emissies; stofweging; continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren; bemonstering en analyse van de anorganische parameters (O₂, CO, CO₂, SO₂, NO_x) in rookgassen
- Pakket LABS6: bepaling van gasvormig HF
- Pakket LABS7: analyse vliegastaal voor zware metalen

De beoordeling per parameterpakket gebeurt op basis van de criteria die worden weergegeven in bijlage 3: Criteria voor de beoordeling van ringtesten.

Voor de ringtest LABS2012 geldt voor de erkende en kandidaat erkende laboratoria:

- Om een gunstige beoordeling voor een pakket met vijf of minder parameters te krijgen, mag voor geen enkele parameter behorende tot het pakket een beoordeling "twijfelachtig" of "slecht" gescoord worden;
- om een gunstige beoordeling voor een pakket met meer dan vijf parameters te krijgen, wordt het aantal parameters waarvoor een beoordeling "twijfelachtig" of "slecht" mag bekomen worden, als volgt bepaald:
 - het aantal parameters waarvoor een beoordeling "twijfelachtig" of "slecht" mag bekomen worden, is kleiner dan of gelijk aan een tiende, afgerond naar het dichtstbijzijnde gehele getal, van het totaal aantal te beoordelen parameters
 - het aantal parameters waarvoor een beoordeling "slecht" mag bekomen worden, is kleiner dan of gelijk aan een twintigste, afgerond naar het

dichtstbijzijnde gehele getal, van het totaal aantal te beoordelen parameters berekend

- voor pakketten met tien of minder parameters mag voor geen enkele parameter een beoordeling “slecht” bekomen worden.

indien voor pakket LABS-4 niet voldaan wordt aan de eisen voor de relatieve responsfactoren zoals gegeven onder 4.2.3 De continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren dient een corrigerend actieplan opgesteld te worden.

Voor elk labo wordt het aantal parameters per parameterpakket weergegevens in Deel 2: Resultaten per labo.

3.3 Informatieve statistische verwerking

Voor de ringtesten LABS2012-1, LABS2012-4, LABS2012-5, LABS2012-6, LABS2012-7 worden de gemiddelden, de robuuste standaarddeviaties, de relatieve robuuste standaarddeviaties (RSD%) en de informatieve z-scores (niet te verwarren met de z-scores gebruikt bij de beoordeling) berekend en weergegeven in deel 2 en deel 3 van dit rapport. De statistische verwerking van de resultaten is gebaseerd op de norm ISO 13528.

Voor de ringtesten LABS2012-2 en LABS2012-3, waar ieder labo een unieke referentiewaarde heeft, worden in deel 4 de afwijkingen van alle labo's en voor elke parameter in grafiekvorm t.o.v. de gemiddelde afwijking weergegeven.

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

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

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

met

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

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

Als criterium werd hiervoor beroep gedaan op het resultaat van de vergelijking tussen de waarden van $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ [2] en $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ [3]. Wanneer $\bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$ in absolute waarde groter of gelijk is aan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}}$ mag besloten worden dat er een significante systematische fout aanwezig is.

HOOFDSTUK 4 BESPREKING VAN DE RESULTATEN

4.1 Pakket LABS2012-1 Vluchtige organische componenten

4.1.1 Bespreking resultaten

Er werd een selectie gemaakt van componenten uit het vroegere basispakket 12 (conform VLAREM II bijlage 1.3.2.2) aangevuld met componenten uit pakket L6 van het nieuwe erkenningenbesluit VLAREL. Dit nieuwe pakket werd uitgebreid en bevat naast de bestaande componentgroepen (aromatische KWS, alifatische halogeen-KWS, esters en ketonen) ook de componentgroepen paraffinische KWS, alcoholen en ethers. In de ringtest werden eveneens componenten aangeboden uit de twee laatste groepen, met name 1-propanol en tetrahydrofuraan.

Het pakket LABS2012-1 is dubbel verwerkt nl. volgens VLAREM pakket 12 en volgens VLAREL pakket L6 (met de twee bijkomende parameters 1-propanol en tetrahydrofuraan). De uiteindelijke beoordeling gebeurt volgens VLAREM pakket 12.

Verder wordt dit pakket ook apart beoordeeld naar identificatie en naar kwantificatie.

Er worden zowel voor de identificatie als voor de kwantificatie dus telkens acht parameters meegenomen Elk erkend of kandidaat erkend labo dat voor de kwantificatie een absolute z-score groter dan 2 (beoordeling 'twijfelachtig') heeft voor meer dan één component of een z-score groter dan 3 (beoordeling 'slecht') heeft voor één component, of één component niet heeft geïdentificeerd (beoordeling 'slecht'), dient een actieplan op te stellen.

De z-scores worden voor de verschillende componenten berekend op basis van de toegestane vaste afwijking van 20%. Tabel 7 geeft een overzicht van de verschillende componenten per labo. Z-scores >2 en ≤ 3 worden aangegeven met 'X', z-scores >3 worden aangegeven met 'XX'.

Tabel 7: Componenten met een z-score >2 en ≤3 of >3 (*)

Polluent	Labo												
	1	4	5	6	7	9	11	13	15	16	18	19	20
1-propanol		XX	-	XX				XX	-	XX			
2-butanon							X		-				-
4-methylcyclohexanon			-		X				-				-
Chloorbenzeen									-				X
Ethylbenzeen													
Styreen		XX		X			X	XX	-		X		
Tetrachloorethyleen									-				-
Tetrahydrofuraan				XX					-				-
Trichloormethaan									-	XX			
Vinylacetaat						X	X		-	X			-

(*) z-score >2 en ≤3 wordt aangeduid met 'X',

z-score >3 wordt aangeduid met 'XX'.

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

4.1.2 Beoordeling pakket LABS2012-1

De volgende erkende of kandidaat erkende labo's moeten corrigerende actieplannen opstellen voor de kwantificatie: **4 en 16**.

Voor de identificatie worden geen actieplannen opgevraagd.

4.2 Pakket LABS2012- 2,3,4,5

4.2.1 Fysische parameters volume, temperatuur, snelheid en waterdampgehalte

Voor de fysische parameters worden de deelnemers geëvalueerd op basis van een z-score die berekend wordt ten opzichte van de referentiewaarde. Als spreiding wordt de helft van de toegestane afwijking genomen. De toegestane afwijkingen worden 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_{ref}
- 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.

4.2.1.1 Volumebepaling

Het aantal deelnemers bedraagt 21.

De aangezogen volumes bij de bepaling van deze parameter waren gelegen tussen 4,95 Nldr ('normaalliter droog') en 97,35 Nldr. Het aantal uitschieters berekend met behulp van de Grubbstest bedraagt 1 (labo 5). De gemiddelde relatieve afwijking met of zonder de uitschieters bedraagt respectievelijk 2,60% en 1,98%.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 20 labo's vertoonden afwijkingen van minder dan 10%,
- 18 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%,
- voor 11 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%,

Bij de berekening van de z-scores voor de waterbepaling komt een absolute z-score van 2 overeen met de maximale toegestane afwijking van **8%** ten opzichte van de referentiewaarde.

Er zijn geen labo's met een absolute z-score >2 en ≤ 3 .

Er is één labo dat een absolute z-score > 3 heeft (**Labo 5**).

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt **4,44% relatief** op een gemiddelde referentiewaarde van 69,12 Nldr of 3,07 Nldr.

Uit de waarden voor $\bar{z} = 0,0198$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0099$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **een significante systematische fout** optreedt bij de volumemetingen.

4.2.1.2 Temperatuur

Het aantal deelnemers bedraagt 21.

Bij de temperatuurmeting varieerden de aangeboden waarden van 129,11 C tot 131,25°C. Er is 1 uitschieter (labo 3). De gemiddelde absolute afwijking bedraagt 0,04°C absoluut met uitschieter en -0,10°C absoluut zonder uitschieter.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

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

Bij de berekening van de z-scores voor de temperatuurbepaling komt een absolute z-score van 2 overeen met de maximale toegestane afwijking van **2°C** ten opzichte van de referentiewaarde.

Er is één labo met een absolute z-score >2 en ≤3 (**labo 3**).

Er is geen labo met een absolute z-score >3.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden zonder de uitschieters werd de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt **1,57°C absoluut** op een gemiddelde referentiewaarde van 129,97°C of 1,21 % relatief.

Om na te gaan of er een significante systematische fout optrad werd een vergelijking gemaakt tussen de absolute waarden van vergelijking [2] en [3]. Deze berekeningen leiden tot $\bar{z} = 0,1008$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,3505$. Hieruit mag besloten worden dat er **geen significante systematische fout** optreedt bij de temperatuurbepaling.

4.2.1.3 Snelheidsmetingen

Er worden twee snelheden aangeboden waarvan één op laag niveau en één op hoog niveau. De deelnemers kunnen deelnemen met zowel standaard pitotbuizen of met S-pitotbuizen.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een standaard of L-pitot bedraagt 17. Drie labo's nemen deel met twee verschillende L-pitots (labo's 1, 5 en 21). De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,88 en 6,11 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 5,96 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 10,74 en 10,95 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 10,82 m/s.

