

20/01/2014

Overzicht aanpassingen aan het LUC

W. Swaans, M. Spruyt, G. Otten, G. Lenaers

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

- » Ministerieel goedgekeurde versie van 28/06/2013
- » In werking sinds 1/07/2013
- » Publicatie in het Belgisch Staatsblad op 17/07/2013
- » Verplichte toepassing van de LUC-methoden door de erkende laboratoria in de discipline lucht
- » In 2014: definitieve LUC-methoden in het najaar naar LNE (alle aangepaste methoden worden tijdig als ontwerpmethodode op EMIS geplaatst):
<http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-lucht> (LUC: “ontwerpmethoden”)
 - Ministeriële goedkeuring vóór de ringtesten lucht van 2015;
 - Vanaf 2015 steeds toepassing van de nieuwe methode voor de ringtesten;

LUC revisie 2013

» LUC revisie 2013

- 5 nieuwe methoden LUC (vroeger als ontwerpmethodode op de EMIS website) - grondig gereviseerd
- 4 volledig nieuwe methoden
- Gereviseerde methoden (LUC updates t.o.v. Ministerieel goedgekeurde versie van april 2012)

» Voorziene aanpassingen LUC 2014-...

LUC revisie 2013

- » Reeds eerder als ontwerpmethode op EMIS-website (niet bindend) en gereviseerd
 - Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal
 - Bepaling van het gehalte NH_3 in een gaskanaal
 - Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal
 - Bepaling van de massaconcentraties PM10 en PM2.5 in een geleide gasstroom met behulp van tweetraps impactoren
 - Meting van rookgastemperatuur

LUC revisie 2013

» Volledig nieuwe methoden

- Natchemische bepaling van SO_x in een gaskanaal
- NH₃ rendementsbepaling van luchtwassers bij stalsystemen
- De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde dimethylformamide met GC-MS
- Bepaling van het gehalte aan PCDD's/PCDF's en dioxine-achtige PCB's: verwijzing naar NBN EN 1948-1/2/3 (2006) en 1948-4 (2010)

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) - 2013

DEEL 0. ALGEMEEN

Meting van rookgastemperatuur	LUC/0/002	mei 2013
Bepaling van water in een gasstroom	LUC/0/003	mei 2013
Meting van gassnelheid en volumedebiet in een gaskanaal	LUC/0/004	maart 2012
Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen	LUC/0/005	mei 2013

DEEL I. STOFVORMIGE COMPONENTEN MET ISOKINETISCHE BEMONSTERING

Bepaling van het stofgehalte in een gaskanaal	LUC/I/001	april 2013
Bepaling van de stofvormige fractie van metalen in een gaskanaal	LUC/I/002	maart 2012
Bepaling van de massaconcentraties PM ₁₀ en PM _{2,5} in een geleide gasstroom met behulp van tweetrapsimpactoren	LUC/I/003	april 2013

DEEL II. GASVORMIGE ROOKGASCOMPONENTEN MET MEETTOESTELLEN GEMETEN

Bemonstering voor rookgassen en analyse van CO, CO ₂ , SO ₂ , NO _x , O ₂ en TOC met monitoren	LUC/II/001	mei 2013
---	------------	----------

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) - 2013

DEEL III. GASVORMIGE COMPONENTEN OF TOTAAL (GAS + STOF), (NAT)CHEMISCHE BEMONSTERING

Bepaling van het gehalte gasvormig HCl in een gaskanaal	LUC/III/001	mei 2013
Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal	LUC/III/002	mei 2013
Bepaling van het gehalte NH ₃ in een gaskanaal	LUC/III/003	mei 2013
Bepaling van het gehalte gasvormig formaldehyde in een gaskanaal	LUC/III/004	april 2013
Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal	LUC/III/005	april 2013
Bepaling van het gehalte gasvormig HF in een gaskanaal	LUC/III/006	mei 2013
Natchemische bepaling van SO _x in een gaskanaal	LUC/III/008	april 2013
Bepaling van het gehalte gasvormig HCN in een gaskanaal	LUC/III/009	maart 2012
Bepaling van het totale gehalte (som van de stofvormige- en gasvormige fractie) aan metalen in een gaskanaal	LUC/III/010	maart 2012

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) - 2013

DEEL IV. VLUCHTIGE ORGANISCHE STOFFEN

A. Monstername

Bemonstering van individuele vluchtige organische stoffen in een gasstroom	LUC/IV/000	mei 2013
--	------------	----------

B. Analyse

De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde aromatische koolwaterstoffen met GC-MS	LUC/IV/001	maart 2012
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde alifatische halogeenkoolwaterstoffen met GC-MS	LUC/IV/002	maart 2012
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde glycolethers met GC-MS	LUC/IV/003	maart 2012
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde esters en acrylaten met GC-MS	LUC/IV/004	maart 2012
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde olefinische koolwaterstoffen met GC-MS	LUC/IV/005	maart 2012
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde paraffinische koolwaterstoffen met GC-MS	LUC/IV/006	maart 2012

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) - 2013

DEEL IV. VLUCHTIGE ORGANISCHE STOFFEN

B. Analyse

De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde ketonen met GC-MS	LUC/IV/007	mei 2013
De kwantitatieve bepaling van op actieve kool geadsorbeerde ethers met GC-MS	LUC/IV/008	maart 2012
De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde alcoholen met GC-MS	LUC/IV/009	mei 2013
De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde dimethylformamide met GC-MS	LUC/IV/010	mei 2013

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) - 2013

DEEL V. ZEER VLUCHTIGE ORGANISCHE STOFFEN DIE IN GASVORM BEMONSTERD WORDEN

Bepaling van zeer vluchtige organische stoffen (ZVOS) in emissies met behulp van gaschromatografie	LUC/V/001	maart 2012
--	-----------	------------

DEEL VI. ZWARE COMPONENTEN MET MEERFASENBEMONSTERING (DIOXINES, PAK'S, PCB'S)

