

**Code van Goede Praktijk
Meting van Diffuse VOS-emissies**

Deel 2: Meting van de concentraties van diffuse emissies

J. Van Deun, R. De Fré, I. Bilsen

Onderzoek uitgevoerd door het referentielaboratorium Lucht

Projectenmanager	J. Theunis
Projectverantwoordelijke	R. De Fré
met medewerking van	E. Damen
	N. Moonen
	R. Brabers
	S. Bosmans

2007/MIM/R/016

januari 2007

Inhoud

TABELLEN

FIGUREN

SAMENVATTING

5

DEEL 1: Draagbare FID en PID apparaten..... 2

1.1	Definities en uitleg.....	2
1.1.1	Referentiecomponent.....	2
1.1.2	Kalibratiegas.....	2
1.1.3	Responsfactoren specifiek voor draagbare toestellen.....	2
1.2	Meetapparaat.....	3
1.2.1	Specificaties.....	3
1.2.2	Performantiecriteriën.....	4
1.2.3	Performantie evaluatie vereisten.....	4
1.2.4	Vlamionisatiedetector (FID).....	4
1.2.4.1	Werkingsprincipe.....	4
1.2.4.2	Toestel.....	5
1.2.4.3	Kalibratie.....	6
1.2.4.4	Beperkingen en opmerkingen.....	6
1.2.5	Foto-ionisatiedetector (PID).....	7
1.2.5.1	Werkingsprincipe.....	7
1.2.5.2	Toestel.....	8
1.2.5.3	Kalibratie.....	9
1.2.5.4	Beperkingen en opmerkingen.....	9
1.3	Kalibratie van het meetapparaat.....	9
1.3.1	Kalibratiegassen.....	9
1.3.2	Kalibratiefrequentie.....	10
1.3.3	Kalibratieprocedure.....	10
1.4	Meetplaatsen.....	10
1.4.1	Metingen van lekken (volgens EPA Method 21).....	10
1.4.1.1	Detecteerbare lekken.....	10
1.4.1.2	Niet detecteerbare lekken.....	11
1.4.2	Metingen aan ventilatieopeningen.....	11
1.4.3	Metingen in (bedrijfs-)ruimten.....	12

DEEL 2: Experimenteel onderzoek van de diffuse concentratiemeting..... 13

2.1	Aanmaak van gasmengsels.....	13
2.2	Responstijd.....	13
2.2.1	Responstijd FID.....	13
2.2.2	Responstijd PID.....	14
2.3	Meettijd bij concentratiemetingen.....	16
2.4	Onderzoek naar de invloed van het zuurstofgehalte bij de FID.....	17
2.5	Onderzoek naar de invloed van het watergehalte.....	18
2.5.1	Invloed van het watergehalte bij de FID.....	18
2.5.2	Invloed van het watergehalte bij de PID.....	18
2.6	Lineariteit.....	20

2.6.1	<i>Lineariteit van de FID</i>	20
2.6.2	<i>Lineariteit van de PID</i>	21
2.7	Detectielimiet en bepalingsgrens.....	23
2.7.1	<i>Detectielimiet en bepalingsgrens FID</i>	23
2.7.2	<i>Detectielimiet en bepalingsgrens PID</i>	23
2.8	Herhaalbaarheid.....	24
2.8.1	<i>Herhaalbaarheid FID</i>	24
2.8.2	<i>Herhaalbaarheid PID</i>	25
2.9	Responsfactoren.....	26
2.9.1	<i>Snelle bepalingmethode voor responsfactoren</i>	26
2.9.2	<i>Responsfactoren van verschillende componenten</i>	29
DEEL 3:	Praktische voorschriften meetmethodiek van de diffuse concentratiemeting	34
3.1	Keuze van de analyzer	34
3.1.1	<i>Minimum vereisten analyzer voor de meting van lekken</i>	34
3.1.2	<i>Minimum vereisten analyzer voor meting aan ventilatieopeningen</i>	34
3.2	Controle en kalibratie van de analyzer.....	34
3.2.1	<i>Kalibratievereisten</i>	34
3.2.2	<i>Praktisch gebruik van responsfactoren</i>	34
3.3	Berekening van VOS concentraties bij diffuse emissies	35
3.4	Metingen aan ventilatieopeningen.....	36
3.4.1	<i>Keuze van het meetvlak</i>	36
3.4.2	<i>Aantal en ligging van de meetpunten en meetduur</i>	36
3.4.3	<i>Onderscheid tussen in- en uitstroomconcentraties</i>	40
3.4.4	<i>Meting van concentraties aan afzuigingen</i>	40
3.4.5	<i>Meting van concentraties aan open ramen, deuren, poorten en roosters</i>	42
3.5	Meetonzekerheid	44
3.5.1	<i>Algemeen</i>	44
3.5.2	<i>Factoren die bijdragen tot de meetonzekerheid</i>	46
3.5.3	<i>In de praktijk vastgestelde uitgebreide meetonzekerheden bij de berekende concentratie</i>	47
DEEL 4:	Voorbeelden van metingen en berekeningen	49
4.1	Meting van de concentratie aan een afzuiging	49
4.2	Meting van de concentratie en het debiet aan een afzuiging en berekening van de emissiestroom	50
4.3	Meting van de concentratie en het debiet aan een deur en berekening van de emissiestroom	53
4.4	Berekening van de emissie langs de afzuigingen van een bedrijfs- ruimte op basis van draagbare FID-metingen	56
4.5	Concentratiemetingen in een bedrijfsruimte	59
DEEL 5:	Referenties	61

TABELLEN

Tabel 1: Responstijden FID	14
Tabel 2: Responstijden PID	16
Tabel 3: Invloed van het zuurstofgehalte op de gemeten concentratie methaan bij de FID .	17
Tabel 4: Effect van het watergehalte op de gemeten concentratie met de FID	18
Tabel 5: Effect van het watergehalte op de gemeten concentratie met de PID	19
Tabel 6: Lineariteit van de FID.....	20
Tabel 7: Lineariteit van de PID.....	22
Tabel 8: Detectielimiet en bepalingsgrens FID	23
Tabel 9: Detectielimiet en bepalingsgrens PID	24
Tabel 10: Herhaalbaarheid FID bij ± 100 ppm methaan.....	25
Tabel 11: Herhaalbaarheid FID bij ± 2 800 ppm methaan.....	25
Tabel 12: Herhaalbaarheid PID bij ± 2 ppm isobutyleen.....	26
Tabel 13: Herhaalbaarheid PID bij ± 50 ppm isobutyleen.....	26
Tabel 14: Bepaling responsfactoren met PID in testgasen bereid in gaszakken.....	28
Tabel 15: Responsfactoren draagbare PID en draagbare FID	29
Tabel 16: Minimum aantal meetpunten voor de meting van de concentraties van diffuse emissies volgens ISO 10780	37
Tabel 17: F-factoren in functie van het aantal bemonsteringspunten voor een betrouwbaarheidsinterval van 95% [ref. 5].....	38
Tabel 18: Formules voor de berekening van de emissiestroom in 3 situaties	40
Tabel 19: Uitgebreide meetonzekerheden gemeten concentratie met FID/PID	47
Tabel 20: Voorbeeld van de uitgebreide meetonzekerheid bij een berekende concentratie .	48
Tabel 21: Resultaten concentratiemetingen aan een afzuiging.....	49
Tabel 22: Resultaten concentratiemetingen aan een afzuiging.....	52
Tabel 23: Resultaten concentratie en snelheidsmetingen aan een afzuiging.....	52
Tabel 24: Resultaten concentratiemetingen aan een deur	54
Tabel 25: Resultaten concentratie en snelheidsmetingen aan een deur	55
Tabel 26: Debieten en concentraties aan de afzuigingen	57

FIGUREN

Figuur 1: Schematische voorstelling FID.....	5
Figuur 2: Foto FID	6
Figuur 3: Schematische voorstelling PID.....	7
Figuur 4: Foto PID	8
Figuur 5: T10 en T90 bij 500 ppm en 9 660 ppm methaan bij de FID-analyzer.....	14
Figuur 6: T10 en T90 bij 0,25 ppm, 0,75 ppm, 10 ppm, 103 ppm en 978 ppm isobutyleen bij de PID-analyzer.....	16
Figuur 7: Afwijking in functie van het zuurstofgehalte bij de FID	17
Figuur 8: Afwijking in functie van het watergehalte bij de PID	19
Figuur 9: Lineariteit van de FID	21
Figuur 10: Lineariteit van de PID	22
Figuur 11: Opstelling aanmaak gasmengsel.....	27
Figuur 12: Responscurves FID en PID voor verschillende componenten	33
Figuur 13: Voorbeelden van meetpunten bij uitstroomopeningen van afzuigingen.....	41
Figuur 14: Voorbeeld van meetpunten bij een opening met luchtstroming in 2 richtingen..	43
Figuur 15: Indeling van het oppervlak van de afzuiging in meetpunten.....	49
Figuur 16: Indeling van het oppervlak van de afzuiging in meetpunten.....	50
Figuur 17: Indeling van de opening van de deur in meetpunten	53
Figuur 18: Afzuigingen op het dak van de bedrijfsruimte	56
Figuur 19: FID-meting van de concentraties (in mg C/Nm ³) in een bedrijfsruimte	59

SAMENVATTING

Binnen het programma 2006 van VITO als referentielaboratorium Lucht werd voor de bepaling van diffuse VOS emissies een code van goede praktijk voor het meten van de concentraties van diffuse emissies opgesteld.

Het kenmerk van diffuse emissies is dat ze "niet-geleid" zijn, dit betekent dat de openingen waardoor deze emissies ontsnappen niet voldoen aan de definitie van een gaskanaal waarin de concentratie kan worden gemeten volgens bestaande normmethodes zoals NBN-EN 12619 (voor naverbranders) en NBN-EN 13526 (voor onbehandelde emissies of andere zuiveringstechnieken).

Deze code behandelt twee situaties waarin de emissie niet ontsnapt door een kanaal of leiding. In een eerste geval ontsnappen de diffuse emissies langs een duidelijk geometrisch afgelijnd meetvlak waarin de concentraties van de ontwijkende luchtstroom kunnen worden gemeten. Dit betreft in de praktijk bijvoorbeeld ventilatieroosters, ramen, vensters, deuren en poorten van gebouwen waarin de diffuse emissies plaats vinden. In een tweede geval worden lekken beschouwd zoals in het kader van LDAR. De draagbare FID-analyzer en de draagbare PID-analyzer werden gekozen als standaard instrument om diffuse concentraties te meten. De belangrijkste reden hiervoor is het gebruik van deze toestellen bij het toepassen van LDAR.

Om de uitvoerbaarheid van diffuse-concentratie metingen in de praktijk te demonstreren en praktische oplossingen voor probleemsituaties uit te werken werden een aantal simulaties opgezet. Nauwkeurig gekende concentraties werden aangemaakt in het referentie laboratorium voor emissie metingen. Deze concentraties werden vervolgens gemeten met de draagbare FID-analyzer en PID-analyzer. Tevens is de stabiliteit van de toestellen onderzocht bij verschillende water- en zuurstofgehalten.