Het aantal deelnemers dat deelneemt met een S-pitot bedraagt 16. Vijf deelnemers hiervan (labo's 4, 9, 14, 16 en 20) nemen deel met twee verschillende exemplaren.

De aangeboden snelheden op laag niveau liggen tussen 5,80 en 6,78 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid ligt op 6,06 m/s. Op hoog niveau liggen de snelheden tussen 10,51 en 11,57 m/s. De gemiddelde referentiesnelheid bedraagt 10,95 m/s.

Bij de berekening van de z-scores voor snelheidsmeting komt een absolute z-score van 2 overeen met de maximale toegestane afwijking van **12,5%-0,53*ref. snelheid** ten opzichte van de referentiewaarde.

Samengevat kan besloten worden dat:

Voor de standaard of L-pitotbuizen lage snelheid

- 2 labo's een waarde die meer dan 10 % afweek rapporteerden, nl. labo's 12 en 17;
- 10 van de 17 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%;
- 7 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken;
- er één uitschieter is (labo 17);
- de gemiddelde afwijking met uitschieters bedraagt -4,01 %, zonder uitschieters - 2,25%.

Er zijn geen labo's met een absolute z-score >2 en ≤ 3 .

Er zijn twee labo's met een absolute z-score >3 (**labo's 12 en 17**).

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als $2s_D$, bedraagt 0,61 m/s of 10,18 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting laag met een standaardpitotbuis werd **geen significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0225$ kleiner is dan

$$2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0234.$$

Voor de S-pitotbuizen lage snelheid

- Twee labo's een waarde rapporteerden die meer dan 10% afweek (labo's 17 en 19);
- 12 van de 16 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%;
- 10 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken;
- er 2 uitschieters zijn (labo 17 en 19);
- de gemiddelde afwijking -0,34% bedraagt met uitschieters en 1,38% zonder uitschieters.

Er is één labo met een absolute z-score >2 en ≤ 3 (**labo 19**).

Er is één labo met een absolute z-score >3 (**labo 17**).

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ bedraagt 0,31 m/s of 5,14 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting hoog met een s-pitotbuis werd **een significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0138$ groter is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0118$

Voor de standaard of L-pitotbuizen hoge snelheid

- 16 van de 17 labo's waarden rapporteerden die minder dan 10 % afweken;
- 11 van de 17 labo's een afwijking hadden van minder dan 3%;
- er twee uitschieters zijn (labo's 12 en 17);
- de gemiddelde afwijking bedraagt -0,87% met uitschieters en 0,39% zonder uitschieters

Er is één labo met een absolute z-score >2 en ≤ 3 (**labo 17**).

Er is één labo met een absolute z-score >3 (**labo 12**).

De **totale meetonzekerheid**, uitgedrukt als $2s_D$, bedraagt 0,60 m/s of 5,54 % van de gemiddelde referentiewaarde.

Voor de snelheidsmeting hoog met een standaardpitotbuis werd **geen significante systematische fout** vastgesteld vermits de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0039$ kleiner is dan

$$2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0130.$$

Voor de S-pitotbuizen hoge snelheid

- Geen enkel labo een waarde rapporteerde die meer dan 10 % afweek;
- 13 van de 16 laboratoria een afwijking hadden van minder dan 5%;
- 10 deelnemers 3 % of minder van de aangeboden snelheid afweken;
- er is één uitschieter (labo 19);
- de gemiddelde afwijking -0,70% bedraagt met uitschieters en 1,06% zonder uitschieters.

Er is één labo met een absolute z-score >2 en ≤ 3 (**labo 19**).

Er zijn geen labo's met een absolute z-score >3 .

De **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ bedraagt 0,61 m/s of 5,55% van de gemiddelde referentiewaarde.

Bij de snelheidsmeting hoog met een s-pitotbuis werd **geen significante systematische fout** geconstateerd omdat de absolute waarde van $\bar{z} = 0,0121$ kleiner is dan $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0124$

4.2.1.4 Waterbepaling

Voor de waterbepaling werd er een waterconcentratie 10,23% aangeboden. Het aantal deelnemers bedraagt 21. Er is 1 uitschieter (labo 15).

De gemiddelde relatieve afwijking met uitschieters bedraagt -1,71%, zonder uitschieters -3,70 %.

De resultaten kunnen samengevat worden als volgt:

- 4 labo's vertoonden afwijkingen van meer dan 10%;
- 13 deelnemers hadden afwijkingen van minder dan 5%;
- voor 5 deelnemers was de afwijking kleiner dan 2%.

Bij de berekening van de z-scores voor de waterbepaling komt een absolute z-score van 2 overeen met de maximale toegestane afwijking van **15%** ten opzichte van de referentiewaarde.

Er is één labo met een absolute z-score >2 en ≤ 3 (**labo 17**).

Er is één labo met een absolute z-score >3 (**labo 15**).

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** uitgedrukt als $2s_D$ berekend. Deze bedraagt 12,27% relatief op een referentiewaarde van 12,23% of 1,26%.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0369$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0274$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **een significante systematische fout** optreedt bij de waterbepaling.

4.2.2 Stof

Aan de ringtest LABS2012-3 "Stofweging" namen in het totaal 19 labo's deel.

Bij de berekening van de z-score voor de belading van stoffilters komt een absolute z-score van 2 overeen met de maximale toegestane afwijking t.o.v. de referentiewaarde van 15 % voor de lage stofgehalten en 10% voor de hoge gehalten.

Voor de ringtest LABS2012-3 worden per set van 5 de 3 filters met de hoogste belading meegenomen in de verwerking en beoordeling.

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.

4.2.2.1 Lage stofconcentraties

KCl laag

Voor de belading van stoffilters met KCl (lage concentratie) werden er drie resultaten gerapporteerd met een afwijking van meer dan 15 % t.o.v. de referentiewaarde (labo 16, 20 en 21). Er werd 1 resultaat als uitschieter berekend (labo 21).

15 labo's (16 resultaten, want 1 labo had een dubbele filterset voor de lage gehalten) rapporteerden een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -3,26% met uitschieters en 1,83% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 10,98% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 5,64 mg of 0,62 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0183$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0252$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **geen significante systematische fout** optreedt.

KNO₃ laag

Voor de belading van stoffilters met KNO₃ (lage concentratie) werd er één resultaat gerapporteerd met een afwijking van meer dan 15 % t.o.v. de referentiewaarde (labo 21). Er waren twee uitschieters (labo's 16 en 21).

15 labo's (16 resultaten, want 1 labo had een dubbele filterset voor de lage gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -4,34% met uitschieters en 1,47% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 5,24% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 12,18 mg of 0,64 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0147$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0126$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **een significante systematische fout** optreedt.

(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 % t.o.v. de referentiewaarde (labo 21). Er werden drie resultaten als uitschieter berekend (labo's 15, 16 en 21).

16 labo's (17 resultaten, want 1 labo had een dubbele filterset voor de lage gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -5,79% met uitschieter en -0,94% zonder uitschieter.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 2,88% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 19,54 mg of 0,56 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0094$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0070$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **een significante systematische fout** optreedt.

4.2.2.2 Hoge stofconcentraties

KCl hoog

Voor de belading van stoffilters met KCl (hoge concentratie) is er één labo met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde (labo 21).

18 labo's (19 resultaten, want 1 labo had een dubbele filterset voor de hoge gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. Er zijn twee uitschieters (labo's 4 en 21).

De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -4,92% met uitschieters en -0,07% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,56% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 85,47 mg of 1,33 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0007$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0037$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **geen significante systematische fout** optreedt.

KNO₃ hoog

Voor de belading van stoffilters met KNO₃ (hoge concentratie) is er 1 labo met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde (labo 21).

18 Labo's (19 resultaten, één labo had een dubbele filterset voor de hoge gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. Er zijn vijf uitschieters (labo's 4, 10, 19, 20 en 21).

De gemiddelde relatieve afwijking bedraagt -5,04% met uitschieters en -0,07% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 0,60% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 114,97 mg of 0,69 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0007$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0016$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **geen significante systematische fout** optreedt.

(NH₄)₂SO₄ hoog

Voor de belading van stoffilters met (NH₄)₂SO₄ (hoge concentratie) is er één labo met een afwijking van meer dan 10 % t.o.v. de referentiewaarde (labo 21).

Er zijn vier uitschieters (labo's 4, 15, 16 en 21).

16 Labo's (17 resultaten, één labo's had een dubbele filterset voor de hoge gehalten) rapporteerden een waarde met een afwijking lager dan 5%. De gemiddelde relatieve afwijking met bedraagt -6,22 met uitschieters % en -0,71% zonder uitschieters.

Op basis van vergelijking [1] en de bekomen meetwaarden wordt de **totale meetonzekerheid** berekend. Deze bedraagt 1,53% relatief op een gemiddelde referentiewaarde van 182,29 mg of 2,79 mg.