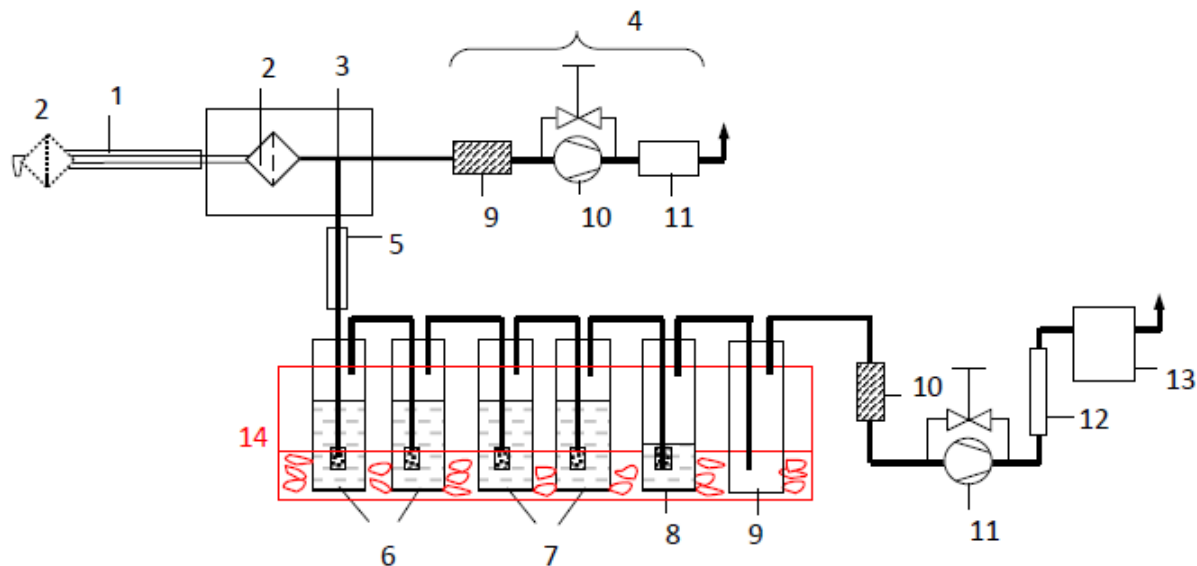
Bepaling van het gehalte aan PAK's	LUC/VI/001	april 2013
Bepaling van het gehalte aan PCDD's, PCDF's en dioxineachtige PCB's	LUC/VI/002	april 2013

DEEL VII. DIFFUSE EMISSIES, EMISSIEFACTOREN, RENDEMENTSBEPAALING EN DERGELIJKE

NH ₃ rendementsbepaling van luchtwassers bij stalsystemen	LUC/VII/001	mei 2013
--	-------------	----------

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

- » **Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)**
 - Afgeleid van EPA methode 26 (simultane bemonstering waterstofhaliden & halogenen)
 - 2 wasflessen met 0,1 N H_2SO_4 (waterstofhaliden zoals HCl) + 2 wasflessen met 0,1 N NaOH (voor halogenen zoals chloor)
 - HCl: standaard EN 1911, maar indien simultaan HCl/ Cl_2 gemeten moet worden => LUC/III/002



1. nozzle en verwarmde bemonsteringssonde
2. verwarmde filter (kwarts of borosilicaatglas) buiten of in de schouw
3. verwarmd T-stuk
4. hoofdstroom
5. verwarmde leiding
6. wasflessen gevuld met ± 50 à 100 ml $0,1$ N H_2SO_4 (HCl-bepaling in de gasstroom)
7. wasflessen gevuld met ± 50 a 100 ml $0,1$ N NaOH (Cl_2 -bepaling in de gasstroom)
8. wasfles gevuld met een chloorreagens (KI/zetmeel of DPD zie verder) als Cl_2 -doorbraaktest (optioneel)
9. veiligheidsfles (optioneel)
10. droger (optioneel)
11. pomp
12. debietsmeter
13. gasmeter
14. ijswaterbad

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)

Rastermeting (punten & meetduur conform EN 13284-1 dus min 30 min) of 1 punts-bemonstering ?

1-puntsmeting in elk punt is toegelaten:

- indien de homogeniteit van de meetsectie werd aangetoond ($D \geq 0,35\text{m}$) volgens EN 15259 of
- indien er geen vermoeden van niet-homogeniteit is

Of meting in een representatief punt volgens EN 15259

Steeds rastermeting bij aanwezigheid druppels

Isokinetisch/niet-isokinetische monsterneming

Altijd isokinetisch in verzadigde gassen/bij aanwezigheid druppels

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)

Temperatuur sonde en filterhouder	Minstens 20°C boven het dauwpunt, bij voorkeur minstens 150°C ! Meting en registratie van de gastemperatuur in de filterhouder bij de heersende omstandigheden + vermelding in rapport
Afwezigheid druppels	Filter in de schouw toegelaten indien afgastemperatuur minstens 20°C hoger dan dauwpunt

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)

Analysemethode

Ionchromatografie

! Kalibratiestandaarden bij de analyse moeten steeds aangemaakt worden in eenzelfde medium als waarin de stalen gemeten worden, indien geweten is dat het medium invloed heeft

Alternatief: verdunnen/neutraliseren
absorptie-oplossing –wel valideren !

Hoge CO₂-concentraties: NaOH + CO₂
→ Gevormde NaHCO₃ kan interfereren bij analyse
→ verdunning met equivalente hoeveelheid NaOH: vorming Na₂CO₃

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)

Bijzonderheden

Bijkomende wasfles met reagens voor test chloor-doorbraak (bij hoge CO₂-conc/hoge zuurbelasting)
Resultaat enkel van betekenis indien geen verkleuring

- KI/zetmeel oplossing
- DPD= N, N-diethyl-1,4-phenyleendiamine

Aandachtspunten

- Lektest
- Aantonen absorptie-efficiëntie
- Veldblanco
- Koude punten tussen filterhuis en WF steeds vermijden (of spoelen); spoelen van onverwarmde delen kan nooit bij gesplitste gasstromen

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)

Validatie door VITO

- Bepalingsgrens
- Juistheid/precisie: bij $\cong 0,5 - 5$ en $15 \text{ mg Cl}_2/\text{Nm}^3$, debiet $\cong 5 \text{ l/min}$
- Interferentie van CO_2 (2 en 8%)
- Meetonzekerheid

Indien $\text{EGW}=2 \text{ mg}/\text{Nm}^3$: i.f.v. bepalingsgrens analysemethode en aanzuigdebiet nagaan of eventueel langer bemonsterd moet worden

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)

Alternatieve methoden

Zelfde methode, maar vervanging 0,1 N NaOH door arseniet (As_2O_3) in NaOH voor Cl_2
Onmiddellijke omzetting chloor naar chloride (zonder toevoeging natriumthiosulfaat)

Zelfde methode, maar vervanging 0,1 N NaOH door 30 ppm H_2O_2 in 0,1 N NaOH voor Cl_2
Onmiddellijke omzetting chloor naar chloride (zonder toevoeging natriumthiosulfaat)

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)