Hoofdstuk 3 van de code is een leidraad voor de meting van diffuse concentraties in verschillende typische situaties. De code geeft geen rigoureuze procedures zoals die in normen worden gedefinieerd, maar formuleert richtlijnen op basis van het uitgevoerd experimenteel werk. Een uitgebreide veldvalidatie, met nog meer verschillende situaties, verschillende laboratoria en instrumenten lag evenwel niet binnen de mogelijkheden.

In de loop van het jaar 2006 werden een aantal van de beschreven technieken in de praktijk uitgetest bij de bepaling van diffuse VOS emissies in de grafische sector. Deze resultaten zijn niet opgenomen in het experimenteel deel van dit verslag.

DEEL 1: DRAAGBARE FID EN PID APPARATEN

1.1 Definities en uitleg

1.1.1 Referentiecomponent

De geselecteerde VOS component voor de kalibratie van het meetapparaat.

1.1.2 Kalibratiegas

De VOS component die gebruikt wordt om de gemeten waarden om te zetten naar een gekende concentratie. De concentratie van het kalibratiegas is gewoonlijk van dezelfde grootte als de te meten concentratie.

1.1.3 Responsfactoren specifiek voor draagbare toestellen

De responsfactor wordt gedefinieerd als [ref. 1]:

$$\text{responsfactor} = \frac{\text{werkelijke_concentratie_}(ppm)}{\text{gemeten_concentratie_bij_kalbitratie_tegenover_kalibratiegas_}(ppm)}$$

Alle commercieel verkrijgbare meetapparaten kunnen verschillende soorten koolwaterstoffen detecteren. De gevoeligheid verschilt echter per stof. Zo zijn de vlamionisatieapparaten gevoeliger voor zware koolwaterstoffen dan voor lichte. Het meetapparaat wordt afgesteld op een ijkgas met een bekende concentratie. De waarde die wordt afgelezen is in principe alleen geldig voor de stof van het ijkgas (bv. methaan). Voor de overige stoffen hoort, om het meetsignaal te vertalen naar een meetwaarde, een stofspectifieke factor te worden gebruikt die de verschillende gevoeligheid in rekening brengt. Deze stofspectifieke factor wordt responsfactor genoemd. De responsfactor neemt af met een toenemende concentratie.

Aangezien de nauwkeurigheid bij toepassing van responsfactoren aanzienlijk toeneemt, dient de responsfactor te worden toegepast die bij de concentratiegrootte hoort. Indien de samenstelling van het product niet nauwkeurig bekend is of sterk wisselt (bv. bij raffinaderijen), kan gebruik worden gemaakt van een gewogen responsfactor voor een specifieke installatie.

$$RF_{gew} = \frac{1}{\frac{X_1}{RF_1} + \frac{X_2}{RF_2} + \dots + \frac{X_n}{RF_n}}$$

Waarbij:

$RF_{\text{gew.}}$:	gewogen responsfactor
X_1 :	molfractie van solvent 1
X_n :	molfractie van solvent n
RF_1 :	responsfactor van solvent 1
RF_n :	responsfactor van solvent n

Aanbevolen wordt om ook rekening te houden met de concentratie-afhankelijkheid van de responsfactoren.

1.2 Meetapparaat

De onderstaande beschrijving is gebaseerd op de bestaande meetmethoden “Reference Method 21” van US-EPA [ref. 1] en het “Meetprotocol voor lekverliezen” [ref. 2] van Nederland.

1.2.1 Specificaties

Voorwaarden voor het meetapparaat:

- Het VOS instrument moet gevoelig zijn voor de te meten processtoffen. Enkele detectortypes zijn katalytische oxidatie, vlam-ionisatie, infrarood absorptie en foto-ionisatie. Er zijn ook andere detectortypes toegelaten.
- Het instrument is uitgerust met een bemonsteringssonde waarvan de uitwendige diameter niet groter mag zijn dan 6 mm.
- Het instrument moet zo gekozen worden dat het meetbereik en het lineaire responsgebied van het instrument het toelaten om elke aanwezige VOS te meten. Een verdunningssonde mag gebruikt worden om de VOS concentratie in het meetgebied met een lineair responsgebied te kunnen meten. Hierbij moet er steeds voldaan worden aan de specificaties van de instrument responstijd.
- Het instrument moet uitleesbaar zijn tot 5% van de te meten concentratie.
- Het meetbereik van een toestel dat gebruikt zal worden voor lekdetectie (LDAR) moet gaan van 10 tot 50 000 ppm. Voor een toestel dat gebruikt zal worden voor niet-LDAR toepassingen kan een kleiner meetbereik volstaan.
- Het instrument moet uitgerust zijn met een elektrisch aangedreven pomp zodat een constante monstertoevoer naar de detector mogelijk is. Het nominale monsterdebiet aan het bemonsteringspunt bedraagt 0,1 tot 3,0 liter per minuut als het instrument voorzien is van een filter om het verstropen van het instrument te voorkomen.
- De gemeten ijkgasconcentratie mag maximum 10% afwijken van de ijkgasconcentratie.
- Het instrument is geschikt om veilig te werken in een omgeving met explosieve gasmengsels (Zone 1 en Zone 2 overeenkomstig de betreffende CENELEC standaard).

Oudere meettoestellen kennen soms een meetbereik tot slechts 10 000 ppm / 20 000 ppm. Gebruik van deze toestellen is aanvaardbaar maar bij vervanging van een ouder toestel moet aan de bovenstaande specificaties worden voldaan. Indien een verdunner beschikbaar is, wordt aanbevolen deze te gebruiken voor metingen die boven de bovenste detectiegrens van

het meetapparaat zonder verdunner liggen. Gebruikelijk is een verdunning tot een factor 10 (bv. bovenste detectiegrens 10 000 ppm zonder verdunner betekent 100 000 ppm met verdunner).

1.2.2 Performantiecriteri

- De responsfactoren van de afzonderlijke stoffen moeten lager zijn dan 10. Als geen instrument beschikbaar is dat voldoet aan deze specificatie als het gekalibreerd wordt met de referentie VOS, kan het beschikbaar instrument gekalibreerd worden met een te meten VOS component of een andere VOS component. De voorwaarde is dat de responsfactor voor elke te meten VOS component lager is dan 10.
- De responstijd is kleiner of gelijk aan 15 seconden. De instrumentpomp, verdunningssonde, bemonsteringssonde en filter die aanwezig zullen zijn bij de bemonstering, moeten aanwezig zijn bij de bepaling van de responstijd.

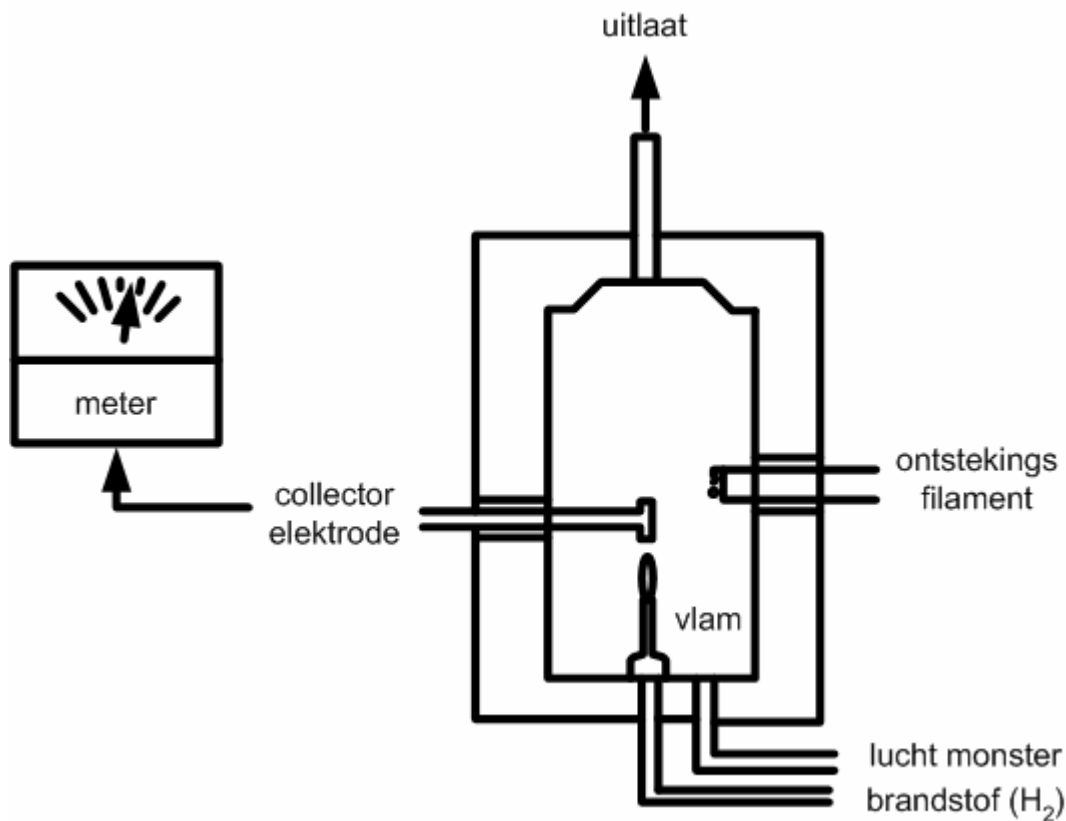
1.2.3 Performantie evaluatie vereisten

- Een responsfactor moet bepaald worden voor elke te meten component. Responsfactor testen zijn vereist alvorens de in gebruik name van de analyzer, maar moeten niet subsequent herhaald worden.
- De kalibratieprecisietest moet uitgevoerd worden alvorens de ingebruikname van het instrument. Vervolgens moet deze test driemaandelijks of vóór de volgende ingebruikname indien deze later is, uitgevoerd worden.
- De responstijdttest is vereist alvorens de ingebruikname van het instrument. Als er een aanpassing wordt gedaan van de bemonsteringspomp of de stroomconfiguratie, moet een de responstijd bepaald worden alvorens het gebruik ervan.

1.2.4 Vlamionisatiedetector (FID)

1.2.4.1 Werkingsprincipe

Een vlamionisatiedetector (FID) meet organische componenten door het gebruik van een vlam die geproduceerd wordt door de verbranding van waterstof en zuurstof (lucht). Als er koolwaterstoffen geïntroduceerd worden in de detectiezone worden ionen geproduceerd (Figuur 1). Een gepolariseerde collector elektrode in de detectorkamer trekt de geproduceerde ionen aan. Dit resulteert in een stroom. Deze stroom is direct evenredig met de concentratie koolwaterstoffen in de vlam.