Uit de waarden voor de absolute waarde voor $\bar{z} = 0,0071$ en $2 \frac{s_D}{\sqrt{n}} = 0,0038$ kan besloten worden dat er voor de totale groep van de labo's **een significante systematische fout** optreedt.

Blanco's

Bij elke set filters werd 1 filter met UPW beladen en bleef 1 filter onaangeroerd. Deze beide filters fungeren als blanco's. Van alle deelnemende labo's is er één labo (labo 4) dat hogere waarden rapporteerde voor deze blanco's:

- ✓ labo 4 rapporteerde een waarde van 2,9 mg voor een met UPW beladen filter en 2,2 mg voor de onaangeroerde filter.

4.2.2.3 Besluit stofbelading

De overall gemiddelde afwijking zonder uitschieters voor de lage stofbeladingen bedraagt -0,84 %; voor de hoge stofbeladingen bedraagt deze -0,28 %.

Er zijn twee labo's met een absolute z-score >2 en ≤3 (**labo's 16 en 20**).

Er is één labo met een absolute z-score >3 (**labo 21**).

4.2.3 De continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren

Zeventien labo's hebben deelgenomen aan de ringtest continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren. In totaal werden dertien stappen aangeboden van telkens 10 minuten. Op basis van de interne kwaliteitscontrole worden de referentieconcentraties voor dichloormethaan niet weerhouden. De stappen 4 tot 6 worden om deze reden niet opgenomen in voorliggende rapportering.

Voor de pakketbeoordeling worden steeds enkel de propaanstappen 1, 2, 3 en 13 meegenomen. Bij de berekening van de z-scores voor totaal koolwaterstoffen komt een absolute z-score van 2 overeen met de maximale toegestane afwijking van 15 % ten opzichte van de referentiewaarde voor de stappen 1, 2, 3 en 13.

Volgende labo's hebben voor 1 of meerdere van deze stappen een absolute z-score >2 en ≤ 3 : **Labo 15**

Volgende labo's hebben voor 1 of meerdere van deze stappen een absolute z-score >3 : **Labo 15 en 16**

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:

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

De relatieve respons factoren (RRF) van de deelnemende labo's worden eveneens weergegeven in bijlage LABS2012-4 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.

4.2.3.1 Besluit totaal koolwaterstoffen

Voor de stappen 1, 2, 3 en 13 is er één erkend of kandidaat erkend labo met een absolute z-score groter dan 3 (**labo 16**).

4.2.4 Anorganische rookgassen

Aan de ringtest anorganische rookgassen namen in totaal 19 labo's deel.

Tijdens de ringtest werden er negen referentie-atmosferen aangeboden. Alle negen deze mengsels bevatten componenten met constante concentraties. Van deze negen waren er zes 'kalibratiestappen' met één component in N₂ of lucht (< 0,3 vol% vocht absoluut), 2 kalibratiestappen (stap 6 SO₂ en stap 9 NO_x) bevatten een bevochtigd dragergas (vochtgehalte 5,3 vol% absoluut) en drie stappen bevatten meerdere componenten waarvan één stap in een bevochtigd dragergas (stap 5: vochtgehalte 5,1 vol% absoluut).

Voor de berekening van de z-scores komt voor de anorganische rookgassen CO, NO_x, SO₂ en CO₂ een absolute z-score van 2 overeen met de maximaal toegestane afwijking van 15%.

Voor de parameter NO_x in stap 8 met een concentratie onder 50 mg/Nm³ wordt de z-score niet berekend t.o.v. de maximaal toegestane afwijking van 15%, maar wordt uitgegaan van de standaardafwijking volgens robuuste statistiek van de dataset van de erkende labo's.

Voor zuurstof komt een absolute z-score van 2 overeen met een afwijking van 0,3 vol% absoluut.

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

4.2.4.1 CO

- In de mengstappen werden twee absolute z-scores groter dan 3 gerapporteerd. **Labo 8** in stap 5 en **labo 15** in stap 7.
- In de kalibratiestap (stap 1) zijn er geen labo's met een absolute z-score >2.

4.2.4.2 SO₂

- In de vochtige kalibratiestap (stap 6) hebben 2 labo's afwijkingen groter dan 10% (labo's 21 en 22). **Labo 22** heeft een absolute z-score >3.
- In stap 4 (mengstap droog) zijn er vier labo's met afwijkingen groter dan 10% (labo's 10, 14, 19 en 22). Geen enkel labo heeft een absolute z-score >2 en ≤3. **Labo 22** heeft een absolute z-score groter dan >3.
- In stap 5 (mengstap nat) zijn er 3 labo's met een absolute z-score >2 en ≤3 (**Labo's, 19, 20 en 21**). Er zijn 3 labo's met een absolute z-score >3 (**Labo's 10, 17 en 22**).
- in stap 7 (mengstap droog) zijn er geen labo's met een absolute z-score >2 en ≤3, er is één labo met een absolute z-score >3 (**labo 22**).

4.2.4.3 NO_x

- In de NO-kalibratiestap (stap 2) is er één labo met een absolute z-score >2 en ≤3 (**Labo 22**).
- In de vochtige NO-kalibratiestap (stap 9) zijn er geen labo's met een absolute z-score >2 en ≤3. **Labo 22** heeft een absolute z-score >3.
- In de droge mengstap 4 en de natte mengstap 5 is er één labo dat voor beide stappen een absolute z-score > 2 heeft (**labo 22**).
- In de NO₂-kalibratiestap (stap 8) wordt de standaardafwijking voor de berekening van de z-score berekend volgens robuuste statistiek van de dataset van de erkende labo's. Een absolute z-score van 2 komt overeen met een afwijking van 28,8%.
Er zijn twee labo's met een absolute z-score >2 en ≤3 (**labo's 20 en 21**).
Er zijn twee labo's met een absolute z-score >3 (**labo's 14 en 22**).

4.2.4.4 O₂

- Er is geen kalibratiestap aangeboden.
- Twee labo's hebben absolute z-scores >2 en ≤3 (**labo 14** in stap 6 en **labo 16** in stap 7 en stap 8). **Labo 21** heeft een z-score >3 in stap 4.
- In alle andere gevallen hebben de labo's absolute z-scores <2, of een absolute afwijking lager dan 0,3 vol%.

4.2.4.5 CO₂

- Er is geen kalibratiestap aangeboden.
- Er is 1 labo (**labo 21**) met een absolute z-score >3.
- Alle andere labo's hebben in beide stappen z-scores <2.

4.2.5 Beoordeling pakket LABS2012-2,3,4,5

Voor de beoordeling van pakket LABS2012-2,3,4,5 wordt in Deel 2 (resultaten per labo) een overzicht gegeven van het aantal parameters waaraan werd deelgenomen en het aantal beoordelingen 'twijfelachtig' en 'slecht' (respectievelijk een absolute z-score >2 en ≤3; en groter dan 3).

Op basis van de criteria opgenomen in bijlage 3: Criteria voor de beoordeling van ringtesten kan besloten worden dat volgende labo's een corrigerend actieplan moeten opstellen: **Labo 17**.

4.3 Pakket LABS2012-6 Gasvormig waterstoffluoride

Vijftien laboratoria hebben deelgenomen aan de ringtest gasvormig waterstoffluoride. Bij de ringtest werden twee stalen als halfuurgemiddelde aangeboden en één staal als uurgemiddelde. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-50 mg/Nm³.

In onderstaande tabel 8 worden de referentiewaarden weergegeven.

Tabel 8: Referentieconcentraties van de verschillende stappen, uitgedrukt in mg/Nm³, bij 0°C en 1013 mbar, droog gas.

	Concentratie in mg/Nm ³
Stap 1	14,75
Stap 2	4,20
Stap 3	1,33

4.3.1 Bespreking resultaten

De erkende of kandidaat erkende labo's die een absolute z-score hebben groter dan 2 ten opzichte van de referentiewaarde voor de stappen 1, 2 of 3 moeten een actieplan opstellen.

Stap 1

In stap 1 werd een referentiewaarde van 14,75 mg/Nm³ HF aangeboden. Eén labo (**labo 12**) heeft voor deze stap een absolute z-score >2 en ≤3. Twee labo's hebben een absolute z-score >3 (**labo's 20 en 22**).

Stap 2

In stap 2 werd een referentiewaarde van 4,20 mg/Nm³ HF aangeboden. **Labo 7** heeft voor deze stap een absolute z-score >2 en ≤3. **Labo 20** heeft een z-score >3.

Stap 3

In stap 3 werd een referentiewaarde 1,33 mg/Nm³ HF aangeboden. Voor de **labo's 1, 6 en 7** werd een absolute z-score >2 en ≤3 berekend. **Labo 20** heeft een absolute z-score >3.

4.3.2 Beoordeling pakket LABS2012-6 bemonstering gasvormig 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 10 resultaten die een absolute z-score ten opzichte van de referentiewaarde hebben die groter is dan 2.
- de afwijkingen van de gemiddelde waarden t.o.v. de referentiewaarden bedragen respectievelijk -14,6 % en -11,5 % en -12,0 voor de stappen 1, 2 en 3.
- Alle erkende of kandidaat erkende labo's die een absolute z-score hebben die groter is dan 2 moeten een actieplan opstellen.