Alternatieve methoden

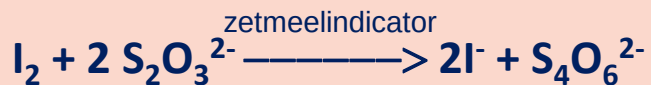
Methyloranje methode: VDI 3488 Blatt 1

- Zwavelzuur/MO reagens dat verkleurt bij absorptie door Cl_2
- Spectrofotometrische analyse
- Bereik 0,06-5 mg Cl_2/m^3
- Interferentie van hoge NO_2 -concentraties en dus ongeschikt voor verbrandingsgassen

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van lage gehalten gasvormig chloor in een gaskanaal (LUC/III/002)

Alternatieve methoden

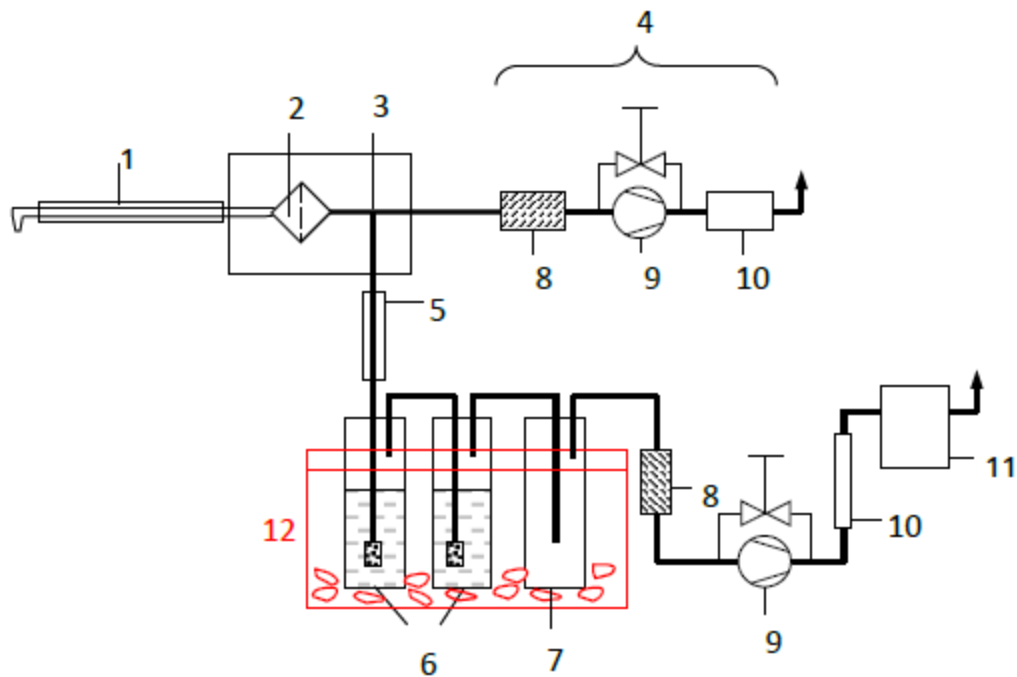


Bromide-Jodide methode: VDI 3488 Blatt 2

- 1 WF met 100 ml zure KBr-oplossing + 2 ijsgekoelde WF met 90 ml chloroform/10 ml verzadigd amidozwavelzuur
- Vrijzetting van broom uit een zure KBr-oplossing door chloor
- Jodometrische bepaling van het gevormde broom
- Na monsterneming + 5 ml 5% KI-oplossing, titratie gevormde I_2 met $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Bereik 0,7-250 mg Cl_2/m^3

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

- » **Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal**
 - Gebaseerd op Method 120 uit “Methods of Air sampling and Analysis”
 - Absorptievloeistof: 2 wasflessen met water (Opm: method 120 schrijft 0,1 N NaOH voor), zodat combinatie met de bemonstering van formaldehyde mogelijk is



- 1 verwarmde sonde
- 2 verwarmde deeltjesfilter
- 3 verwarmd T-stuk
- 4 hoofdstroom
- 5 verwarmde leiding
- 6 wasflessen gevuld met water

- 7 veiligheidswasfles (optioneel)
- 8 droger
- 9 pomp
- 10 debietmeter
- 11 gasmeter
- 12 ijsbad

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal (LUC/III/005)

Rastermeting (punten & meetduur conform EN 13284-1 dus min 30 min) of 1 punts-bemonstering ?

1-puntsmeting in elk punt is toegelaten:

- indien de homogeniteit van de meetsectie werd aangetoond ($D \geq 0,35\text{m}$) volgens EN 15259 of
- indien er geen vermoeden van niet-homogeniteit is

Of meting in een representatief punt volgens EN 15259

Steeds rastermeting bij aanwezigheid druppels

Isokinetisch/niet-isokinetische monsterneming

Altijd isokinetisch in verzadigde gassen/bij aanwezigheid druppels

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal (LUC/III/005)

Temperatuur sonde en filterhouder	120°C bij aanwezigheid druppels in aanwezigheid van stof ! Meting en registratie van de gastemperatuur in de filterhouder bij de heersende omstandigheden + vermelding in rapport
Stofvrije gassen	Gebruik van een niet-verwarmde sonde zonder filter toegelaten Indien de sonde na de monsterneming gespoeld wordt (enkel bij opstelling zonder zijstroom !)

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal (LUC/III/005)

Analysemethode

WAC/IV/A/001 (=selectieve methode):
Extractie, derivatisering, zuivering en
analyse van fenolen in water

Toevoegen IS aan stalen

Extractie: met dichloormethaan in zuur
midden + terug-extractie in waterig milieu
met base: bij sterk verontreinigende stalen

Derivatisering: de basisch gemaakte
waterstalen of de waterige basische
extracten van verontreinigende waterstalen
worden gederivatiseerd met
azijnzuuranhydride, na toevoeging van
 K_2CO_3 als katalysator. Daarna extractie van
de gevormde fenylacetaatesters met
hexaan.