Figuur 1: Schematische voorstelling FID

1.2.4.2 Toestel

De FID of vlamionisatie-detector in draagbare uitvoering (ThIs TVA1000, Figuur 2) is ondermeer gebouwd om lekken van koolwaterstoffen in raffinaderijen en petrochemische installaties te meten (LDAR - EPA Method 21). Het toestel bestaat uit een sonde die flexibel is verbonden met het meetapparaat dat aan de schouder of in een rugzak wordt gedragen. Het toestel werkt op batterijen en is voorzien van een kleine cilinder waterstof als brandergas. De theoretische autonomie bedraagt 8 h. De prestatiekenmerken voor draagbare FID's zijn minder veeleisend (omschreven in EPA 21) op gebied van responsfactor en zuurstofsynergisme dan de instrumenten die voor emissies worden gebruikt, ondermeer omdat deze toepassing geen vergelijking met emissiegrenswaarden vereist, en praktisch omdat de draagbare uitvoering een aantal concessies inhoudt, bijvoorbeeld het gebruik van omgevingslucht als branderlucht.



Figuur 2: Foto FID

1.2.4.3 Kalibratie

Standaard wordt de FID-analyzer gekalibreerd met methaan. Er moet volgens EPA Method 21 gekalibreerd worden met minstens twee verschillende concentraties van het ijkgas. Eén concentratie bevindt zich nabij de laagste concentratie van het meetgebied en de andere bevindt zich nabij de hoogste concentratie van het meetgebied.

- In het meetgebied van 0 tot 500 ppm methaanequivalenten wordt de FID gekalibreerd door een zero met omgevingslucht en met 500 ppm methaan.
- In het meetgebied van 1000 ppm tot 10 000 ppm methaanequivalenten wordt de FID gekalibreerd met 1000 ppm en 10 000 ppm.

Indien één component gemeten wordt, kan ook met de component zelf geijkt worden. Of indien de ijking met een bepaalde component resulteert in een lagere responsfactor kan ook met deze component geijkt worden.

1.2.4.4 Beperkingen en opmerkingen

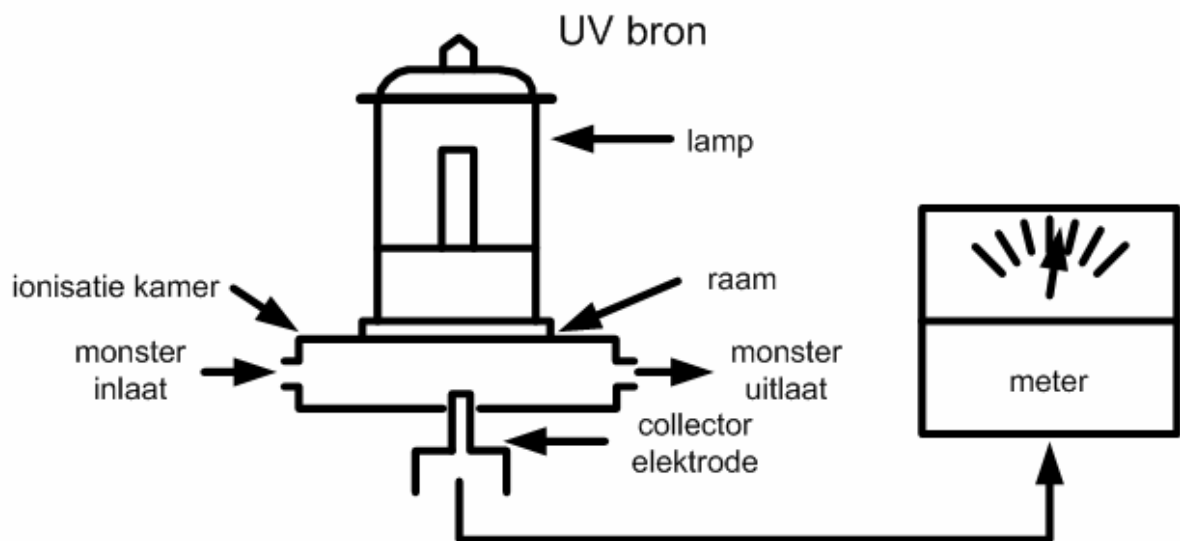
- De FID geeft aan dat er organische componenten aanwezig zijn, maar geeft niet aan welke componenten dit zijn.
- De FID moet minstens gekalibreerd worden vóór en na een meetsessie.

1.2.5 Foto-ionisatiedetector (PID)

1.2.5.1 Werkingsprincipe

De foto-ionisatiedetector (PID) is een draagbare dampfase- en gasdetector die een heel gamma aan organische componenten kan detecteren. Foto-ionisatie gebeurt wanneer een atoom of molecule licht absorbeert met een voldoende energie om een elektron vrij te kunnen stellen van het atoom of molecule en zo een positief geladen ion over te laten.

De PID bestaat uit een ultraviolet lamp die fotonen emitteert die geabsorbeerd worden door de component in de ionisatiekamer (Figuur 3). Ionen (atomen of moleculen die voldoende energie opgevangen hebben om elektronen vrij te stellen of op te vangen hebben dan een netto positieve of netto negatieve lading) die geproduceerd zijn gedurende dit proces worden opgevangen door elektroden. De stroom die hierbij ontstaat is een maat voor de gemeten concentratie. Omdat slechts een kleine fractie van de analytmoleculen geïoniseerd zijn, wordt deze methode als een niet-destructieve methode beschouwd en laat dit toe om deze detector in combinatie met een andere detector te gebruiken om de analysesresultaten te bevestigen. Daarenboven zijn PID's beschikbaar in verschillende lampconfiguraties. De resultaten zijn vrijwel onmiddellijk afleesbaar.



Figuur 3: Schematische voorstelling PID

1.2.5.2 Toestel

De PID (Figuur 4, RAE ppb VOC monitor PGM-7240) wordt gebruikt voor indicatieve metingen om lekken en diffuse emissies op te sporen. Doordat er - in tegenstelling tot de FID - geen brandergassen nodig zijn, maar alleen een UV-lamp voor de ionisatie - is het toestel gemakkelijker in draagbare versie te hanteren en is het voor zijn autonomie alleen aangewezen op batterijen. De PID reageert sterk op moleculen met dubbele bindingen: aromaten, esters, ketonen, maar wegens de hogere ionisatiepotentiaal nauwelijks op organische stoffen met slechts één koolstofatoom zoals dichloormethaan, methanol, freonen, en op alkanen.

Door de nadelen van de PID: namelijk een sterk verschillende respons voor componenten met verschillende ionisatiepotentiaal, gevoeligheid voor ioniseerbare anorganische gassen, en de ongevoeligheid voor verzadigde koolwaterstoffen, hangt de toepasbaarheid van het toestel sterk af van de te meten componentenmix.



Figuur 4: Foto PID

1.2.5.3 Kalibratie

Standaard wordt de PID-analyzer gekalibreerd met isobutyleen. Er moet volgens EPA Method 21 gekalibreerd worden met minstens twee verschillende concentraties van het ijkgas. Eén concentratie bevindt zich nabij de laagste concentratie van het meetgebied en de andere bevindt zich nabij de hoogste concentratie van het meetgebied.

- In het meetgebied van 0 tot 10 ppm isobutyleenequivalenten wordt de PID gekalibreerd door een zero met omgevingslucht en met 10 ppm isobutyleen.
- In het meetgebied van 10 ppm tot 100 ppm isobutyleenequivalenten wordt de PID gekalibreerd met 10 ppm en 100 ppm isobutyleen.

Indien één component gemeten wordt, kan ook met de component zelf geïjkt worden. Of indien de ijking met een bepaalde component resulteert in een lagere responsfactor kan ook met deze component geïjkt worden.

1.2.5.4 Beperkingen en opmerkingen

- De PID geeft aan dat er organische componenten aanwezig zijn, maar geeft niet aan welke componenten dit zijn.
- De meting van de PID wordt beïnvloed door waterdamp. Regen beïnvloedt de werking.
- Hoge methaanconcentraties kunnen de werking beïnvloeden.
- Snelle variaties van temperatuur en elektrische velden kunnen de respons van het instrument beïnvloeden.
- De PID moet minstens gekalibreerd worden vóór en na een meetsessie.

1.3 Kalibratie van het meetapparaat

1.3.1 Kalibratiegassen

Het meetapparaat wordt gekalibreerd in volumetrische part per million (ppmv) van de referentiecomponent. De kalibratiegassen vereist voor de meting of de evaluatie van de instrument performantiekriteria zijn een zerogas en één of meerdere kalibratiegas(sen) in lucht dat (die) opgegeven is (zijn) voor het kalibratiegebied. Als cilinders met kalibratiegas gebruikt worden, moeten hierbij een analysecertificaat zitten waarbij een accuraatheid van 2% gegarandeerd is [ref. 1]. Eveneens moet een houdbaarheidsdatum opgegeven zijn. Standaarden moeten opnieuw geanalyseerd worden of vervangen worden aan het eind van de houdbaarheidsdatum. Kalibratiegassen kunnen aangemaakt worden door de gebruiker volgens een aanvaarde gasstandaardaanmaakprocedure. Hierbij moet een accuraatheid van 2% gegarandeerd worden. Gemaakte standaarden moeten elke dag vervangen worden tenzij aangetoond kan worden dat ze niet degraderen gedurende de opslag.

Kalibraties kunnen uitgevoerd worden met andere componenten dan de referentiecomponenten als een responsfactor bepaald wordt voor die alternatieve component zodat de

resulterende meteruitlezing omgezet kan worden naar de resultaten van de referentiecomponenten.

1.3.2 Kalibratiefrequentie

Om verzekerd te zijn van een goede meetwaarde moet het meetapparaat regelmatig worden gekalibreerd met een ijkgas. Minimaal moet het apparaat worden gekalibreerd:

- voorafgaand aan een meetsessie
- na een meetsessie

Indien blijkt dat na een meting het meetapparaat meer dan 10% afwijkt van de ijkgasconcentratie, moeten de metingen vanaf de vorige kalibratie herhaald worden [ref. 1]. Aangeraden wordt om ook tussentijds te kalibreren, bv. na 3 uur meten.

1.3.3 Kalibratieprocedure

Start de analyzer op volgens de instructies van de fabrikant. Na een opwarmingsperiode en een interne zerokalibratie, dient het kalibratiegas aangeboden te worden aan de bemonsteringssonde. Pas de instrument uitlezing aan aan de overeenkomstige kalibratiegas waarde.

Opmerking: Als de meteruitlezing niet aangepast kan worden aan de kalibratiegaswaarde, betekent dit dat de analyzer slecht functioneert en dat deze nagekeken moet worden.

1.4 Meetplaatsen

Er wordt een onderscheid gemaakt tussen 3 types van meetplaatsen, nl. lekken, ventilatieopeningen en (bedrijfs-)ruimten.

1.4.1 Metingen van lekken (volgens EPA Method 21)

1.4.1.1 Detecteerbare lekken

Detecteerbare lekken zijn gemeten lekken waarvan de afkomst bekend is.