Labo's die een corrigeren actieplan moeten opstellen: **Labo's 1, 6, 7 en 20.**

4.4 Pakket LABS2012-7 Analyse vliegastaal zware metalen

4.4.1 Bespreking resultaten

Negen labo's hebben deelgenomen aan de ringtest vliegastaal voor zware metalen. De vliegastalen werden aan de labo's overhandigd op 25 en 26 april.

In totaal werden er 24 componenten aangeboden die geïdentificeerd en gekwantificeerd konden worden. Door het feit dat niet alle deelnemende labo's voor elke component een resultaat rapporteerden zijn er voor een aantal componenten te weinig gegevens om een statistisch verwerking uit te voeren. Hierdoor werden er 14 van de 24 parameters weerhouden voor de beoordeling.

De z-scores worden voor de verschillende componenten berekend op basis van de toegestane vaste afwijking van 20%, met uitzondering voor Tl, Se, Sn en As waarvoor de toegestane afwijking 30% bedraagt.

Indien echter de standaardafwijking verkregen volgens robuuste statistiek uit de dataset van de erkende labo's groter is dan de helft van deze toegestane vaste afwijking, wordt deze standaardafwijking genomen.

Voor de LABS ringtest van 2012 is dit het geval voor de componenten Ni, Cr, V en Se. De statistisch bepaalde standaardafwijkingen bedragen respectievelijk 15,0%; 22,6%; 10,6% en 19,1%.

Elk erkend of kandidaat erkend labo dat twee of meer resultaten heeft met een absolute z-score groter dan 2 of 3 voor de componenten Cd, Hg, Tl, As, Co, Ni, Sb, Pb, Cr, Cu, Mn, V, Sn en Se dient een actieplan op te stellen indien de betreffende zware metalen waarvoor de overschrijding werd vastgesteld tot het erkenningspakket behoren.

Labo's met een z-score >2 en ≤ 3 : **22.**

Labo's met een z-score >3 : **12 en 22.**

Tabel 9 geeft een overzicht van de verschillende componenten, per labo. Z-scores >2 en ≤ 3 worden aangegeven met 'X', z-scores >3 worden aangegeven met 'XX'.

Tabel 9: Componenten met een z-score >2 of >3

Polluent	Labo's								
	1	4	6	9	12	18	19	21	22
Cd									XX
Hg									
Tl									-
As									
Co									X
Ni									
Sb					XX				-
Pb									
Cr									
Cu									
Mn									
V									
Sn									-
Se									-

4.4.2 Beoordeling pakket LABS2012-7: analyse vliegastaal voor zware metalen

De volgende labo's moeten corrigerende actieplannen opstellen: geen



Gert Otten
Coördinator

Deel 2: Resultaten per labo voor de ringtesten LABS2012-1, LABS2012-2, LABS2012-3, LABS2012-4, LABS2012-5, LABS2012-6 en LABS2012-7

Zie bijgevoegde file 'LABS2012-1Deel2.xls', 'LABS2012-2,3,4,5Deel2.xls', 'LABS2012-6Deel2.xls', 'LABS2012-7Deel2.xls'

Deel 3: Resultaten per parameter voor de ringtesten LABS2012-1, LABS2012-4, LABS2012-5 en LABS2012-6

Zie bijgevoegde file 'LABS2012-1Deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABS2012-4Deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABS2012-5Deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABS2012-6Deel3.xls'

Zie bijgevoegde file 'LABS2012-7Deel3.xls'

Deel 4: Resultaten per parameter voor LABS2012-2 en LABS2012-3

Zie bijgevoegde file 'LABS2012-2,3Deel4.xls'

Referenties

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

BIJLAGEN

Bijlage 1: Lijst met technisch verantwoordelijken

LABS2012	Technisch verantwoordelijken
LABS2012-1	Frederick Maes
LABS2012-2	Eddy Damen, Rob Brabers, Nic Moonen
LABS2012-3	Jef Daems
LABS2012-4	Frederick Maes
LABS2012-5	Frederick Maes
LABS2012-6	Eddy Damen
LABS2012-7	Mai Wevers
Dataverwerking	Bart Baeyens

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

Bijlage 2: Uitnodiging

1. IDENTIFICATIE

1.1 Opdrachtgever

Vlaamse Overheid
Departement Leefmilieu, Natuur en Energie (LNE)
Afdeling Milieuvergunningen
Koning Albert II-laan 20 bus 8
1000 Brussel

Contactpersoon in verband met de erkenningsaanvraag: Griet Schockaert (02 553 27 64 - griet.schockaert@lne.vlaanderen.be)

1.2 Opdrachtuitvoerder(s)

- erkend zijn als laboratorium in de discipline lucht volgens het besluit van de Vlaamse Regering van 1 juni 1995 houdende algemene en sectorale bepalingen inzake milieuhygiëne (titel II van het VLAREM);
- erkend zijn of wensen te worden als laboratorium in de discipline lucht volgens het besluit van de Vlaamse Regering van 19 november 2010 tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu (VLAREL)
- op vrijwillige basis wensen deel te nemen.

Voor de laboratoria die op vrijwillige basis wensen deel te nemen, geldt dat indien er meer deelnemers zijn dan vrije plaatsen op de betreffende ringleidingen, de labo's die eerst inschrijven de voorkeur krijgen. Verder wordt er ook voorrang verleend aan de erkende en kandidaat-erkende labo's.

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

1.3 Coördinatie (ringtestorganisator)

VITO
Boeretang 200
B-2400 Mol

Verantwoordelijken:

TVP (technisch verantwoordelijk voor de proefobjecten): Frederick Maes

C&A (contactpersoon en administratief medewerker): Bart Baeyens

MDV (medewerker dataverwerking): Bart Baeyens en Rob Brabers

COR (coördinator van het proefschema): Gert Otten

Coördinatie technische advisering erkenningen: Hilde Van den Broeck

2. BESCHRIJVEND GEDEELTE

2.1 Beschrijving

In opdracht van het Departement LNE organiseert VITO jaarlijks de LABS-ringtest. LABS staat voor LuchtAnalyse en BemonsteringsSchema. Deze ringtest omvat een aantal parameterpakketten binnen het domein Lucht.

2.2 Doelstelling

Een uniforme kwaliteitscontrole uitvoeren van de laboratoria erkend in de discipline lucht (derdelijnscontrole). Ook niet-erkende laboratoria kunnen deelnemen aan de voormelde kwaliteitscontrole indien ze een erkenning van de Vlaamse overheid wensen te behalen.

Deze ringtesten dienen in eerste instantie beschouwd te worden als een instrument dat de deelnemende laboratoria toelaat de kwaliteit van de uitgevoerde bemonsteringen en analyses aan te tonen. Hierdoor kunnen eventuele afwijkingen opgespoord worden en kunnen er aldus corrigerende maatregelen getroffen worden. Afwijkingen kunnen ondermeer bestaan in het niet voldoen aan bepaalde prestatie-eisen uit de regelgeving, in het significant minder goed presteren dan de overige erkende laboratoria,

LNE/VITO ringtesten lucht LABS 2012

Van de erkende en kandidaat-erkende laboratoria wordt verwacht dat zij de staalnames en monsters van ringtesten met dezelfde methoden en voorzorgen behandelen als routinemonsters (bijv. geen gebruik van referentie-apparatuur, geen rapportering van een gemiddelde waarde indien niet gebruikelijk voor routinemonsters, geen strengere criteria voor vrijgave van resultaten van ringtesten, ...). Tijdens audits en/of via het opvragen van ruwe/verwerkte data kan dit steekproefsgewijs geverifieerd worden. Aan laboratoria die op vrijwillige basis deelnemen, worden geen ruwe/verwerkte data opgevraagd.

Verder kunnen de ringtestresultaten ook aangewend worden om algemene methodologische problemen bij de erkende laboratoria te signaleren. Desgevallend zal het referentielaboratorium de problematiek nader onderzoeken en, eventueel via de werkgroep met de erkende laboratoria, streven naar het optimaliseren van bestaande en/of ontwikkelen van nieuwe analysemethoden.

2.3 Contactpersoon VITO

Met betrekking tot de praktische uitvoering van de LNE/VITO ringtesten lucht (LABS 2012), of indien u vragen of problemen heeft hieromtrent, kan steeds contact opgenomen worden met:

VITO

Dienst Milieurisico en gezondheid – luchtkwaliteitsmetingen

Boeretang 200, B-2400 Mol

e-mail : bart.baeyens@vito.be

fax: 014 321183 (LAN)

tel: 014 335383 (Bart Baeyens)

014 335351 (Gert Otten)

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

2.4 Programma 2012

In 2012 gaan de ringtesten door op woensdag 25 april en donderdag 26 april.