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal (LUC/III/005)

Analysemethode

WAC/IV/A/001:

Extractie, derivatisering, zuivering en analyse van fenolen in water

Zuivering: wassen van het hexaanextract met water om polaire derivatiseringsresidu's te verwijderen

Analyse: de ingedampde extracten, worden na toevoeging van een recovery standaard geanalyseerd met GC-MS, detectie in SIM-modus

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal (LUC/III/005)

Aandachtspunten

- Lektest
- Aantonen absorptie-efficiëntie
- Veldblanco
- Koude punten tussen filterhuis en WF steeds vermijden (of spoelen); spoelen van onverwarmde delen kan nooit bij gesplitste gasstromen

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal (LUC/III/005)

Validatie door VITO

Bemonstering in water + analyse via de spectrofotometrische 4-amino-antipyrinemethode (fenolindex): verslag op EMIS (2003/MIM/R/136)

Validatie analysemethode
WAC/IV/A/001

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte gasvormig fenol in een gaskanaal (LUC/III/005)

Alternatieve methoden (voor toetsing EGW, niet voor bepaling van massadebiet fenol)

WAC/IV/B/001: spectrofotometrische 4-amino-antipyrinemethode
Niet selectief, geen differentiatie tussen de verschillende soorten fenol
=fenolindex

! Indien een overschrijding van de EGW voor fenol: steeds heranalyse met GC-MS vereist !

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

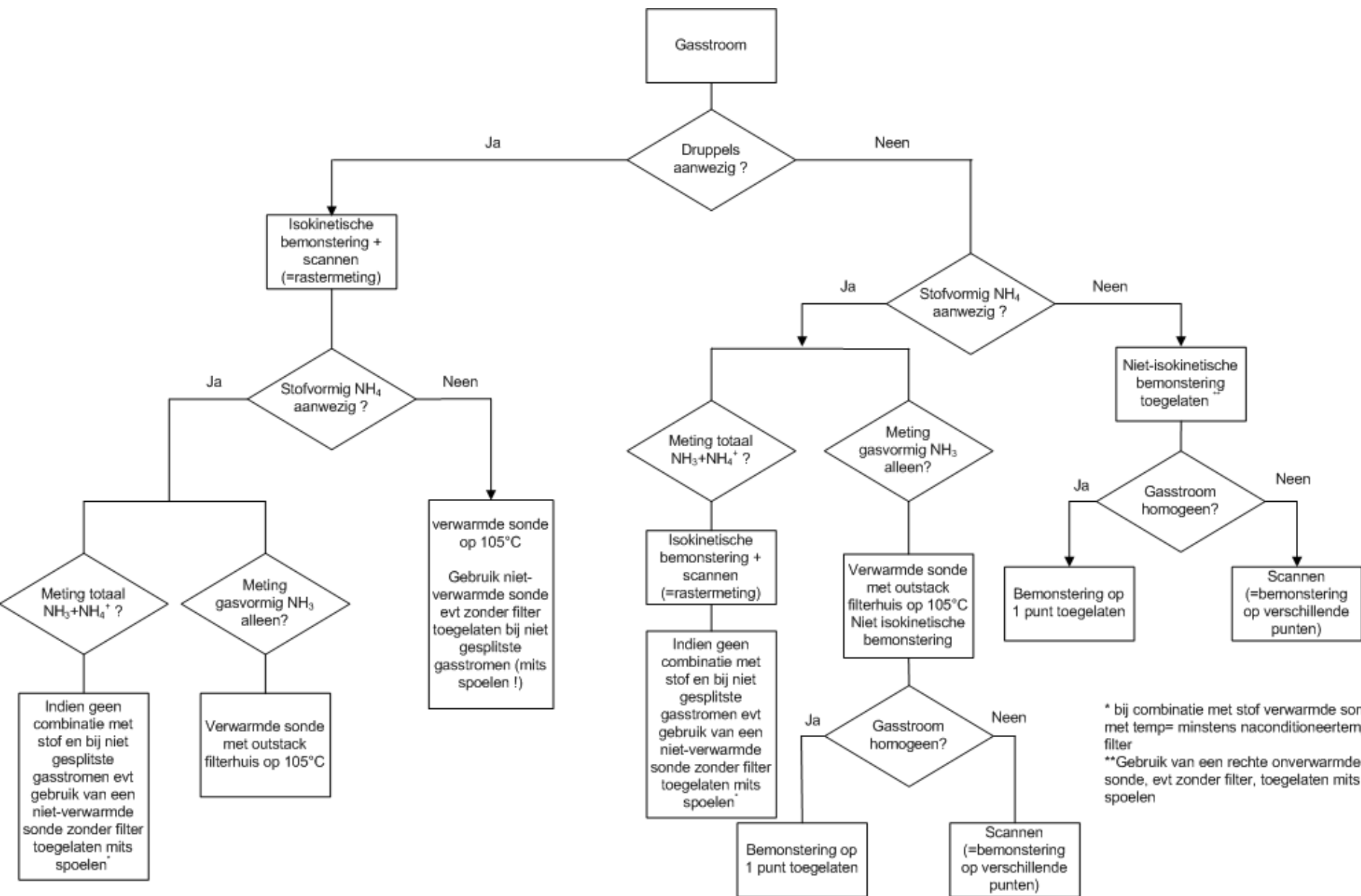
» Bepaling van het gehalte NH_3 in een gaskanaal

- Gebaseerd op EPA CTM-027
- Absorptievloeistof: Filter gevolgd door 2 of 3 wasflessen met 0,1 N H_2SO_4
- Voor meting van gasvormig NH_3 of totaal $\text{NH}_3 + \text{NH}_4^+$:
 - Gasvormig NH_3 : Deeltjes en stof die vaste ammoniumzouten kunnen bevatten worden bij een gecontroleerde temperatuur van 105°C af-gefiltreerd
 - 105°C : Condensatie of nat worden filter bij alle omstandigheden vermeden & minimale vervluchtiging van ammoniumzouten van de filter

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

» Bepaling van het gehalte NH_3 in een gaskanaal

- Voor meting van gasvormig NH_3 of totaal $\text{NH}_3 + \text{NH}_4^+$:
 - Totaal $\text{NH}_3 + \text{NH}_4^+$: Filtertemperatuur minimaal gelijk aan de temperatuur tijdens een eventuele naconditionering van de filter bv bij combinatie met stof minimum 160°C
- Aanwezigheid van druppels of meting gasvormige fractie en stofgebonden fractie: altijd isokinetische monsterneming + rastermeting
- Toegelaten vereenvoudigingen (rechte sonde/onverwarmde sonde zonder filter): zie monsternemingsschema



Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte NH_3 in een gaskanaal (LUC/III/003)

Analysemethoden

- Fotometrische bepaling van ammonium volgens ISO 7150 of WAC/III/E/020
- Bepaling van ammonium met ionchromatografie (EPA CTM-07, ISO 14911)
- Bepaling van ammonium-stikstof met doorstroomanalyse (CFA en FIA) en spectrofotometrische detectie (ISO 11732 en WAC/III/E/021)
- Bepaling van ammonium met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie (NEN 6604 en ISO/DIS 15923-1)