Plaats de inlaat van de sonde aan het oppervlak waar de lek plaatsvindt. Beweeg met de sonde rondom de lekplaats terwijl de meteruitlezing bekeken wordt. Als een toename in de meteruitlezing wordt opgemerkt, beweeg de sonde dan traag naar de plaats waar de maximale meteruitlezing wordt waargenomen. Laat de inlaat van de sonde minstens twee maal de responstijd op deze plaats. Voorbeelden van plaatsen waar lekken kunnen optreden zijn:

- a) **Kranen.** De meest voorkomende lekplaats is hier de dichting tussen de spindel en de behuizing. Plaats de inlaat van de sonde aan het oppervlak waar de spindel de

dichting verlaat en bemonster rondom de spindel. Plaats eveneens de sonde tegen alle dichtingen. Bij meerdelige kranen moeten alle potentiële lekplaatsen onderzocht worden.

- b) **Flenzen en andere verbindingen.** Bij flenzen, moet de inlaat van de sonde aan de buitenkant van de pakking of las geplaatst worden en rondom de flens bewogen worden. Andere types van verbindingen (bv. schroefdraadverbindingen) dienen analoog onderzocht te worden.
- c) **Pompen en compressoren.** Beweeg de sonde rondom het buitenoppervlak van de pomp of compressorschacht en dichtingen. Als de bron een roterende schacht is, moet de inlaat van de sonde binnen de 1 cm van het schachtdichtend oppervlak worden geplaatst. Als de behuizing het onmogelijk maakt om een complete screening van de schacht mogelijk te maken, meet dan enkel de toegankelijke plaatsen. Meet eveneens alle andere dichtingen van de pomp of van de compressor behuizing waar lekkages kunnen optreden.
- d) **Veiligheidsventielen (afblaas naar de atmosfeer).** De configuratie van de meeste veiligheidsventielen laat het niet toe om de plaatsen met dichtingen te meten. Bij de apparatuur die een aanbouw of een uitsteeksel bevat, moet de inlaat van de sonde in het midden van de afvoerplaats naar de atmosfeer toe geplaatst worden.
- e) **Afvoerkanalen.** Voor open afvoerkanalen moet de inlaat van de sonde ongeveer aan het open oppervlak naar de atmosfeer toe geplaatst worden. Voor bedekte afvoerkanalen moet de sonde rondom het oppervlak van het bedekte raakvlak geplaatst worden.
- f) **Open einden van leidingen of kranen.** Plaats de inlaat van de sonde ongeveer in het midden van de opening naar de atmosfeer.
- g) **Afgasplaatsen en opslagplaatsventilatie.** Plaats de inlaat van de sonde ongeveer in het midden van de opening naar de atmosfeer.
- h) **Toegangsdeurdichtingen.** Plaats de inlaat van sonde ongeveer aan de dichting van de deur en screen de volledige dichting.

1.4.1.2 Niet detecteerbare lekken

Niet-detecteerbare lekken zijn gemeten lekken waarvan de afkomst niet direct bekend is.

Bepaal de lokale omgevingsconcentratie rond een bron door de inlaat van de sonde willekeurig heen en weer te bewegen op een afstand van 1 à 2 m van de bron. Als een interferentie bestaat met een nabijgelegen emissie of lek, kan de lokale omgevingsconcentratie dichter bij de bron bepaald worden. In geen geval mag de afstand minder zijn dan 25 cm.

1.4.2 Metingen aan ventilatieopeningen

Ventilatieopeningen zijn opstaande ramen, deuren, roosters en afzuigingen.

Voor de bepaling van de concentratie in een ventilatieopening moet eerst het meetvlak bij de ventilatieopening bepaald worden (zie Deel 1 van de Code van Goede Praktijk Diffuse VOS-emissies, [ref. 7]). Op basis van dit meetvlak dient het aantal meetpunten bepaald te

worden. Het aantal meetpunten is afhankelijk van de homogeniteit van de concentraties in het meetvlak (zie §3.4.2).

Bij ventilatieopeningen wordt de concentratie in de opening bepaald door de inlaat van de sonde in het meetvlak te plaatsen. Hierbij wordt opgemerkt dat de uitstroomconcentraties gemeten moeten worden en niet de omgevingsconcentraties of verdunde concentraties.

Door de combinatie van debietsmetingen en concentratiemetingen aan de ventilatieopeningen kan een (diffuse) emissiestroom door een ventilatieopening berekend worden.

1.4.3 Metingen in (bedrijfs-)ruimten

Om de verdeling van de concentraties VOS in een ruimte te bepalen wordt de ruimte volgens een rasterpatroon opgedeeld in een aantal meetpunten. Aan elk meetpunt wordt een XY(Z)-coördinaat toegekend. Met behulp van al de meetpunten kan een plot gemaakt worden die de concentraties weergeeft in functie van de plaats. Een plot geeft een goed overzicht van de plaatsen met hoogste concentraties en van de emissiestromen in een ruimte.

DEEL 2: EXPERIMENTEEL ONDERZOEK VAN DE DIFFUSE CONCENTRATIEMETING

2.1 Aanmaak van gasmengsels

Er wordt een generatiesysteem gebruikt voor de aanmaak van droge of natte testgasmengsels (o.a. KWS) in stikstof of lucht in het referentielaboratorium voor emissiemetingen.

2.2 Responstijd

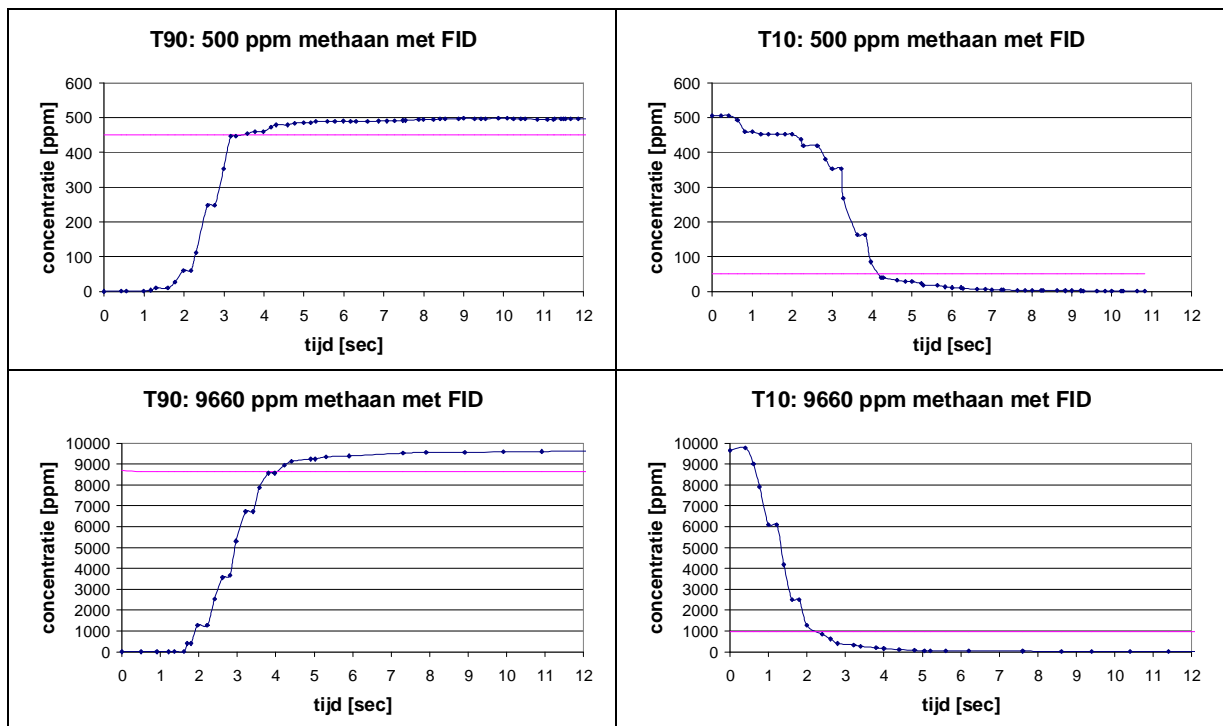
2.2.1 Responstijd FID

Voor de FID-analyzer zijn de responstijden T10 en T90 bepaald voor twee concentraties methaan:

- 500 ppm (ijkgasfles)
- 9 660 ppm (aangemaakt door een 1-stapverdunding met het generatiesysteem)

Eerst is de FID-analyzer gekalibreerd met het te meten gas en een zero met omgevingslucht. Hierna is de tijd geregistreerd die nodig is om 90% van de gasconcentratie te meten vertrekkende van de achtergrondconcentratie. Eénmaal bereikt, wordt nulgas aangeboden en wordt de tijd geregistreerd wanneer het signaal tot 10% is gevallen.

De uitlezing van de FID-analyzer en de chronometer zijn simultaan opgenomen met een videocamera. De gemeten concentraties in functie van de tijd zijn weergegeven in Figuur 5:



Figuur 5: T10 en T90 bij 500 ppm en 9 660 ppm methaan bij de FID-analyzer

Tabel 1: Responstijden FID

		Responstijd FID [sec]	
Concentratie [ppm]	Component	T90	T10
500	methaan	3,6	4,2
9 660	methaan	4,2	2,5
Gemiddelde		4	3

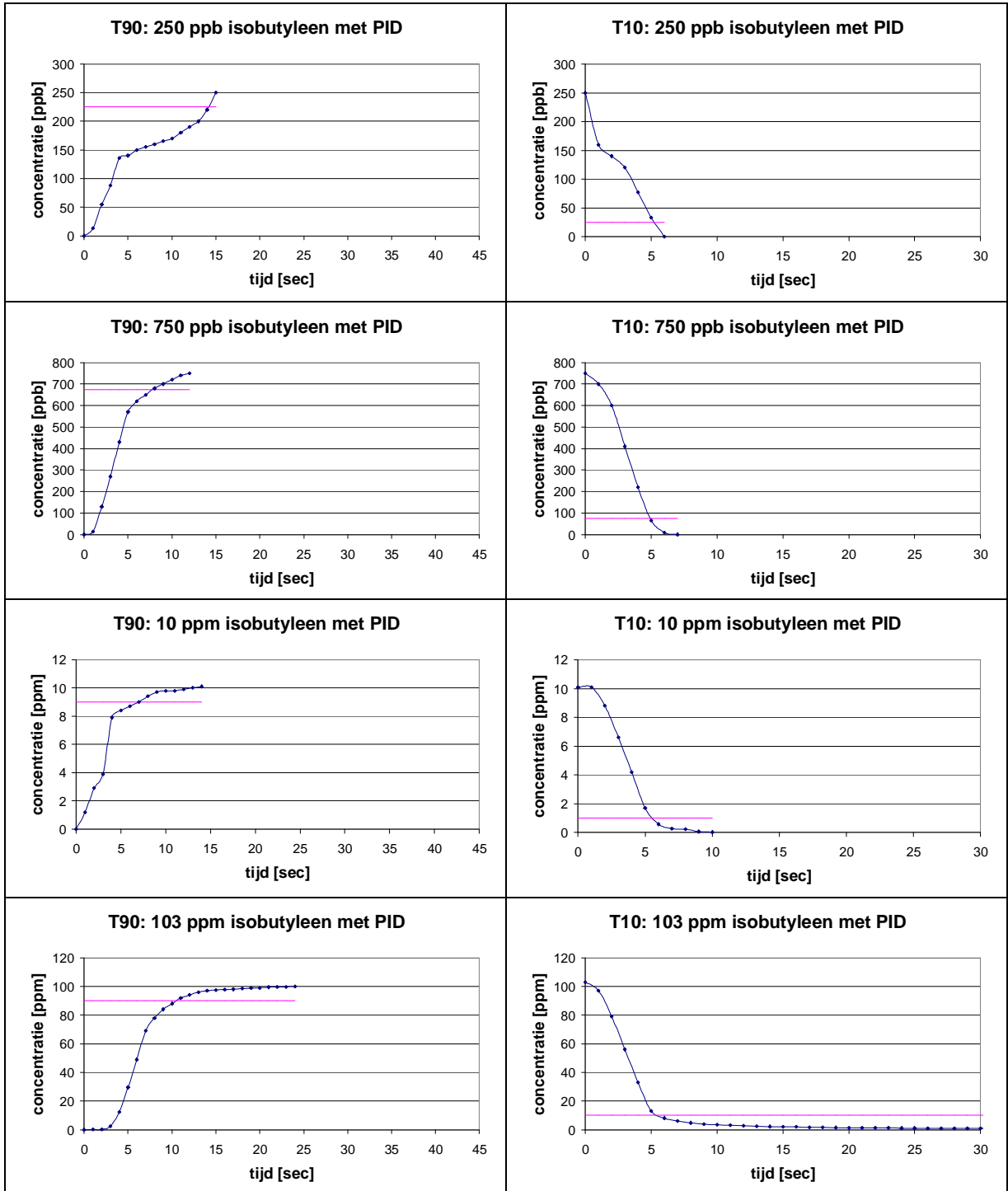
Op basis van de resultaten in Tabel 1 kan geconcludeerd worden dat de gemiddelde responstijd T90 4 seconden bedraagt en de gemiddelde responstijd T10 3 seconden bedraagt.