In onderstaande tabel wordt een overzicht gegeven van de parameters die in 2012 zullen worden aangeboden. In de tabel wordt eveneens de link gelegd tussen de erkenningspakketten conform bijlage 1.3.2.2 van titel II van het VLAREM en de parameterpakketten waaraan door de erkende en kandidaat-erkende labo's dient deelgenomen te worden afhankelijk van de eigen scope van erkenning. Verder wordt ook de link gemaakt met de nieuwe pakketten van het VLAREL.

De kostenbijdrage in de kolom 'kostenbijdrage erkende laboratoria' in onderstaande tabel geldt voor laboratoria die voor de betreffende pakketten Lucht erkend zijn en wensen te blijven.

Laboratoria die een uitbreiding van hun huidige erkenning in de discipline lucht wensen, kunnen in 2012 gratis deelnemen aan de ringtest voor de betreffende pakketten, op voorwaarde dat ze nog niet eerder gratis deelgenomen hebben voor de betreffende pakketten en dat ze hun intentie tot het behalen van de erkenning voor de betreffende pakketten melden aan VITO vóór de einddatum (11/4/2012) van de inschrijvingsperiode van de ringtesten.

Ook laboratoria die nog niet erkend zijn in de discipline lucht en die hun intentie tot het behalen van de erkenning voor één of meerdere pakketten melden aan VITO vóór de einddatum (11/4/2012) van de inschrijvingsperiode van de ringtesten, kunnen voor de pakketten van de gewenste erkenning gratis deelnemen aan de ringtest.

Laboratoria die niet aan VITO gemeld hebben dat ze de erkenning voor de betreffende parameterpakketten wensen te behalen en dus vrijwillig deelnemen, bv. in het kader van interne kwaliteitszorg, dienen de volledige kosten te betalen, zoals weergegeven in de kolom 'kosten vrijwillige deelname'.

LNE/VITO ringtesten lucht LABS 2012

Pakket (nieuw, conform VLAREL)	Pakket (conform Vlarem II bijlage 1.3.2.2)	Parameters	Distributiedatum	Kostenbijdrage erkende laboratoria (EUR, excl. BTW)	Kosten vrijwillige deelname (EUR, excl. BTW)
L2	pakketten 2, 3, 5 ¹	LABS 2012-2: bepaling van de fysische parameters in emissies	25/04/2012 en 26/04/2012	510	1020
		LABS 2012-3: stofweging		360	720
		LABS 2012-4: continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren		510	1020
		LABS 2012-5: bemonstering en analyse van de anorganische parameters (O ₂ , CO, CO ₂ , SO ₂ , NO _x) in rookgassen		520	1040
L3	pakket 4	LABS 2012-2: bepaling van de fysische parameters in emissies	25/04/2012 en 26/04/2012	510	1020
		LABS 2012-3: stofweging		360	720
		LABS 2012-5: bemonstering en analyse van de anorganische parameters (O ₂ , CO, CO ₂ , SO ₂ , NO _x) in rookgassen		520	1040
L5.1	pakket 2	LABS 2012-6: bepaling van gasvormig HF	25/04/2012	550	1100

¹ Pakket 5 vereist geen deelname aan de ringtest LABS 2012-4.

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

Pakket (nieuw, conform VLAREL)	Pakket (conform Vlarem II bijlage 1.3.2.2)	Parameters	Distributiedatum	Kostenbijdrage erkende laboratoria (EUR, excl. BTW)	Kosten vrijwillige deelname (EUR, excl. BTW)
L6 ²	pakket 12	LABS 2012-1: identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies	25/04/2012	600	1200
L4	Pakketten10 b/16	LABS 2012-7: analyse vliegastaal voor zware metalen	25/04/2012 en 26/04/2012	550	1100
+ vaste kost per labo voor inschrijving LNE/VITO ringtesten lucht (LABS 2012) onafhankelijk van aantal parameterpakketten				200	400

² Het nieuwe pakket L6 is uitgebreid t.o.v. het vroegere pakket 12. L6 bevat ook de componentgroepen paraffinische KWS, ethers en alcoholen.

LNE/VITO ringtesten lucht LABS 2012

2.5 Verloop van de ringtest

LABS 2012-1

Tijdens de ringtest **identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies** (woensdag 25 april van 14u-14u30) wordt een afgas aangeboden met organische componenten op emissieniveau in een glazen distributieleiding die voorzien is van de nodige staalnamepunten. De verbinding met de leiding dient door de labo's zelf gerealiseerd te worden. Dit gebeurt d.m.v. een vrouwelijk stuk (Rotulex 19/9) met een bevestigingsklem (690-23) en een dichting (690-03).

Uit onderstaande lijst van componenten wordt er een selectie gemaakt van een aantal componenten die dienen geïdentificeerd en gekwantificeerd te worden. Het bestaande basispakket 12 (conform VLAREM II bijlage 1.3.2.2) wordt in het nieuwe erkenningenbesluit VLAREL vervangen door pakket L6. Dit nieuwe pakket werd uitgebreid en bevat naast de bestaande componentgroepen (aromatische KWS, alifatische halogeen-KWS, esters en ketonen) ook de componentgroepen paraffinische KWS, alcoholen en ethers. In de ringtesten kunnen ook componenten aangeboden worden uit deze twee laatste groepen.

In het aangeboden afgas komt geen vocht voor. Een component wordt beschouwd als zijnde aanwezig indien de concentratie groter is dan 0,1 maal de algemene emissiegrenswaarde (cfr. bijlage 4.4.2. van VLAREM titel II).

De bemonsteringsperiode is beperkt tot 30 minuten, waarbij ieder labo verplicht is om gedurende heel deze periode te bemonsteren. Er wordt nog een invulformulier gemaild waarbij dient aangegeven te worden op welk adsorbens er wordt bemonsterd en met welk solvent gedesorbeerd wordt. **Gelieve dit in te vullen en te mailen, samen met de bevestiging voor deze ringtest.** Bedoeling is uiteraard om dezelfde methodes te gebruiken dan tijdens veldmetingen; hierop zal verder toegezien worden tijdens audits. Voor **elke methode** mogen er **maximaal 2** stalen bemonsterd worden, dus voor drie methodes mogen er 6 stalen genomen worden, allen simultaan in die periode van 30 minuten.

De resultaten dienen ons uiterlijk op 11 mei te bereiken.

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

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

Componenten uit parameterpakket 12 aangevuld met de ethers (5.) en alcoholen (6.) uit het nieuwe erkenningepakket L6 volgens VLAREL

1. Aromatische koolwaterstoffen

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

2. Alifatische halogeenkoolwaterstoffen

Tetrachloorethyleen
1,1,2-trichloorethaan
1,1,1-trichloorethaan
Tetrachloormethaan
1,2-dibroomethaan
Trichloorethyleen
Trichloormethaan
1,2-dichloorethaan
Dichloormethaan
2-chloorpropaan
1,1-dichlooretheen

3. Esters

Methylacetaat
Vinylacetaat
Butylacetaat
(som van iso-butylacetaat,
n-butylacetaat en t-butylacetaat)
Ethylacetaat

Methylacrylaat
Ethylacrylaat

4. Ketonen

Cyclohexanon
2,6-dimethylheptaan-4-on
Methylcyclohexanon
Aceton
2-butanon
4-methyl-2-pentanon

5. Ethers

1,4-dioxaan
Tetrahydrofuraan
Di-n-buthylether
Di-ethylether
Di-isopropylether

6. Alcoholen

Alkylalcoholen (C2-C8)
Furfurylalcohol

LABS 2012-2

De ringtest voor de fysische parameters **temperatuur, druk, volume en watergehalte** zal doorgaan zowel op woensdag 25 als op donderdag 26 april 2012 van 8.00 tot 18.00 uur. **De ringtest volume zal vanaf woensdag 25 april 14u00 gestart worden.**

Van de laboratoria wordt verwacht dat zij de volgende metingen uitvoeren:

- Bepaling van een rookgastemperatuur, gelegen in de range van 50 tot 200°C. Voor deze bepaling wordt een periode van 10 minuten voorzien. Speciale voorzieningen inzake aansluiting van de meetapparatuur zijn niet van toepassing. De temperatuursensor mag op een pitotbuis gemonteerd zijn. Combinaties op stofsonde met in-stack filterhuis zijn niet mogelijk tenzij het filterhuis verwijderd wordt.
- Twee snelheidmetingen met gassnelheden in de orde van grootte van 4 m/s tot 20 m/s. Hierbij dient rekening gehouden te worden met een doorsnede van de meetopening van ± 4 cm. De duur van de meting wordt geschat op tweemaal 10 minuten. Labo's die over meerdere meetwagens beschikken moeten met evenveel pitotsondes deelnemen. Erkende en kandidaat-erkende labo's die zowel standaard- als s-pitotbuizen gebruiken, moeten van allebei een exemplaar meebrengen. Het totaal aantal pitot-buizen wordt beperkt tot 3.
- Bepaling van een volume in de orde van grootte van 100 l. Hiervoor moet door de deelnemers de mogelijkheid voorzien worden om de meetapparatuur te koppelen aan een slangenpilaar met een uitwendige diameter van 6 mm (bv. siliconendarm met een inwendige diameter van 6 mm). Voor deze proef wordt een totaalduur van 20 minuten per deelnemer voorzien.
- Eén waterbepaling waarbij een constant watergehalte gegenereerd wordt gelegen in een range van 5 tot 15%. De duur van de individuele bemonstering mag door het desbetreffende laboratorium zelf bepaald worden, maar dient conform de norm EN 14790 minimaal 30 min. te bedragen. De aansluiting van de meetapparatuur op de leiding gebeurt via een koppeling type GL18.