! Kalibratiestandaarden bij de analyse moeten steeds aangemaakt worden in eenzelfde medium als waarin de stalen gemeten worden, indien geweten is dat het medium invloed heeft



Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte NH_3 in een gaskanaal (LUC/III/003)

Aandachtspunten

- Lektest
- Aantonen absorptie-efficiëntie
- Veldblanco
- Koude punten tussen filterhuis en WF steeds vermijden (of spoelen); spoelen van onverwarmde delen kan nooit bij gesplitste gasstromen

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van het gehalte NH_3 in een gaskanaal (LUC/III/003)

Validatie door VITO
(Rapport 2007/MIM/R/81) op EMIS
website

- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens
- Juistheid/precisie: bij $\cong 0,5 - 5 - 50$ en $5000 \text{ mg NH}_3/\text{Nm}^3$, debiet $\cong 5 \text{ l/min}$
- Invloed aanzuigdebiet (extra bemonsteringen bij ± 3 en 7 l/min);
- Invloed concentratie absorptievloeistof (extra bemonsteringen bij $0,01 \text{ N H}_2\text{SO}_4$);
- Invloed koeling impingers;
- Meetonzekerheid gasvormig NH_3
- Vervluchtiging van ammoniumzouten van de filter

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

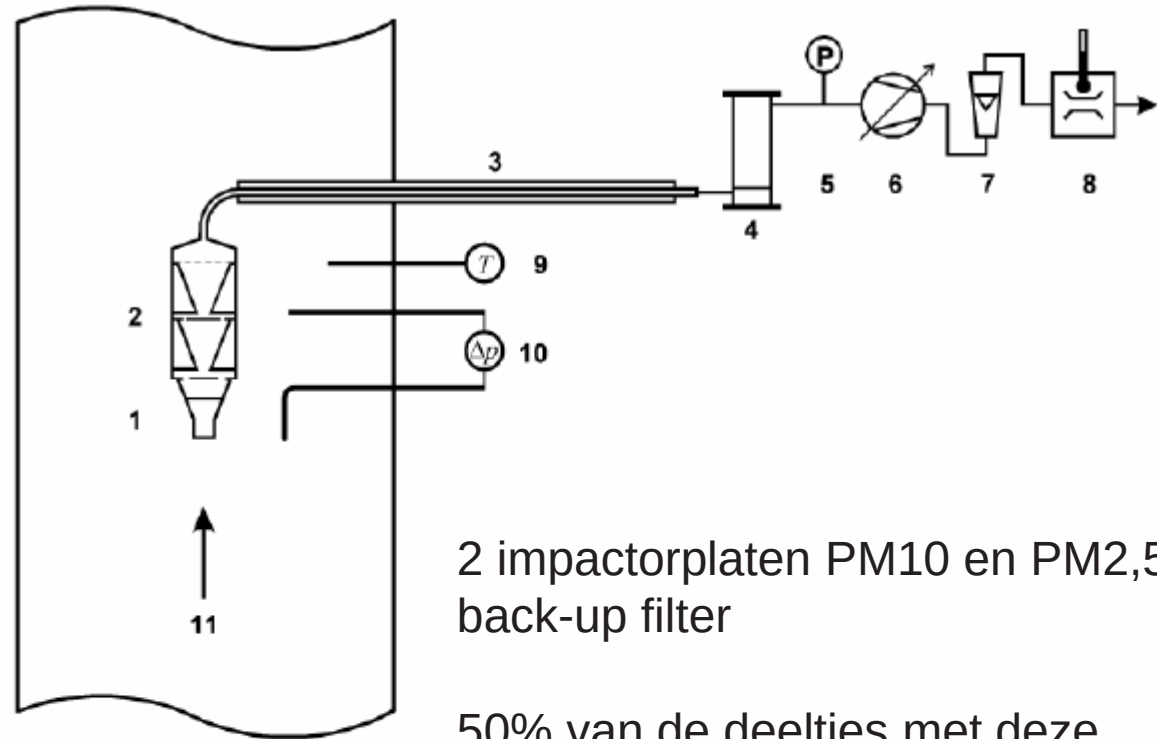
- » **Bepaling van de massaconcentraties PM10 en PM2,5 in een geleide gasstroom met behulp van tweetraps impactoren (LUC/I/003)**
 - Gebaseerd op ISO 23210
 - Voor stofconcentraties tot 40 mg/Nm³ (voor hogere stofconcentraties, bemonsteringstijd verkorten)
 - Bepaling van de PM10 en PM2.5-fracties in gew% met tweetraps-impactor
 - Steeds simultane meting van totaal stof (in mg/Nm³) conform LUC/I/001
 - PM10- en PM2,5-massaconc. in mg/Nm³: gew%*totaal stof

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

- » **Bepaling van de massaconcentraties PM10 en PM2,5 in een geleide gasstroom met behulp van tweetraps impactoren (LUC/I/003)**
 - Monsterneming op 1 punt dat representatief is voor de rookgassnelheid;
 - Bij voorkeur meetopstellingen met de inlaatnozzle en de impactor in de schouw – als één rechte entiteit;
 - Aanzuigdebiet doorheen de impactor moet constant blijven (bij gelijkblijvende temperatuur, druk en gassamenstelling) om de cut-off diameter van beide impactortrappen niet te wijzigen;
 - Op basis van een aantal vooraf gemeten parameters (gassamenstelling, vochtgehalte, temperatuur van de impactor, gassnelheid in het representatieve punt, statische druk, omgevingsdruk) wordt het in te stellen aanzuigdebiet doorheen de impactor en de diameter van de inlaatnozzle berekend;

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

- » **Bepaling van de massaconcentraties PM10 en PM2,5 in een geleide gasstroom met behulp van tweetraps impactoren (LUC/I/003)**
 - Het volumedebiet dient om de 5 minuten gecontroleerd te worden en dient binnen de 5% van het berekende debiet gehouden te worden;
 - Berekening van het in te stellen volumedebiet thv de gasmeter;
 - Een isokinetische monsterneming moet uitgevoerd worden: isokinetische verhouding ligt tussen 90 en 130% (in de praktijk meestal nozzle met kleinere diameter selecteren indien de theoretisch berekende nozzle-diameter niet beschikbaar is);
 - De voorwaarde voor de instelling van het isokinetisme is ondergeschikt aan de voorwaarde voor het constant aanzuigdebiet doorheen de impactor;



1. inlaatnozzle
2. tweetraps impactor
3. monsternamesonde
4. droogtoren
5. drukmeter
6. monsternamepomp
7. rotameter
8. debietmeter
9. temperatuurmeter
10. pitotbuis
11. gasstroom in de het kanaal