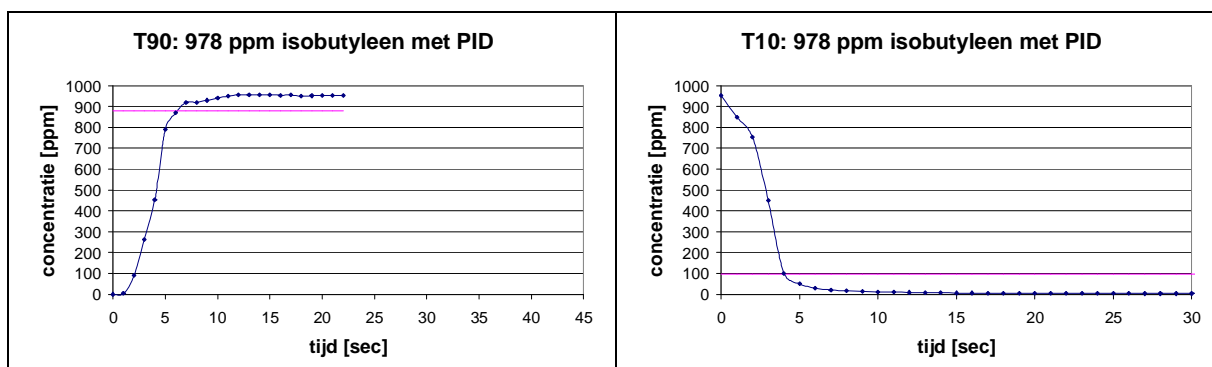
2.2.2 Responstijd PID

Voor de PID-analyzer zijn de responstijden T10 en T90 bepaald voor vijf concentraties isobutyleen:

- 250 ppb (aangemaakt door een 2-stapsverduunning met het generatiesysteem)
- 750 ppb (aangemaakt door een 2-stapsverduunning met het generatiesysteem)
- 10 ppm (ijkfles)
- 103 ppm (ijkfles)
- 978 ppm (aangemaakt door een 1-stapverduunning met het generatiesysteem)

Eerst is de PID-analyzer gekalibreerd met het te meten gas en een zero met stikstof. Hierna is de tijd geregistreerd die nodig is om 90% van de gasconcentratie te meten vertrekkende van de achtergrondconcentratie. Eénmaal de gasconcentratie bereikt is, wordt de tijd geregistreerd om vanuit de gasconcentratie 10% van de gasconcentratie te bereiken. De uitgelezen concentraties zijn om de seconde genoteerd en zijn weergegeven in Figuur 6:





Figuur 6: T10 en T90 bij 0,25 ppm, 0,75 ppm, 10 ppm, 103 ppm en 978 ppm isobutyleen bij de PID-analyzer

In Tabel 2 worden de T10 en T90 bij de verschillende concentraties weergegeven:

Tabel 2: Responstijden PID

Concentratie [ppm]	Component	Responstijd PID [sec]	
		T90	T10
0,25	isobutyleen	15	6
0,75	isobutyleen	8	5
10	isobutyleen	7	6
103	isobutyleen	11	6
978	isobutyleen	7	5
Gemiddelde		10	6

Uit Tabel 2 kan geconcludeerd worden dat de gemiddelde responstijd T90 voor de meting met de PID 10 seconden bedraagt en dat de gemiddelde responstijd T10 6 seconden bedraagt.

2.3 Meettijd bij concentratiemetingen

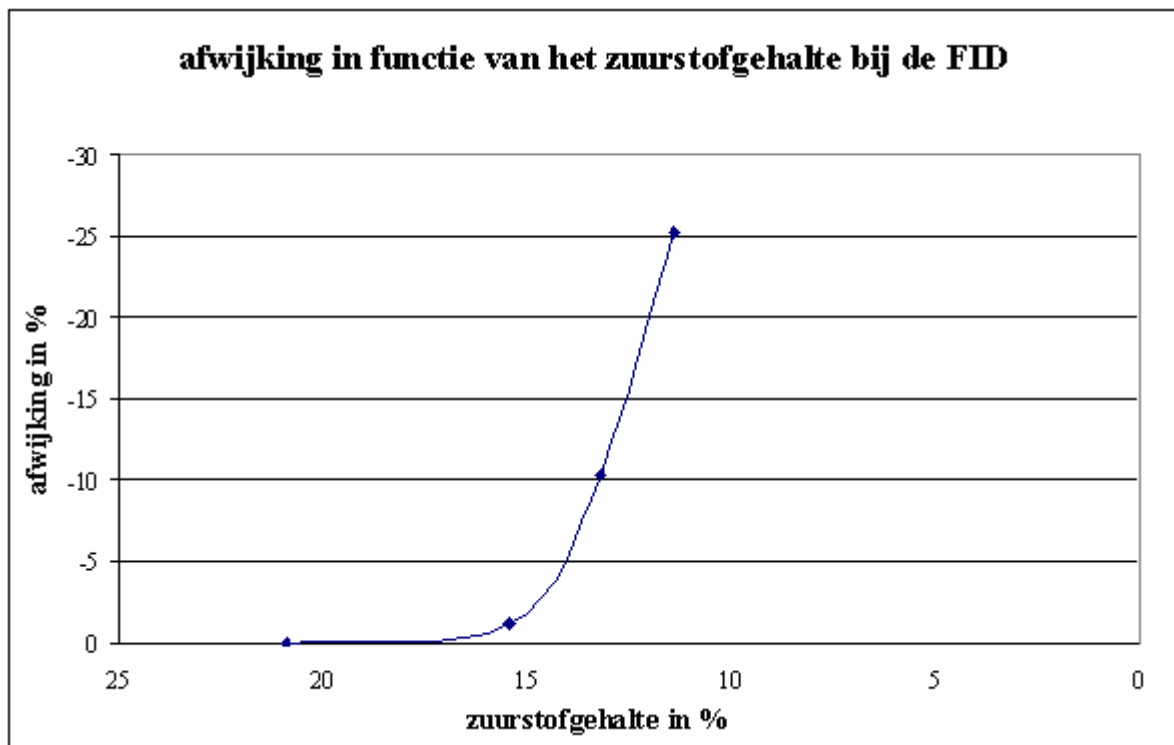
Bij grote verschillen tussen de concentraties van achtereenvolgende meetpunten moet minstens gedurende een tijd T90 (T10) gewacht worden vooraleer de meetwaarden te registreren. Vervolgens kan dan gedurende een meettijd van minstens 4 keer de tijd T90 [ref. 3] per meetpunt gemeten worden. Voor de FID-analyzer wordt een meettijd van 16 sec geadviseerd en voor de PID-analyzer wordt een meettijd van 40 sec geadviseerd.

2.4 Onderzoek naar de invloed van het zuurstofgehalte bij de FID

Bij de FID-analyzer is zuurstof (uit de omgevingslucht) nodig voor de werking. In dit deel is nagegaan wat het minimum zuurstofgehalte is voor een goede meting. Met het generatiesysteem zijn gassen gemaakt met een verschillend zuurstofgehalte en met een zelfde methaanconcentratie van 425 ppm (3-stapsverduunning). Het zuurstofgehalte is gewijzigd door de aandelen lucht en stikstof in het gas te wijzigen.

Tabel 3: Invloed van het zuurstofgehalte op de gemeten concentratie methaan bij de FID

Zuurstofgehalte %	Gemeten concentratie [ppm]	Invloed zuurstofgehalte in %
20,9	425	0
15,4	420	-1
13,2	381	-10
11,4	318	-25
10,4	-	



Figuur 7: Afwijking in functie van het zuurstofgehalte bij de FID

Uit Tabel 3 en Figuur 7 blijkt dat de gemeten concentratie afhankelijk is van het zuurstofgehalte. De uitgelezen concentratie neemt af bij een dalend zuurstofgehalte. Vanaf een zuurstofgehalte van 16% is de afwijking ten gevolge van een beperkt zuurstofgehalte

lager dan -1%. Bij een zuurstofgehalte van 10,4% valt de vlam van de FID-analyzer uit. Bij lagere zuurstofgehalten zal de gemeten concentratie voor de afwijking gecompenseerd moeten worden op basis van Figuur 7.

2.5 Onderzoek naar de invloed van het watergehalte

Bij de FID- en PID-analyzer is de invloed van het watergehalte op de gemeten concentraties onderzocht.

2.5.1 Invloed van het watergehalte bij de FID

Met het generatiesysteem is een concentratie van 414 ppm methaan in lucht aangemaakt (via een 3-stapsverduunning). Deze concentratie is gemeten met de FID-analyzer in droge lucht en in natte lucht (vochtgehalte 2,10%). De gemeten concentraties in de lucht met water zijn gecorrigeerd voor de verduunning met het toegevoegde volume water (Tabel 4).