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

De ringtesten voor fysische parameters worden simultaan georganiseerd met de andere ringtesten. De verschillende metingen kunnen in principe door één persoon worden uitgevoerd en gaan door in het gebouw LAN.

We wijzen u erop dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden, waarna u nog tot 11 mei 2012 de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

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 Bart Baeyens (tel. 014/335383).

LABS 2012-3

Voor de ringtest **stofweging** wordt voorzien dat elk laboratorium wegingen uitvoert op één of twee sets van 5 filters (tweede set is specifiek voor lage stofgehaltes en is verplicht indien het labo erkend is voor pakket 3 en/of pakket 5). Labo's erkend volgens de pakketten L2 en/of L3 van VLAREL dienen wegingen voor beide sets uit te voeren. De weegprocedure zoals die beschreven wordt in de NBN EN 13284-1 moet gevolgd 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 de filters door het labo voorbehandeld en gewogen. De filters worden meegebracht op de dag van de ringtesten zelf en worden bezorgd aan Bart Baeyens (gebouw LAN). Mogen wij u hierbij vragen om de filters en de eventuele verpakking op een gepaste wijze te identificeren. Voor buitenlandse deelnemers wordt de filterbelading zo snel mogelijk voorzien op de dagen van de ringtesten zelf en op deze dagen terug bezorgd aan deze labo's.
- De 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 Bart Baeyens (tel. 014/335383).

LABS 2012-4

Tijdens de ringtest voor de continue meting van organische componenten in emissies met totaal koolwaterstofmonitoren (donderdag 26 april 10u00-12u00 in gebouw Prodem) bevindt het testgas zich in een glazen distributieleiding die voorzien is van de nodige staalnamepunten. De verbinding van de totaal koolwaterstofmonitor met de leiding dient door de labo's zelf gerealiseerd te worden. Dit gebeurt d.m.v. een vrouwelijk stuk (Rotulex 19/9) met een bevestigingsklem (690-23) en een dichting (690-03).

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

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

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

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

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

We wijzen u erop dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden, waarna u nog tot 11 mei 2012 de tijd krijgt om eventuele correcties aan te geven.

LABS 2012-5

Bij de ringtest voor de continue meting van anorganische rookgassen (donderdag 26 april van 13u30 tot 16u00 in gebouw Prodem) zullen er 9 stappen ter bemonstering worden aangeboden, al dan niet in aanwezigheid van vocht. De labo's dienen 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%

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

- 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

De voeding van ALLE meetwagens moet voldoen aan artikel 97 van het A.R.E.I.. Hou er rekening mee dat labo's die niet in regel zijn, niet mogen deelnemen aan de ringtest!

We wijzen u erop dat de resultaten van deze ringtest onmiddellijk na de test moeten afgegeven worden. De gemeten concentraties moeten ingevuld worden in de gevraagde eenheid. Hierna krijgt u nog tot 11 mei 2012 de tijd om eventuele correcties aan te geven.

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

LABS 2012-6

Bij de ringtest voor **gasvormig HF** (woensdag 25 april van 10u00-12u00 in gebouw LAN) worden in het totaal drie stalen als halfuur- of uurgemiddelde aangeboden. De concentraties van deze stalen bevinden zich in de range 1-50 mg/Nm³.

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

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

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

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

LABS 2012-7

Voor de ringtest analyse vliegastaal voor zware metalen dient elk deelnemend laboratorium een analyse uit te voeren op één vliegastaal. Het staal zal u bezorgd worden in het gebouw LAN op woensdag 25 of donderdag 26 april.

De mogelijk aanwezige metalen worden opgegeven in het invulformulier. Minstens de analyseresultaten van de metalen die deel uitmaken van de erkenningscope van het laboratorium worden via het formulier gerapporteerd. Een beschrijving van de gevolgde analysemethode en de gevolgde norm worden door het labo gevoegd bij het invulformulier.

De verschillende ringtesten worden aangeboden in verschillende gebouwen op VITO. Hieronder een overzicht:

Gebouw Prodem (PRD)	• Identificatie en kwantitatieve bepaling van organische componenten in emissies (LABS 2012-1) • Continue meting van vluchtige organische stoffen op emissieniveau met totaal koolwaterstofmonitoren (LABS 2012-4) • Bemonstering en analyse van de anorganische parameters in rookgassen (LABS 2012-5)
Gebouw Luchtanalyses (LAN)	• Verdeling vliegastaal voor zware metalen en verdeling filters stofweging (LABS 2012-7 en LABS 2012-3) • Bepaling van de fysische parameters in emissies (LABS 2012-2) • Bepaling van gasvormig HF (LABS 2012-6)

2.6 Analyse

De toe te passen methoden zijn opgenomen in het compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC, <http://www.emis.vito.be/node/269>). De ministriële goedkeuring van de ontwerpmethoden en publicatie in het Belgisch Staatsblad wordt verwacht in de loop van 2012. Alhoewel de inwerkingtreding na de ringtestdata plaatsvindt, wordt er gevraagd om in de ringtest LABS 2012 deze methoden toe te passen.

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

2.7 Rapportering

Zoals vorige jaren wordt gevraagd om voor de ringtesten LABS 2012-2, LABS 2012-4 en LABS 2012-5 de resultaten op de dag van de ringtest af te geven. Hiervoor zullen in de gebouwen LAN en Prodem de nodige “post”bussen voorzien worden waar u de resultaten kan deponeren.

Er wordt gevraagd deze resultaten, **ook indien er geen wijzigingen zijn**, elektronisch door te sturen, samen met de resultaten van de overige ringtesten (ringtesten LABS 2012-1, LABS 2012-3, LABS 2012-6 en LABS 2012-7) en dit op het e-mailadres bart.baeyens@vito.be. **De resultaten dienen ten laatste vrijdag 11 mei 2012 doorgestuurd te worden.** Per laboratorium wordt slechts één set resultaten aanvaard, namelijk de set van het laatst doorgestuurde elektronisch invulformulier.

Dit elektronisch invulformulier, dat moet gebruikt worden om de resultaten in te geven en aan VITO te bezorgen, wordt u nog via e-mail toegestuurd. De te gebruiken eenheden staan op het formulier vermeld. Deze kunnen om praktische redenen afwijken van de geldende regelgeving, hoewel dit zoveel mogelijk zal worden vermeden. Er wordt gevraagd om alle resultaten af te ronden naar drie beduidende cijfers. Resultaten met meer beduidende cijfers worden door VITO afgerond, voorafgaand aan de verwerking.

Overzicht rapporteertermijnen ringtest 2012:

Distributiedatum	Parameter	Uiterste datum voor rapportering
25 en 26/04/2012	LABS2012-2 LABS2012-4 LABS2012-5	Dag van deelname + elektronische bevestiging tot 11/05/2012
	LABS2012-1 LABS2012-3 LABS2012-6 LABS2012-7	Elektronische rapportering tot 11/05/2012

Na elke ringtest kan VITO een aantal parameters selecteren voor een steekproefsgewijs nazicht van de ruwe data en deze gegevens opvragen. Dit geldt niet voor vrijwillige deelnemers. Indien hieruit blijkt dat een resultaat niet volledig traceerbaar is, of niet bekomen overeenkomstig de instructies en conform de referentiemethode, leidt dit tot een slechte beoordeling.

2.8 Verwerking en beoordeling van de ringtestresultaten

De verwerking en rapportering van de resultaten van de deelnemende laboratoria zal op anonieme basis gebeuren. De resultaten van de ringtesten zullen aan de afdeling Milieuvergunningen worden overgemaakt samen met een tabel waarin de anoniem toegekende nummers en de namen van de erkende en de kandidaat-erkende laboratoria zijn opgelijst. De namen van labo's die op vrijwillige basis deelnemen, zullen niet aan de bevoegde overheid worden overgemaakt.

De verwerking en beoordeling van de resultaten, uitgevoerd binnen het kader beschreven in bijlage 1, zal gebeuren met behulp van z-scores volgens een robuuste statistische methode (ISO 13528).

De z-score wordt als volgt gedefinieerd:

$$z = (x - \mu) / \sigma$$

met:

x als de gerapporteerde meetwaarde voor de parameter

μ als de referentiewaarde voor de parameter

σ als toegewezen spreiding voor de parameter

μ is de aanmaakwaarde zoals door het referentielaboratorium bepaald behalve voor de ringtest LABS2012-7 waar de gemiddelde waarde van de dataset genomen wordt.