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van de massaconcentraties PM10 en PM2,5 in een geleide gasstroom met behulp van tweetraps impactoren (LUC/I/003)

Bijzonderheden

Methode is niet geschikt voor:

- Waterverzadigde gasstromen
- Voor gasstromen beladen met een overmaat aan grovere stofdeeltjes ($d > 10 \mu\text{m}$)
- Totale stofconcentraties $> 40 \text{ mg/Nm}^3$ (tenzij vermindering bemonsteringsduur)
- Processen met een sterk wisselend volumedebiet in de tijd

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van de massaconcentraties PM10 en PM2,5 in een geleide gasstroom met behulp van tweetraps impactoren (LUC/I/003)

Aandachtspunten

- Lektest
- Overbelading van de verschillende filters moet vermeden worden, maar ook voldoende belading om de invloed van weegfouten te vermijden
- Fractie fijn stof gerecupereerd bij het spoelen wordt niet in rekening gebracht bij de bepaling van de verschillende massafracties

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Bepaling van de massaconcentraties PM10 en PM2,5 in een geleide gasstroom met behulp van tweetraps impactoren (LUC/I/003)

Validatie door VITO

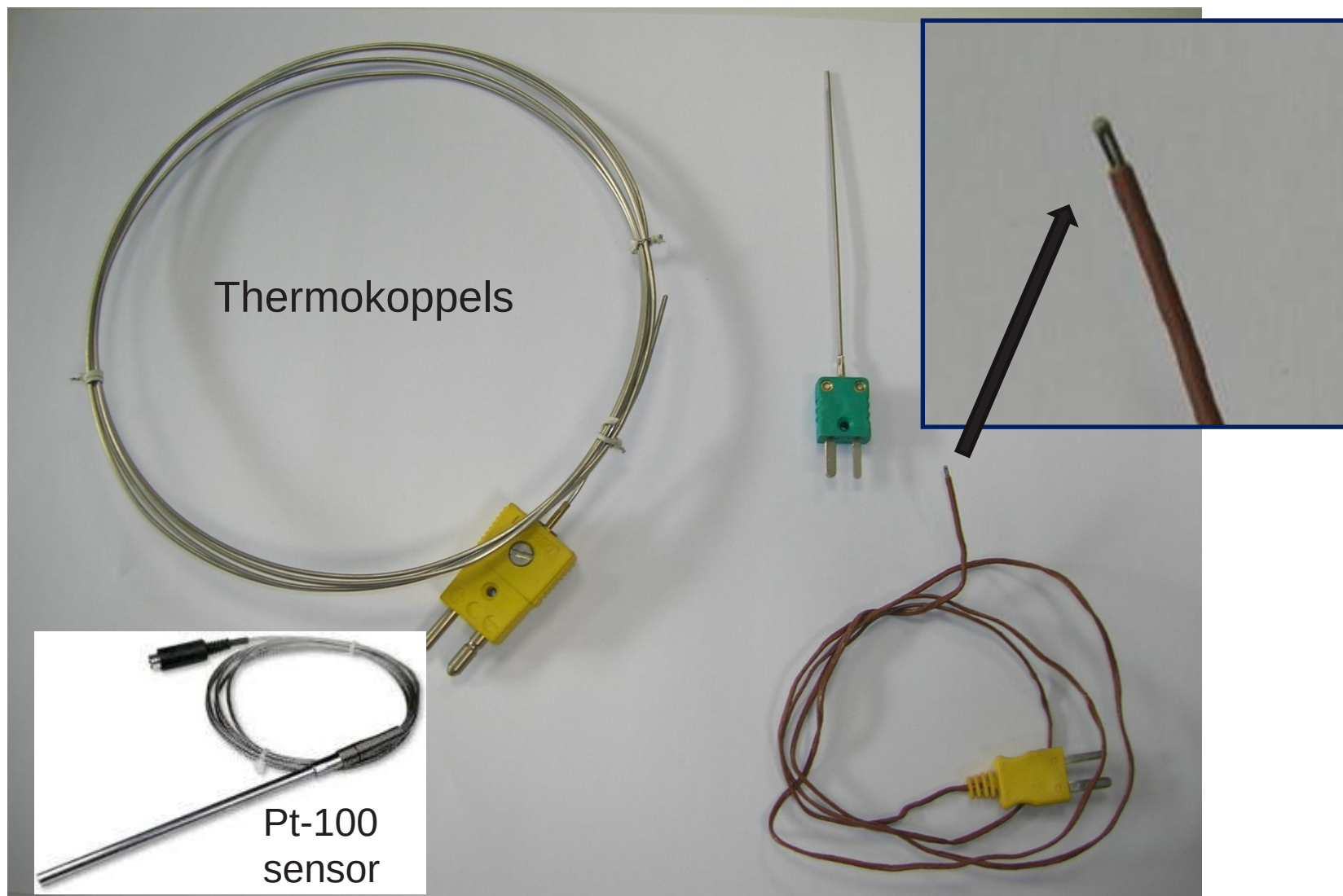
- Reproduceerbaarheid en juistheid stofweging
- Aantoonbaarheids- en bepalingsgrens voor beide fracties (voor ieder type filter ahv blanco filters die de hele procedure monteren/demonteren in de sonde tot conditioneren en wegen doorlopen)
- Reproduceerbaarheid: parallelmetingen met 2 gelijkaardige meetsystemen (Johnas II impactor)

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

» Meting van rookgastemperatuur (LUC/0/002)

Bij rookgasmetingen

- Thermokoppels (type K/J)- meest robuust voor toepassing in rookgassen
- Elektrische weerstanden van het type Pt-100 (uitstekende lineariteit, hoge nauwkeurigheid bv als gekalibreerde referentiethermometer in het labo, relatief duur)
- Toepassing NTC-sensoren beperkt tot het lagere temperatuurbereik (bv meting temperatuur gasmeter)
- EN 60751 (IEC 60751) en EN 60584-2 (IEC 584-2): indeling van Pt-100's en thermokoppel in klassen; voor emissiemetingen bij temperaturen tot 375°C: thermokoppels type K van de hoogste nauwkeurigheidsklasse gebruiken (klasse 1: $-40 < t < 375$, tolerantie $\pm 1,5^{\circ}\text{C}$)



Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

» Meting van rookgastemperatuur (LUC/0/002)