Tabel 4: Effect van het watergehalte op de gemeten concentratie met de FID

	Aanmaak in droge lucht [ppm]	Gemeten [ppm]	Gecorrigeerd voor toegevoegd volume water [ppm]	Invloed watergehalte in %
droge lucht	414	414	414	
lucht met 2,10% water	414	400	409	-1

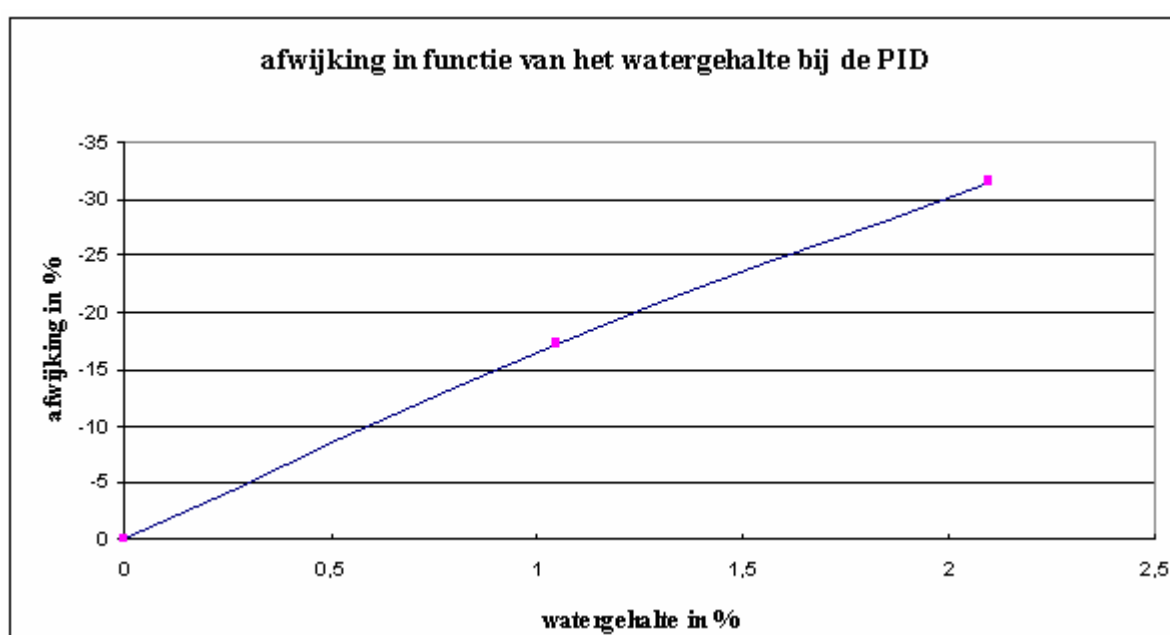
De invloed van het watergehalte op de gemeten concentratie is -1%.

2.5.2 Invloed van het watergehalte bij de PID

Met het generatiesysteem is een concentratie van 9,15 ppm isobutyleen aangemaakt (via een 3-stapsverduunning). Deze concentratie is gemeten met de PID-analyzer in droge lucht en in natte lucht (vochtgehaltenes 1,05% en 2,10%). De gemeten concentraties in de lucht met water zijn gecorrigeerd voor de verduunning met het toegevoegde volume water (Tabel 5).

Tabel 5: Effect van het watergehalte op de gemeten concentratie met de PID

	Aanmaak in droge lucht [ppm]	Gemeten [ppm]	Gecorrigeerd voor toegevoegd volume water [ppm]	Invloed watergehalte in %
droge lucht	9,15	9,15	9,15	0
lucht met 1,05% water	9,15	7,50	7,58	-17
lucht met 2,10% water	9,15	6,20	6,27	-32



Figuur 8: Afwijking in functie van het watergehalte bij de PID

Uit Tabel 5 en Figuur 8 is geconcludeerd dat een hoger watergehalte in de luchtstroom resulteert in een lagere gemeten concentratie. Voor een watergehalte van 1,05% is de afwijking -17% en voor een watergehalte van 2,10% is de afwijking -32%.

Het watergehalte heeft een belangrijke invloed op de metingen omdat het watergehalte in de lucht afhankelijk is van de temperatuur en de relatieve luchtvochtigheid. Als voorbeeld zijn de watergehalten berekend bij de temperaturen van 0°C en 24°C en een relatieve luchtvochtigheid van telkens 70%. Eerst zijn de verzadigde watergehalten berekend:

- 0°C: verzadigd watergehalte: 0,6%
- 24°C: verzadigd watergehalte: 2,9%

Vervolgens is het watergehalte berekend bij 70% relatieve luchtvochtigheid:

- 0°C: watergehalte: 0,4%
- 24°C: watergehalte: 2,1%

Bij de metingen in de omgevingslucht heeft het watergehalte een belangrijk effect op de gemeten concentratie. De PID-analyzer wordt gekalibreerd met droge lucht. Bij een temperatuur van 24°C en een relatieve luchtvochtigheid van 70% is de gemeten concentratie 32% lager zijn dan de werkelijke waarde. Bij hogere temperaturen en/of hogere relatieve luchtvochtigheden is de gemeten concentratie meer dan 32% lager dan werkelijke concentratie.

2.6 Lineariteit

De lineariteit van de analyzer is bepaald door minstens 6 verschillende gekende concentraties te meten met de analyzer. De concentraties zijn verdeeld over het meetbereik van de analyzer.

2.6.1 Lineariteit van de FID

Bij de FID-analyzer zijn tien verschillende concentraties methaan gemeten tussen de 0 en 10 013 ppm in stikstof. Wegens explosiegevaar zijn er geen hogere concentraties methaan gegenereerd. De aangemaakte concentraties zijn weergegeven in Tabel 6. De concentraties vanaf 500 ppm zijn aangemaakt met een 1-stapverdunning en de concentraties lager dan 500 ppm zijn aangemaakt met een 2-stapsverdunning. In het meetgebied van 0 tot 500 ppm is de analyzer gekalibreerd op zero met omgevingslucht en 500 ppm methaan. In het meetgebied van 500 tot 10 013 ppm methaan is de analyzer gekalibreerd met 500 en 10 013 ppm methaan.

Tevens zijn de procentuele afwijkingen van de gemeten concentratie t.o.v. de aangemaakte concentratie weergegeven in Tabel 6.

Tabel 6: Lineariteit van de FID

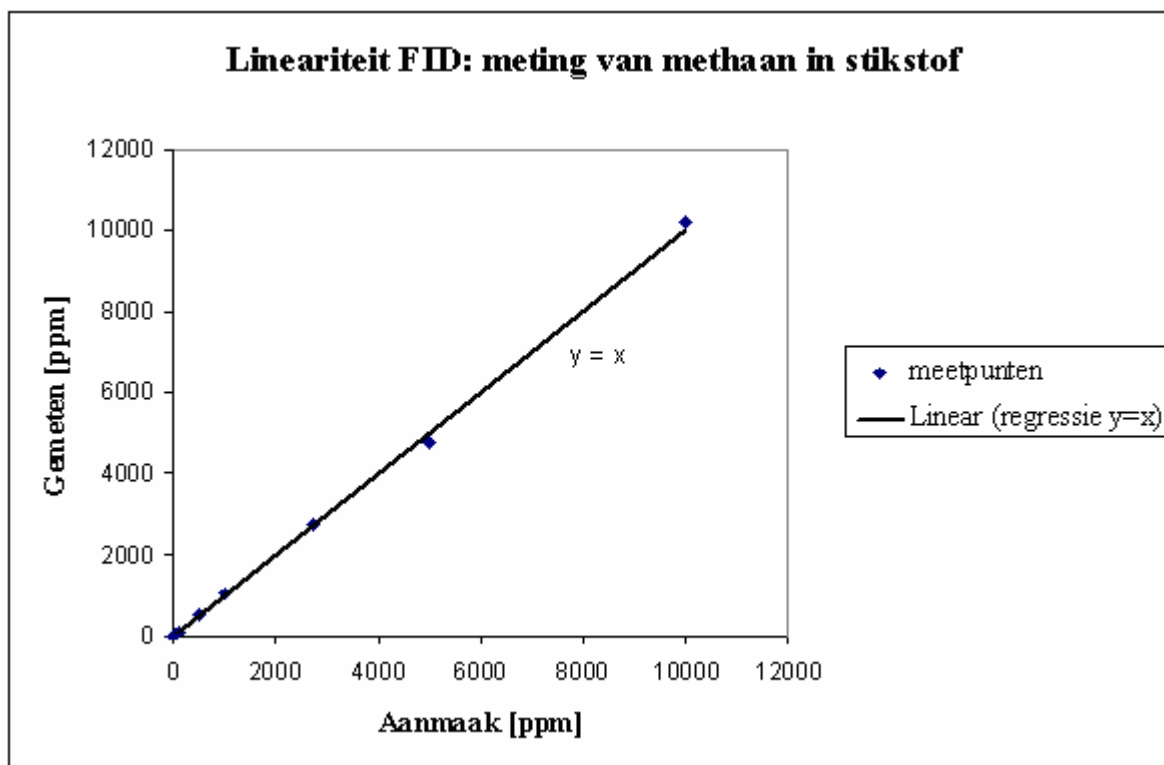
Aanmaak [ppm]	Gemeten [ppm]	Afwijking van de aanmaak %
10 013	10 200	2
5 006	4 795	-4
2 731	2 760	1
999	1 060	6
500	521	4
102	97	-5
40	37	-8
11	9,4	-15
2,8	2,5	-11
0,11	0,12	13

In Figuur 9 zijn de gemeten concentraties uitgezet t.o.v. de aangemaakte concentraties. De overeenkomstige lineaire regressievergelijking van de meetpunten is:

$$Y = X$$

Met: X: aanmaakconcentratie

Y: de concentratie op de lineaire regressie



Figuur 9: Lineariteit van de FID

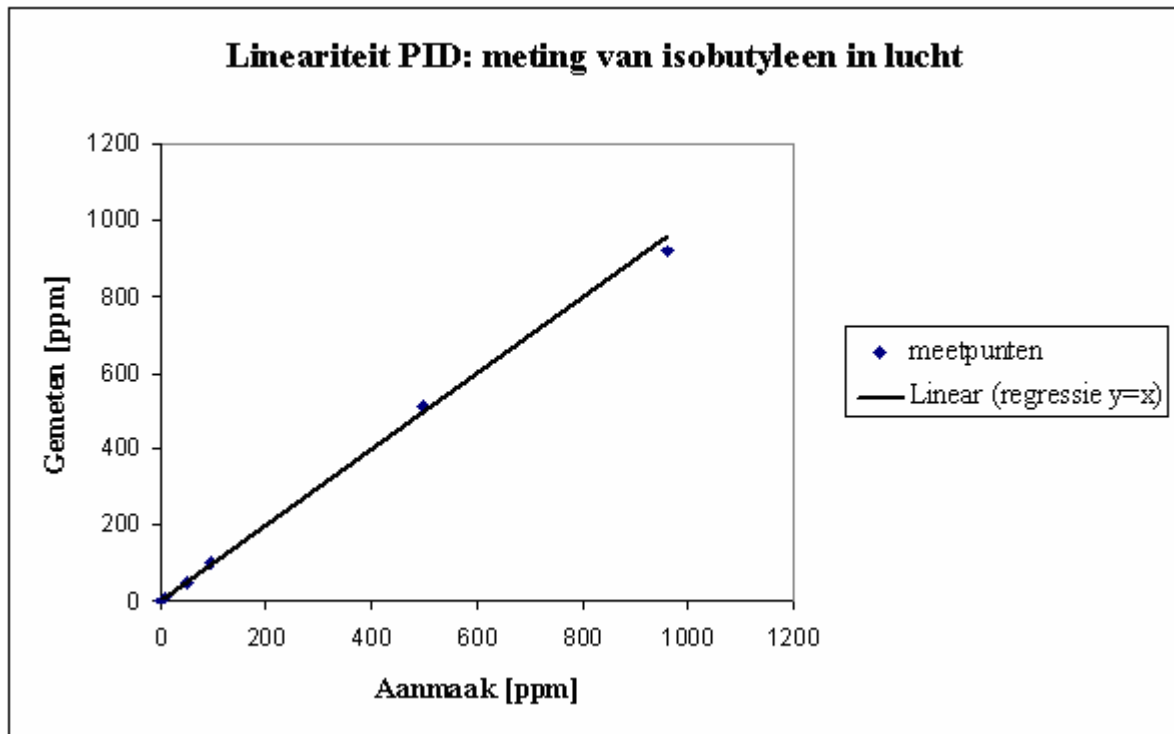
2.6.2 Lineariteit van de PID

Bij de PID-analyzer zijn zeven verschillende concentraties isobutyleen in lucht gemeten. De aangemaakte concentraties zijn weergegeven in Tabel 7. De PID-analyzer is gekalibreerd met 10 ppm isobutyleen.