σ is een vaste dimensieloze waarde, toegewezen als de helft van de toegestane afwijking - welke rekening houdt met de prestatie-eisen in de regelgeving en in overleg met de afdeling Milieuvergunningen werd vastgelegd- behalve voor LABS2012-5 waar voor de parameters SO₂ en NO_x bij concentraties beneden 50 mg/Nm³ de standaardafwijking van de dataset genomen wordt.

De toegestane afwijkingen bedragen:

- voor stof:
 - 15% voor het lage gehalte
 - 10 % voor het hoge gehalte
- voor T: 2°C (absolute afwijking ipv %-afwijking)
- voor de volumebepaling: 8 %
- voor het waterdampgehalte: 15%
- voor snelheid: 12,5%-0,53*v
- voor VOC: 20 %
- voor anorganische rookgassen (componenten CO,NO_x,SO₂, CO₂):15%
- voor zuurstof: 0,3 vol% absoluut
- voor TOC met FID: 15% voor stappen 1,2,3 en 13
- voor HF: 20 %

LNE ringtesten lucht (LABS 2012)

- voor zware metalen: 20%, met uitzondering voor Tl, Se, Be, Sn en As waarvoor de toegestane afwijking 30% bedraagt.

Bij de verwerking en beoordeling van de resultaten zullen voor de gemeten parameters volgende principes worden toegepast, tenzij anders afgesproken:

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

Voor de beoordeling per parameterpakket wordt naar bijlage 1 verwezen.

2.9 Rapportering van de beoordeling naar de laboratoria

Uiterlijk 6 weken na de uiterste datum voor rapportering zal elk deelnemend laboratorium via e-mail een individueel rapport ontvangen van de voorlopige rapportering met een overzicht van de eigen meetwaarden en de resultaten van de verwerking. De definitieve rapportering vindt plaats in de tweede jaarhelft.

3. INSCHRIJVINGSMODALITEITEN

In maart 2012 zullen de erkende, kandidaat-erkende en overige potentieel geïnteresseerde laboratoria via e-mail de uitnodiging ontvangen om zich via een webapplicatie te registreren als deelnemer aan de ringtesten lucht (LABS 2012). Hierin zullen ook richtlijnen i.v.m. de verdere administratieve afhandeling van de inschrijving (facturatie, ...) opgenomen worden.

Bijlage 3: Criteria voor de beoordeling van ringtesten

1° Algemene bepalingen met betrekking tot de beoordeling van ringtesten:

- a) de toe te passen methoden en de termijnen voor het uitvoeren van de analyses worden uiterlijk op de dag van de verdeling van de ringtestmonsters aan de deelnemende laboratoria meegedeeld. De toe te passen methoden zijn de methoden zoals vermeld in artikel 45 van het VLAREL. Het al dan niet toepassen van deze methoden of het al dan niet respecteren van de termijnen voor analyse maken deel uit van de beoordeling van het door het laboratorium gerapporteerde resultaat per parameter zoals bedoeld in 3° en 5°;
- b) de termijnen en wijze voor rapportering van de analysewaarden worden uiterlijk op de dag van de verdeling van de ringtestmonsters aan de deelnemende laboratoria meegedeeld. Het al dan niet respecteren van de termijnen en wijze voor rapportering maakt deel uit van de beoordeling van het door het laboratorium gerapporteerde resultaat per parameter zoals bedoeld in 3° en 5°;
- c) een gedeelte of alle ruwe meetdata betreffende het door het laboratorium gerapporteerde resultaat kan bij of na de rapportering opgevraagd worden. Het al dan niet rapporteren van deze ruwe meetdata en het al dan niet traceerbaar zijn van het door het laboratorium gerapporteerde resultaat vertrekkende van de ruwe meetdata maken deel uit van de beoordeling van de door het laboratorium gerapporteerde resultaat per parameter zoals bedoeld in 3° en 5°;
- d) de deelnemende laboratoria worden uiterlijk op de dag van de verdeling van de ringtestmonsters schriftelijk op de hoogte gebracht van de manier waarop de ringtestresultaten verwerkt en beoordeeld worden.

Wanneer aan de deelnemende laboratoria gevraagd wordt om voor een ringtest bijkomende parameters, niet behorende tot een pakket zoals vermeld in bijlage 3, te analyseren dan wordt met het gerapporteerde resultaat van deze bijkomende parameters geen rekening gehouden bij de beoordeling van de ringtestresultaten per pakket zoals bedoeld in 6°, 7° en 8°.

2° Verwerking per parameter van het gerapporteerde resultaat, voor parameters waarvoor getalwaarden gerapporteerd worden:

- a) voor elke parameter waarvoor getalwaarden gerapporteerd worden, wordt een dataset samengesteld op basis van de door de deelnemende laboratoria gerapporteerde resultaten. Voor chemische parameters gebeurt de verwerking rechtstreeks op de door de laboratoria gerapporteerde resultaten, voor microbiologische parameters gebeurt de verwerking op de door de laboratoria gerapporteerde resultaten na logaritmische (basis 10) transformatie. Een door een deelnemend laboratorium gerapporteerd resultaat wordt niet behouden in de dataset in de volgende gevallen:
 - 1) de onder 1°, a), vermelde methode werd niet toegepast;
 - 2) de onder 1°, a), vermelde termijn voor het uitvoeren van de analyse werd niet gerespecteerd;

- 3) de onder 1°, b), vermelde termijn of wijze voor rapportering werd niet gerespecteerd;
- 4) de onder 1°, c), vermelde ruwe meetdata werden niet gerapporteerd;
- 5) het gerapporteerde resultaat kan niet aangetoond worden vertrekkende van de gerapporteerde ruwe meetdata;
- b) van de onder a) vermelde dataset worden voor elke parameter de statistische kengetallen, zijnde het gemiddelde en de spreiding, berekend via een robuuste statistische methode zoals bedoeld in ISO/IEC 17043;
- c) wanneer voor een bepaalde parameter uit de statistische verwerking van de dataset blijkt dat deze op basis van de eisen opgenomen in ISO/IEC 17043 of ISO 13528 niet kan behouden worden, dan wordt deze parameter niet opgenomen in de beoordeling zoals vermeld onder 3° en 5° tenzij de beoordeling uitgevoerd wordt rekening houdend met een bijkomende onzekerheid;
- d) aan elke parameter wordt een waarde en een spreiding toegewezen. De toegewezen waarde van een parameter is het robuuste gemiddelde van de dataset zoals bedoeld in b) of een gekende waarde op basis van het aanmaakproces. De toegewezen spreiding van een parameter is de robuuste spreiding van de dataset zoals bedoeld in b) of een vaste waarde op basis van een beoogde of toegestane afwijking, die goedgekeurd is door het referentielaboratorium van het Vlaamse Gewest. In het laatste geval kan de beoordeling gebeuren ten opzichte van deze vaste toegestane afwijking in plaats van op basis van z-scores;
- e) op basis van het door het deelnemende laboratorium gerapporteerde resultaat voor een parameter, de toegewezen waarde van de parameter en de toegewezen spreiding van de parameter, wordt voor elk deelnemend laboratorium per parameter een z-score berekend als $z = (x - \mu) / \sigma$ met x het gerapporteerde resultaat, μ de toegewezen waarde van de parameter en σ de toegewezen spreiding van de parameter.

3° Beoordeling per parameter van het gerapporteerde resultaat, voor parameters waarvoor getalwaarden gerapporteerd worden:

- a) het door het laboratorium gerapporteerde resultaat wordt beoordeeld als “goed” wanneer de absolute waarde van de z-score berekend zoals vermeld onder 2°, e), kleiner is dan of gelijk aan twee, of, in het geval de toegestane afwijking een vaste waarde is zoals vermeld in 2°, d), wanneer de afwijking tussen het gerapporteerde resultaat en de toegewezen waarde van de parameter kleiner dan of gelijk is aan deze vaste afwijking;
- b) het door het laboratorium gerapporteerde resultaat wordt beoordeeld als “twijfelachtig” wanneer de absolute waarde van de z-score berekend zoals vermeld onder 2°, e), groter is dan twee maar kleiner dan of gelijk aan drie;
- c) in de volgende gevallen wordt het door het laboratorium gerapporteerde resultaat beoordeeld als “slecht”:
 - 1) er werd geen resultaat gerapporteerd;
 - 2) de absolute waarde van de z-score berekend zoals vermeld onder 2°, e), is groter dan drie;
 - 3) het gerapporteerde resultaat werd niet bekomen door het toepassen van de onder 1°, a), vermelde methode;