- Temperatuursensor bv thermokoppel type K (nikkelchroom-nikkel), Pt-100 sensor
- Meetinstrument voor uitlezing van thermokoppels/Pt-100 voelers
 - Instrumenten voor thermokoppels dienen voorzien te zijn van een “koude-lascompensatie”
 - Door kalibratie van thermokoppel en meetinstrument samen: onzekerheden van ongeveer 0,5 °C haalbaar, zonder gezamenlijke kalibratie meetonzekerheden van de orde van 1 tot 2°C bij lage temperatuur, afwijkingen stijgen sterk bij hoge temperaturen

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

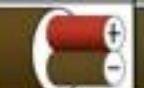
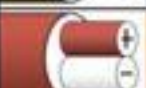
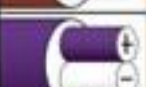
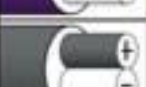
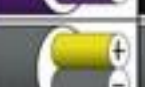
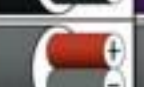
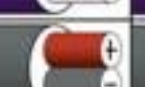
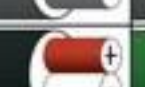
» Meting van rookgastemperatuur (LUC/0/002)

- Compensatieleidingen voor thermokoppels: verbinding thermokoppels met het meetinstrument



- Kleurcoderingssystemen voor kabels en pluggen

INTERNATIONAL COLOUR CODES FOR THERMOCOUPLE CABLE INSULATION

T/C Type	Cable Code	Conductor		T/C Junction Continuous Temp. Range °C	International IEC 584-3:1989 BS 49 37 Pt 30:1993	Former British BS 1843:1952	French to NFE-18001	German to DIN 43714	Japanese to JIS C 1610-1981	American to ANSI MC 96.1
		+	-							
K	KX	Ni-Cr	Ni-Al	0 to + 1100						
J	JX	Fe	Cu-Ni Constantan	+20 to +700						
T	TX	Cu	Cu-Ni Constantan	-185 to +300						
N	NX NC	Ni-Cr-Si Microsil	Ni-Si-Mg Nisil	0 to +1300						
E	EX	Ni-Cr	Cu-Ni Constantan	0 to +800						
B	BX	PT-30Rh	PT-6Rh	0 to +1800						
R	RCA	PT-13Rh	Pt	0 to +1600						
S	SCA	PT - 10Rh	Pt	0 to +1550						
V_x	KCB	Cu	Cu-Ni	Compensating Cable for Type K 0 to +80						

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Meting van rookgastemperatuur (LUC/0/002)

Kalibratie temperatuursensor+
meetinstrument

- Door een hiervoor geaccrediteerd kalibratielaboratorium: het certificaat moet het bereik, het aantal kalibratiepunten –min. 3 van 0-300 °C, en de kalibratie-onzekerheid vermelden
- Door het meetlaboratorium zelf: beschikken over een procedure (werkwijze, frequentie, gebruikte apparatuur, methode bepaling onzekerheid), een referentiethermometer met geldig ijkcertificaat en een uitrusting om een homogene temperatuur te genereren

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Meting van rookgastemperatuur (LUC/0/002)

Aandachtspunten

- Het niet gebruiken van de correcte compensatiekabels/verbindings-pluggen kan bij thermokoppels leiden tot aanzienlijke meetfouten
- Thermokoppels bij rookgasmetingen moeten recht en stijf zijn (eigenlijk thermokoppel zit gewoonlijk in een metalen omhulsel), de sonde dient zo dun mogelijk te zijn en goed geïsoleerd te worden aan de buitenkant bij korte insteekdiepte
- De maximaal toegelaten temperatuur van een sensor mag nooit overschreden worden

Nieuwe methoden LUC 2013 (vroeger als ontwerpmethode op EMIS)

Meting van rookgastemperatuur (LUC/0/002)

Aandachtspunten

- De meetopening dient goed afgedicht te worden tijdens de temperatuurmeting
- Uitleesinstrumenten, contacten en kabels dienen voorzichtig behandeld en herhaaldelijk gecontroleerd te worden om fouten te vermijden (meetfouten tgv gecorrodeerde contacten of mechanische schade aan signaaldraden)
- Duur van de temperatuurmeting moet voldoende lang zijn om thermisch evenwicht te bereiken (>> responstijd van de sensor)

Volledig nieuwe methoden LUC 2013

- Natchemische bepaling van SO_x in een gaskanaal en NH₃ rendementsbepaling van luchtwassers bij stalsystemen: beiden voorgesteld op WG 2012
- De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde dimethylformamide met GC-MS: presentatie namiddag

Gereviseerde methoden LUC 2013

- » Revisies 2013 van reeds eerder bekrachtigde methoden (aanpassingen in procedures weergegeven in andere kleur):

Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC)

Bij Ministerieel Besluit (MB) wordt het Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van lucht (LUC) vastgesteld. Het besluit met de inhoudstabel wordt gepubliceerd in het Belgisch Staatsblad. De methoden, opgenomen in de voormelde inhoudstabel van het meest recente MB houdende vaststelling van het LUC, moeten steeds toegepast worden, tenzij specifiek anders vermeld in het besluit.

De rubriek ontwerpmethoden bevat procedures ter info en worden slechts definitief na publicatie van het MB houdende vaststelling van het LUC in het Belgisch Staatsblad.

COMPENDIUM VOOR DE MONSTERNEMING, METING EN ANALYSE VAN LUCHT		
MINISTERIEEL GOEDGEKEURDE VERSIE	OVERZICHT WIJZIGINGEN	B.S.
versie van 23 april 2012		BS 23 mei 2012
versie van 28 juni 2013	LUC updates	BS 17 juli 2013
ONTWERPMETHODEN		
METHODEN NOG IN REVISIE		
Status december 2011		



Code	Titel	Datum	Wijziging
LUC/0/003	Bepaling van water in een gasstroom	05/2013	§3: aanpassing van 2 formuleringen: “een balans moet in de nabijheid van de meetplaats aanwezig zijn indien het watergehalte vooraf nodig is om een isokinetische bemonstering uit te voeren. In het andere geval mag ook na de metingen afgewogen worden” “Bij de balans dient een controlegewicht en minimaal een vast afwijkcriterium aanwezig te zijn. Bij een overschrijding van het criterium dient een aangepaste actie ondernomen te worden.” §4.1.2: andere formulering waardoor duidelijker is dat roestvrij staal juist wel toegelaten is §4.1.2.1 en §5: (zuur)dauwpunt i.p.v. dauwpunt §4.1.2.2: clausule van §4.3.2.1 rond gebruik van een filter ook overgenomen voor de condensatie/adsorptie – of adsorptiemethode §5 bemonsteringsprocedure: toevoeging “bij gebruik van een verwarmde sonde” §6.3: temperatuur (tot 100°C) §9: verduidelijking dat de capacitieve vochtsonde niet toegepast kan worden voor omrekening van conc. naar droge gassen voor de toetsing aan EGW en ook niet voor omrekening van nat volumedebiet naar debiet droge gassen, in het geval massadebieten moeten berekend worden Capacitieve vochtsonde: enkel voor instelling isokinetisme of voor keuze bemonsteringsmethode VOC