Tevens zijn de procentuele afwijkingen van de gemeten concentratie t.o.v. de aangemaakte concentratie weergegeven in Tabel 7.

Tabel 7: Lineariteit van de PID

Aanmaak [ppm]	Gemeten [ppm]	Afwijking van de aanmaak %
959	921	-4
499	512	3
96	100	4
49	52	6
9,59	9,40	-2
2,07	1,97	-5
0,104	0,097	-7



Figuur 10: Lineariteit van de PID

In Figuur 10 zijn de gemeten concentraties uitgezet t.o.v. de aangemaakte concentraties. De overeenkomstige lineaire regressie is:

$$Y=X$$

Met: X: aanmaakconcentratie

Y: de concentratie op de lineaire regressie

2.7 Detectielimiet en bepalingsgrens

De detectielimiet en de bepalingsgrens van de FID/PID-analyzer zijn bepaald door 6 maal een zerogas te meten. De detectielimiet is de gemiddelde waarde van deze 6 metingen vermeerderd met 3 keer de standaardafwijking van deze 6 waarden. De bepalingsgrens is de gemiddelde waarde van deze 6 metingen vermeerderd met 6 keer de standaardafwijking van deze 6 waarden.

2.7.1 Detectielimiet en bepalingsgrens FID

Het zerogas van de FID-analyzer is perslucht dat via een actief kool filter wordt aangezogen. Om de minuut wordt een meting gedaan gedurende 16 seconden.

Tabel 8: Detectielimiet en bepalingsgrens FID

Tijd [min]	Gemeten waarde met FID [ppm]
1	0,28
2	0,24
3	0,30
4	0,36
5	0,35
6	0,28
Gemiddelde	0,30
Standaarddeviatie	0,05
Rel. standaardafwijking [%]	15
Detectielimiet [ppm]	0,4
Bepalingsgrens [ppm]	0,6

De detectielimiet van de FID bedraagt 0,4 ppm en de bepalingsgrens bedraagt 0,6 ppm. Deze waarden zijn uitgezonderd het methaan dat van nature in de lucht aanwezig is (2 ppm).

2.7.2 Detectielimiet en bepalingsgrens PID

Het zerogas van de PID-analyzer is stikstof uit een stikstofvat. Om de minuut wordt een meting gedaan gedurende 40 seconden.

Tabel 9: Detectielimiet en bepalingsgrens PID

Tijd [min]	Gemeten waarde met PID [ppb]
1	0
2	0
3	1
4	5
5	6
6	8
Gemiddelde	3
Standaarddeviatie	3
Rel. standaardafwijking [%]	103
Detectielimiet [ppb]	14
Bepalingsgrens [ppb]	24

De detectielimiet van de PID bedraagt 14 ppb en de bepalingsgrens bedraagt 24 ppb.

2.8 Herhaalbaarheid

De herhaalbaarheid wordt getest door 6 maal, verspreid over verschillende dagen dezelfde concentraties aan te maken en te meten.

2.8.1 Herhaalbaarheid FID

De aangemaakte concentraties van 100 en 2 800 ppm methaan zijn met de FID-analyzer gemeten op 6 verschillende tijdstippen verspreid over 3 dagen (Tabel 10 en Tabel 11). Bij de meting van 100 ppm is de analyzer gekalibreerd op zero met omgevingslucht en met 500 ppm methaan. Bij de meting van 2 800 ppm is de analyzer gekalibreerd met 500 en 10 013 ppm methaan. De meetgegevens zijn vergeleken op basis van de verhouding van de gemeten concentratie tot aanmaakconcentratie.

Tabel 10: Herhaalbaarheid FID bij ± 100 ppm methaan

Methaan			
Datum	Aanmaak [ppm]	Gemeten [ppm]	Gemeten/aanmaak [%]
12/12/2006	109,02	106	97
13/12/2006	100,23	98	98
13/12/2006	100,23	97,3	97
13/12/2006	100,82	96,5	96
18/12/2006	90,35	88,67	98
18/12/2006	91,4	87,44	96
Gemiddelde			97
Relatieve standaarddeviatie			1

De gemiddelde verhouding van de gemeten tot de aanmaakconcentratie voor 100 ppm methaan is 97% met een relatieve standaarddeviatie van 1%.

Tabel 11: Herhaalbaarheid FID bij $\pm 2\ 800$ ppm methaan

Methaan			
Datum	Aanmaak [ppm]	Gemeten [ppm]	Gemeten/aanmaak [%]
12/12/2006	2 886	2 700	94
13/12/2006	2 920	2 740	94
13/12/2006	2 731	2 760	101
13/12/2006	2 830	2 838	100
18/12/2006	2 706	2 712	100
18/12/2006	2 707	2 715	100
Gemiddelde			98
Relatieve standaarddeviatie			4

De gemiddelde verhouding van de gemeten tot de aanmaak concentratie voor 2 800 ppm methaan is 98% met een relatieve standaarddeviatie van 4%.

2.8.2 Herhaalbaarheid PID

De aangemaakte concentraties van 2 en 50 ppm isobutyleen zijn met de PID-analyzer gemeten op 6 verschillende tijdstippen verspreid over 3 dagen (zie Tabel 12 en Tabel 13). De PID-analyzer is gekalibreerd op zero met omgevingslucht en met 10 ppm isobutyleen.

Tabel 12: Herhaalbaarheid PID bij ± 2 ppm isobutyleen

Isobutyleen			
Datum	Aanmaak [ppm]	Gemeten [ppm]	Gemeten/aanmaak [%]
12/12/2006	2,45	2,27	93
13/12/2006	2,16	2,05	95
13/12/2006	2,11	1,97	93
13/12/2006	2,14	2,03	95
18/12/2006	2,24	2,41	108
18/12/2006	2,25	2,37	105
Gemiddelde			98
Relatieve standaarddeviatie			7

De gemiddelde verhouding van de gemeten tot de aanmaak voor 2 ppm isobutyleen is 98% met een relatieve standaarddeviatie van 7%.

Tabel 13: Herhaalbaarheid PID bij ± 50 ppm isobutyleen

Isobutyleen			
Datum	Aanmaak [ppm]	Gemeten [ppm]	Gemeten/aanmaak [%]
12/12/2006	51,83	56,3	109
13/12/2006	45,67	44,3	97
13/12/2006	44,62	46,4	104
13/12/2006	45,18	45,4	100
18/12/2006	47,29	47,98	101
18/12/2006	47,58	48,6	102
Gemiddelde			102
Relatieve standaarddeviatie			4

De gemiddelde verhouding van de gemeten tot de aanmaak voor 50 ppm isobutyleen is 102% met een relatieve standaarddeviatie van 4%.

2.9 Responsfactoren

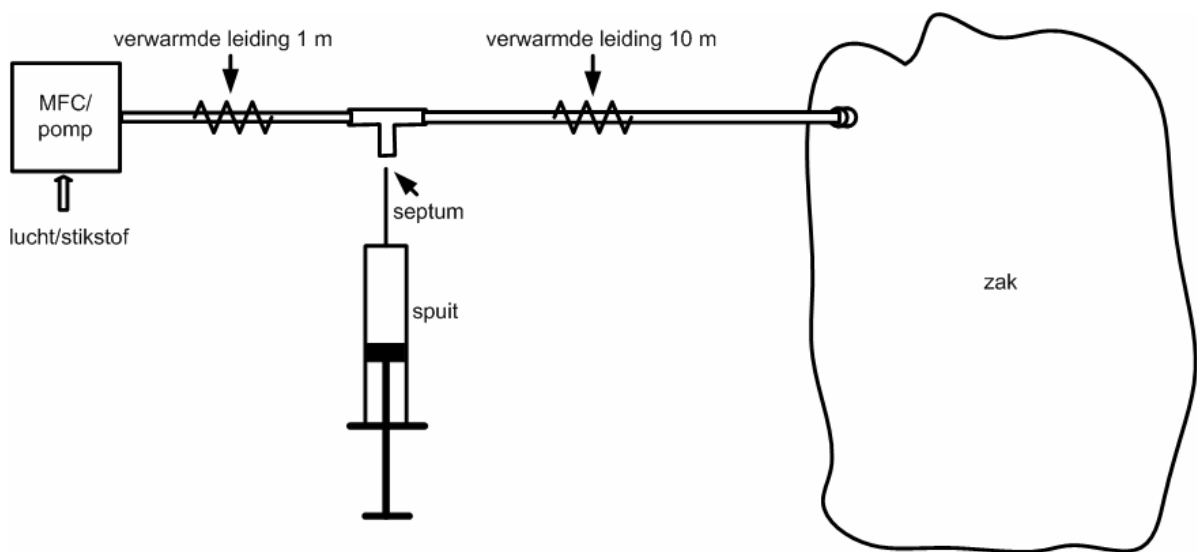
2.9.1 Snelle bepalingmethode voor responsfactoren

De snelle bepalingmethode van de responsfactor omvat het maken van een gasmengsel in een zak gevolgd door de concentratiemeting met de analyzer. De zak wordt gevuld met een gekend volume lucht of stikstof door met een mass flow controller (MFC) of pomp gedurende een bepaalde tijd een debiet aan te maken. Voordat de lucht/stikstof vanuit de mass flow controller in de zak aankomt, wordt deze opgewarmd. De lucht passeert langs een

T-stukje waar een septum is voorzien voor de inspuiting van een vloeibare component. Voor en na het T-stuk bevindt zich een verwarmde leiding op 180°C. De component moet bij het begin van het vullen van de zak ingespoten worden. De verwarmde leiding na het T-stuk moet 10 m lang zijn om een goede menging van de lucht/stikstof met de component mogelijk te maken. De massa aan vloeibare component die toegevoegd is, kan berekend worden door de massa van de spuit voor en na de injectie te meten. Er zijn een Linde-, een Tedlar- en een nalofaanzak getest. De inhoud van de verschillende zakken verschilt:

- Linde: 5 l
- Tedlar: 40 l
- Nalofaan: 50 l

In Figuur 11 wordt de opstelling weergegeven.