- 4) de onder 1°, a), vermelde termijn voor het uitvoeren van de analyse werd niet gerespecteerd;
- 5) de onder 1°, b), vermelde termijn of wijze voor rapportering werd niet gerespecteerd;
- 6) de onder 1°, c), vermelde ruwe meetdata werden niet gerapporteerd;
- 7) het gerapporteerde resultaat kan niet worden aangetoond, vertrekkende van de gerapporteerde ruwe meetdata;
- 8) er werd een rapportagegrens gehanteerd die niet voldoet aan deze opgenomen in de desbetreffende wetgeving, van toepassing in het Vlaamse Gewest;
- 9) er werd een bovenwaarde gerapporteerd (> getalwaarde) daar waar dit niet toegelaten is door de volgens 1°, b), toe te passen methode;
- 10) er werd een vals positief resultaat gerapporteerd;
- 11) er werd een vals negatief resultaat gerapporteerd;
- 12) er werd geen melding gemaakt van de uitbesteding wanneer dit toegelaten is;
- 13) in het geval de toegestane afwijking een vaste waarde is: de afwijking tussen het gerapporteerde resultaat en de toegewezen waarde van de parameter, vermeld in 2°, d), is groter dan de toegestane afwijking;
- 14) indien de robuuste spreiding van de dataset gebruikt wordt bij de beoordeling en deze spreiding is kleiner dan een door het referentielaboratorium van het Vlaamse Gewest vastgelegd percentage, kunnen afwijkingen zowel in positieve als negatieve zin tot en met tweemaal dit percentage toch als “goed” beoordeeld worden; afwijkingen van meer dan tweemaal maar niet meer dan driemaal dit percentage kunnen dan als “twijfelachtig” in plaats van “slecht” beoordeeld worden.

4° Voor de verwerking per parameter van het gerapporteerde resultaat voor parameters waarvoor geen getalwaarden gerapporteerd worden, wordt het door het laboratorium gerapporteerde resultaat vergeleken met het referentieresultaat, vastgelegd bij het aanmaken van de monsters.

5° Beoordeling per parameter van het gerapporteerde resultaat, voor parameters waarvoor geen getalwaarden gerapporteerd worden:

- a) het door het laboratorium gerapporteerde resultaat wordt beoordeeld als “goed” wanneer het door het laboratorium gerapporteerde resultaat overeenkomt met het referentieresultaat;
- b) in de volgende gevallen wordt het door het laboratorium gerapporteerde resultaat beoordeeld als “slecht”:
 - 1) het door het laboratorium gerapporteerde resultaat komt niet overeen met het referentieresultaat;
 - 2) het door het laboratorium gerapporteerde resultaat werd niet bekomen door het toepassen van de onder 1°, a), vermelde methode;
 - 3) de onder 1°, a), vermelde termijn voor het uitvoeren van de analyse werd niet gerespecteerd;
 - 4) de onder 1°, b), vermelde termijn of wijze voor rapportering werd niet gerespecteerd;
 - 5) de onder 1°, c), vermelde ruwe meetdata werden niet gerapporteerd;

- 6) het gerapporteerde resultaat kan niet worden aangetoond, vertrekkende van de gerapporteerde ruwe meetdata;
- 7) een serologische identificatie bij microbiologische testen werd gevraagd, maar werd niet of foutief gerapporteerd. Per parameter en per verdeling leidt het niet of foutief rapporteren van een serologische identificatie tot niet meer dan één slechte beoordeling, onafgezien van het aantal monsters;
- 8) er werd geen melding gemaakt van de uitbesteding wanneer dit toegelaten is.

6° Beoordeling van de ringtestresultaten per pakket, uitgezonderd microbiologie en het pakket, vermeld in bijlage 3, 3° van het VLAREL:

a) het totaal aantal te beoordelen parameters voor een pakket wordt berekend als het totaal aantal parameters waarvoor een resultaat (meetwaarde of "<"-waarde) gerapporteerd moest worden, desgevallend verminderd met:

- 1) het aantal bijkomende parameters zoals bedoeld onder 1°, d), tweede lid;
- 2) de niet behouden parameters zoals bedoeld onder 2°, c).

Wanneer uitbestedingen worden toegelaten binnen een pakket wordt voor elke deelnemer afzonderlijk dit aantal nog verminderd met het aantal uitbestede parameters op voorwaarde dat deze uitbesteding bij de rapportering van de resultaten als dusdanig opgegeven werd;

- b) om een gunstige beoordeling voor een pakket, vermeld in bijlage 3 van het VLAREL, met vijf of minder parameters te krijgen, mag voor geen enkele parameter behorende tot het pakket een beoordeling "twijfelachtig" of "slecht" gescoord worden;
- c) om een gunstige beoordeling voor een pakket, vermeld in bijlage 3 van het VLAREL, met meer dan vijf parameters te krijgen, wordt het aantal parameters waarvoor een beoordeling "twijfelachtig" of "slecht" mag bekomen worden, als volgt bepaald:
 - 1) het aantal parameters waarvoor een beoordeling "twijfelachtig" of "slecht" mag bekomen worden, is kleiner dan of gelijk aan een tiende, afgerond naar het dichtstbijzijnde gehele getal, van het totaal aantal te beoordelen parameters berekend volgens a);
 - 2) het aantal parameters waarvoor een beoordeling "slecht" mag bekomen worden, is kleiner dan of gelijk aan een twintigste, afgerond naar het dichtstbijzijnde gehele getal, van het totaal aantal te beoordelen parameters berekend volgens a);
 - 3) voor pakketten met tien of minder parameters mag voor geen enkele parameter een beoordeling "slecht" bekomen worden.

7° Beoordeling van ringtestresultaten per pakket met betrekking tot microbiologie:

- a) per parameter worden meerdere stalen aangeboden. Een laboratorium is geslaagd voor een parameter als voor niet meer dan een derde van de aangeboden stalen een beoordeling "twijfelachtig" of "slecht" gescoord wordt en voor niet meer dan een zesde van de aangeboden stalen een beoordeling "slecht" behaald wordt;
- b) een laboratorium is geslaagd voor een pakket als het geslaagd is voor alle parameters die deel uitmaken van het pakket.

8° Beoordeling van ringtestresultaten per pakket met betrekking tot het pakket, vermeld in bijlage 3, 3° van het VLAREL:

- a) wanneer voor eenzelfde parameter meerdere stalen worden aangeboden, worden de resultaten van de verschillende stalen beoordeeld als volgt:
- 1) de parameter krijgt de beoordeling “goed” indien van alle stalen voor deze parameter niet meer dan 10% van de stalen, afgerond naar het dichtstbijzijnde gehele getal, de beoordeling “slecht” of “twijfelachtig” kreeg en niet meer dan 5% van de stalen, afgerond naar het dichtstbijzijnde gehele getal, een beoordeling “slecht” kreeg;
 - 2) de parameter krijgt de beoordeling “twijfelachtig” indien van alle stalen voor deze parameter niet meer dan 20% van de stalen, afgerond naar het dichtstbijzijnde gehele getal, de beoordeling “slecht” of “twijfelachtig” kreeg en niet meer dan 10% van de stalen, afgerond op het dichtstbijzijnde gehele getal, een beoordeling “slecht” kreeg;
 - 3) de parameter krijgt de beoordeling “slecht” indien van alle stalen voor deze parameter meer dan 20% van de stalen, afgerond op het dichtstbijzijnde gehele getal, de beoordeling “slecht” of “twijfelachtig” kreeg of meer dan 10% van de stalen, afgerond op het dichtstbijzijnde gehele getal, een beoordeling “slecht” kreeg.
- b) om een gunstige beoordeling voor een pakket, vermeld in bijlage 3, 3° van het VLAREL, te krijgen, moet voldaan worden aan de volgende voorwaarden:
- 1) voor geen enkele parameter, vermeld in bijlage 3, 3°, a) en b) mag een beoordeling “twijfelachtig” of “slecht” bekomen worden;
 - 2) wat de parameter, vermeld in bijlage 3, 3°, c), betreft: voor hetzij de handmatige bepaling, hetzij de granulometrische bepaling, hetzij beiden moet een beoordeling “goed” bekomen worden.

Bijlage 3: Lijst van de deelnemende erkende en kandidaat erkende labo's

BASF Antwerpen N.V. Milieu- en Spectroscopieteam B450
Scheldelaan 600
Haven 725
2040 Antwerpen

Bayer Antwerpen N.V.
Centraal laboratorium
Scheldelaan 420
2040 Antwerpen

Eurofins – Becewa
Venecoweg 5
9810 Nazareth

Eurofins GfA GmbH
Otto-Hahn-Straße 22
48131 Münster

Ineos ChlorVinyls Belgium (ICVB-LABS)
Heilig Hartlaan 21
3980 Tessenderlo

Intertek Polychemlab
Postbus 606
6160 AP Geleen

Laborelec Gdf Suez
Rodestraat 125
1630 Linkebeek

LOVAP NV
Klaus Michael Kuehnelaan 11
2440 Geel

Milieubureau Joveco
Kriesberg 29b
3221 Holsbeek

SERVACO NV
Tramstraat 2
8560 Wevelgem

SGS Belgium NV
Keetberglaan 4
Haven 1091
9120 Melsele

Tauw België nv
Remylaan 4C box 3
3018 Wijnmaal

VITO - LKM
Boeretang 200
2400 Mol