Code	Titel	Datum	Wijziging
LUC/0/005	Essentiële kwaliteitsvereisten voor emissiemetingen	05/2013	Toevoeging referenties van nieuwe methode (s), wijziging referenties voor methodes met aangepaste titel §5.7 –herformulering tekst §5.7 – schrappen woord “strikt” §5.5: aanpassingen 2 formuleringen gravimetrische bepaling van het watergehalte: “een balans moet in de nabijheid van de meetplaats aanwezig zijn indien het watergehalte vooraf nodig is om een isokinetische bemonstering uit te voeren. In het andere geval mag ook na de metingen afgewogen worden ” “Bij de balans dient een controlegewicht en minimaal een vast afwijkcriterium aanwezig te zijn. Bij een overschrijding van het criterium dient een aangepaste actie ondernomen te worden.”

Code	Titel	Datum	Wijziging
LUC/I/001	Bepaling van het stofgehalte in een gaskanaal	04/2013	§2: toevoeging "niet": alles wat op 160°C vluchtig is, wordt volgens EN 13284-1 <u>NIET</u> als zijnde stof gemeten
LUC/II/001	Bemonstering voor rookgassen en analyse van CO, CO ₂ , SO ₂ , NO _x , O ₂ en TOC met monitoren	05/2013	§2.1.4/§6: vervanging twee voorgaande normen door EN 12619:2013 §2.2.3: voor FID conform EN 12619 een verwarmde leiding tot aan de monitor (geen verdunning) §3: verduidelijking toegelaten meetprincipes NO/NO ₂ /NO _x §3.1: toevoeging alternatieve volgorde uitvoering lektest met stikstof §4: verwijzing naar het gebruik van een controlelegasmengsel voor validatie RRF en O ₂ -synergisme weggelaten n.a.v aanpassing aan nieuwe norm EN 12619:2013

Code	Titel	Datum	Wijziging
LUC/III/001	Bepaling van het gehalte gasvormig HCl in een gaskanaal	05/2013	§2 principe/§3 aanvullingen/§5.1.1 en §5.1.2: voorkeurstemperatuur van <u>tenminste</u> 150°C ipv 150°C §3: Bij gebruik van een opstelling met zijstroom dient alles voor het T-stuk en het T-stuk steeds verwarmd te worden om condensatie te vermijden. §3: verwijdering van de zin "het laboratorium moet kunnen aantonen dat de ingestelde temperatuur ook overal in filterhuis en annexen gehaald wordt" aangezien tijdens iedere bemonstering een meting en registratie van de temperatuur aan de filter uitgevoerd moet worden. §4.3: indien de leiding naar de wasflessen niet verwarmde delen bevat, dan dient deze na de bemonstering gespoeld te worden en moet dit spoelsel mee geanalyseerd en verrekend worden §10: Toevoeging methode LUC/III/002

Code	Titel	Datum	Wijziging
LUC/III/004	Bepaling van het gehalte gasvormig formaldehyde in een gaskanaal	04/2013	§2: bij niet gesplitste gasstromen kan in dat geval een niet verwarmde sonde worden gebruikt die na de bemonstering wordt uitgespoeld §3.3/§4.1.3: indien de leiding naar de wasflessen onverwarmd is of onverwarmde delen bevat, dan dient deze na de bemonstering gespoeld te worden en moet dit spoelsel mee geanalyseerd en verrekend worden §4.2.1: bij de bemonstering van stofvrije gassen mag bij niet gesplitste gasstromen een niet-verwarmde sonde zonder filter worden gebruikt, die na de bemonstering wordt gespoeld §7: Bij gebruik van een opstelling met zijstroom dient alles voor het T-stuk en het T-stuk steeds verwarmd te worden om condensatie te vermijden. §9: toevoeging algemene clausule uit te voeren validatie

Code	Titel	Datum	Wijziging
LUC/III/006	Bepaling van het gehalte gasvormig HF in een gaskanaal	05/2013	§2: toevoeging voorwaarden in stack filtratie/niet isokinetische monsterneming met een rechte verwarmde sonde/gebruik niet verwarmde sonde zonder filter mits spoelen Filtertemperatuur: minstens 20°C hoger dan dauwpunt en bij voorkeur minstens 150°C (analoog aan HCL) §3: verwijdering van de zin "het laboratorium moet kunnen aantonen dat de ingestelde temperatuur ook overal in filterhuis en annexen gehaald wordt" aangezien tijdens iedere bemonstering een meting en registratie van de temperatuur aan de filter uitgevoerd moet worden.

Code	Titel	Datum	Wijziging
LUC/IV/000	Bemonstering van individuele vluchtige organische stoffen in een gasstroom	05/2013	Toevoeging en sortering referenties, wijziging referenties voor methodes met aangepaste titel; marge van 2°C tussen temperatuur dauwpunt en omgeving voor beslissingsbomen. Condensaat: diverse bepalingen, toevoeging spoelvroeststof, Verwijdering van gebruik peltierkoeler
LUC/IV/007	De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde ketonen met GC-MS	05/2013	Wijziging titel om gebruik merknaam te vermijden
LUC/IV/009	De kwantitatieve bepaling van op koolstof moleculaire zeef geadsorbeerde alcoholen met GC-MS	05/2013	Wijziging titel om gebruik merknaam te vermijden
LUC/VI/001	Bepaling van het gehalte aan PAK's	04/2013	Aanpassing verwijzing parameterpakket Vlarel

Voorziene aanpassingen LUC 2014-...

» Nog in ontwikkeling of voor de toekomst:

- Meetplaats in het gaskanaal: zie presentatie straks
- Meetmethode voor Cr(VI) in emissies: presentatie stand van zaken door Guido Lenaers

Voorziene aanpassingen LUC 2014-...

» Eventuele revisies van bestaande procedures:

- Procedure gassnelheid en volumedebiet (LUC/0/004): aanpassingen op basis van ISO 16911-1: 2013
- Absorptie-efficiëntie voor totaal metalen (en eventueel voor andere parameters): zie overleg