Figuur 11: Opstelling aanmaak gasmengsel

Voor de componenten aceton en MEK wordt de responsfactor bepaald met de PID-analyzer. De responsfactoren bovenaan in Tabel 14 ($R_{f_{\text{generatie}}}$) zijn bepaald op basis van concentraties die aangemaakt zijn met het generatiesysteem. Per zak wordt 3 maal een concentratie aangemaakt in stikstof en gemeten met de PID. De in de zakken aangemaakte concentraties worden vergeleken met de afgelezen waarden (op basis van een zero met stikstof en een kalibratie met 10 ppm isobutyleen). Hiermee wordt de responsfactor bepaald.

Tabel 14: Bepaling responsfactoren met PID in testgassen bereid in gaszakken

<u>Aceton</u> Rfgeneratie = 1,11				<u>MEK</u> Rfgeneratie = 0,86			
Nalofaan				Nalofaan			
Aanmaak [ppm]	Afgelezen [ppm]	Responsfactor	Afwijking %	Aanmaak [ppm]	Afgelezen [ppm]	Responsfactor	Afwijking %
71,0	66,4	1,07	3,7	40,0	43,7	0,92	6,4
62,0	56,0	1,11	0,3	57,0	62,0	0,92	6,9
58,0	55,1	1,05	5,2	48,0	53,6	0,90	4,1
Tedlar				Tedlar			
Aanmaak [ppm]	Afgelezen [ppm]	Responsfactor	Afwijking %	Aanmaak [ppm]	Afgelezen [ppm]	Responsfactor	Afwijking %
90,0	74,9	1,20	8,3	76,0	86,6	0,88	2,0
93,0	90,2	1,03	7,1	53,0	67,0	0,79	8,0
61,0	67,2	0,91	18,2	52,0	62,0	0,84	2,5
Linde				Linde			
Aanmaak [ppm]	Afgelezen [ppm]	Responsfactor	Afwijking %	Aanmaak [ppm]	Afgelezen [ppm]	Responsfactor	Afwijking %
319,0	400,0	0,80	28,2	160,0	245,0	0,65	24,1
414,0	399,0	1,04	6,5	320,0	365,0	0,88	1,9
458,0	620,0	0,74	33,4	195,0	293,0	0,67	22,6

Uit de resultaten uit Tabel 14 kan besloten worden dat de met behulp van de nalofaanpak bepaalde responsfactoren minder afwijken van de $Rf_{\text{generatie}}$ dan de Tedlar- en Lindezak. Het volume van de zak lijkt belangrijker dan het type zak. De trend is dat een grotere zak geschikter is voor een betrouwbare bepaling van de reponsfactor. De afwijkingen van de responsfactoren bepaald op basis van de Lindezak t.o.v. de $Rf_{\text{generatie}}$ zijn te groot. De beste zak voor de bepaling van de responsfactor is de zak met een inhoud van 50 l (nalofaanpak). De concentratie moet onmiddellijk na de aanmaak gemeten worden.

2.9.2 Responsfactoren van verschillende componenten

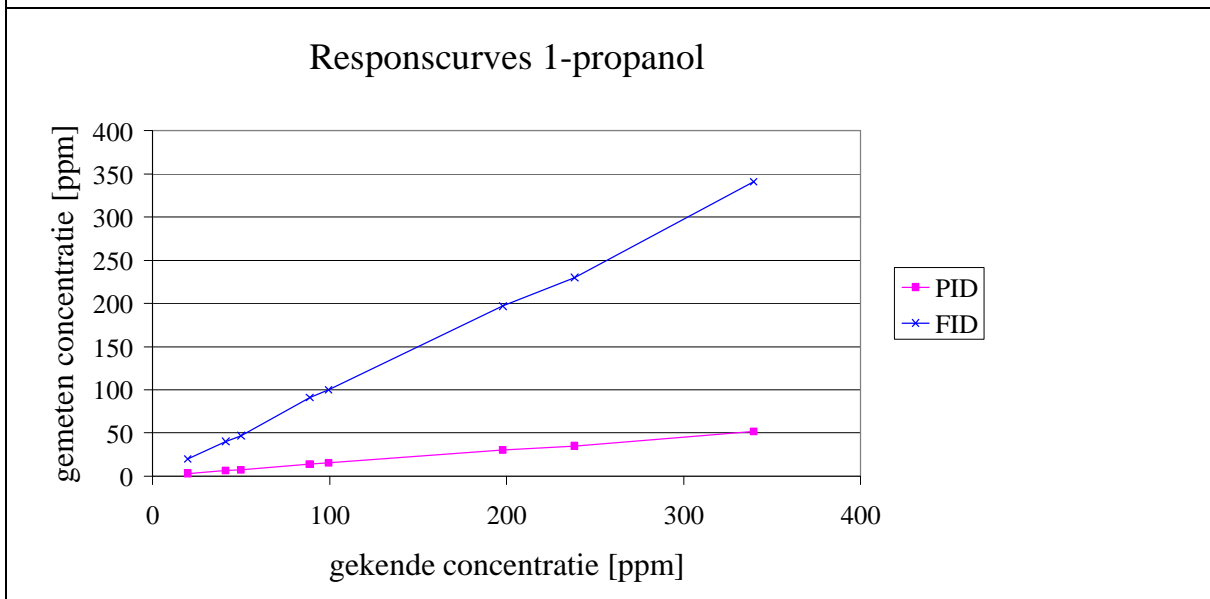
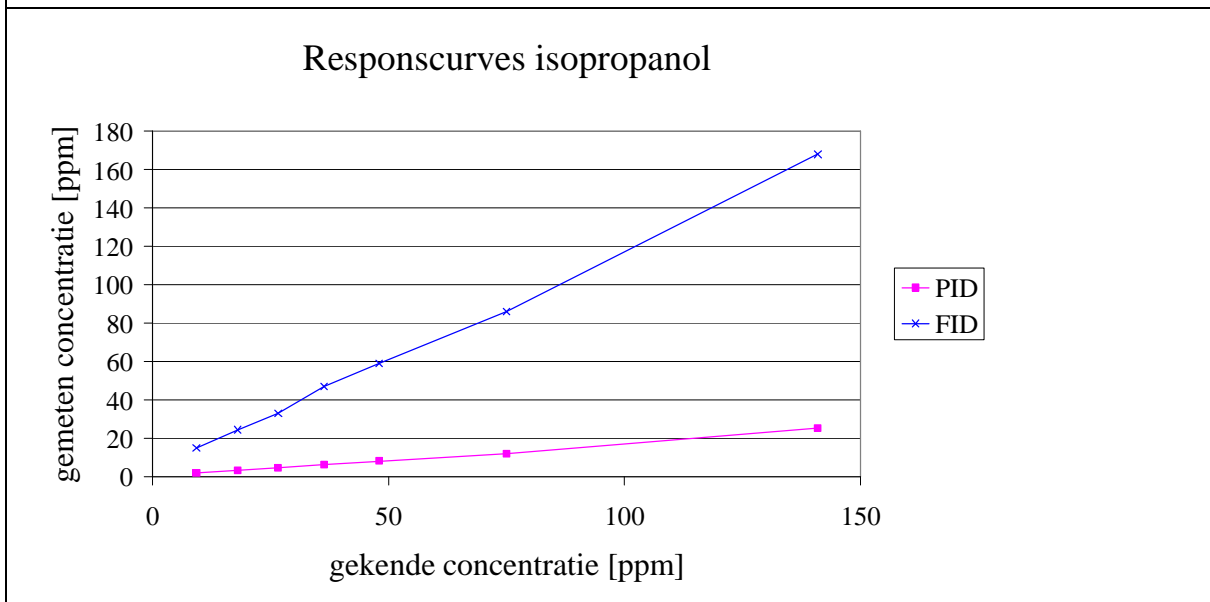
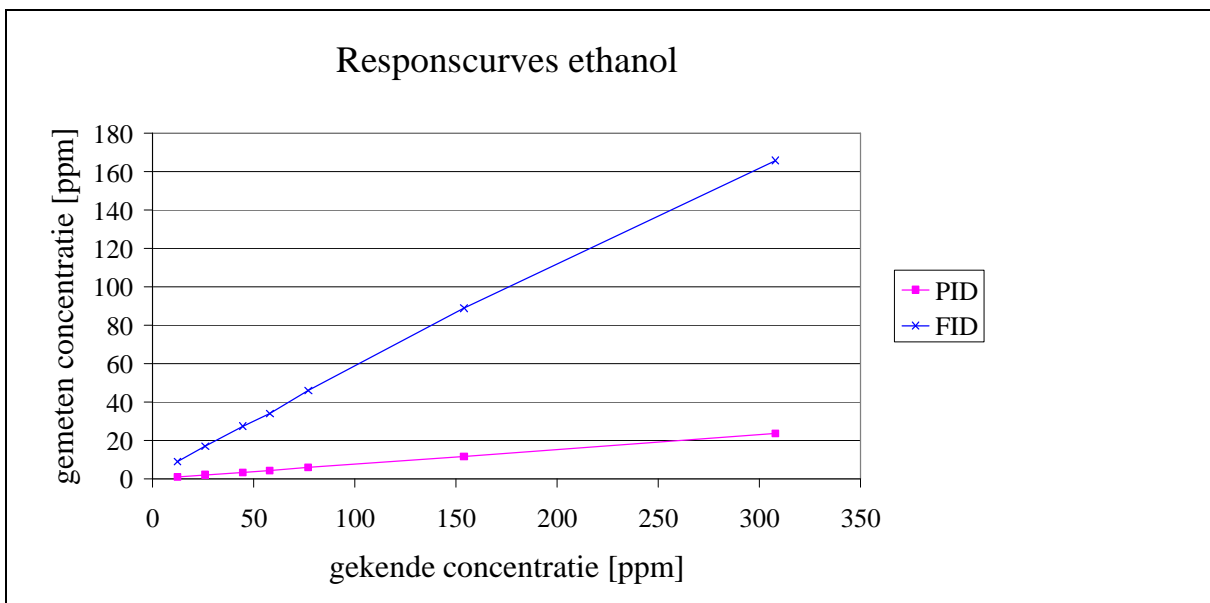
Van verschillende solventen zijn de responsfactoren van de PID- en FID-analyzer bepaald op basis van concentraties die aangemaakt zijn met het generatiesysteem (Tabel 15). De FID-analyzer is gekalibreerd met een zero met omgevingslucht en met 500 ppm methaan. De PID-analyzer is gekalibreerd met een zero met omgevingslucht en met 10 ppm isobutyleen. In elke concentratierange zijn 7 tot 12 verschillende concentraties aangemaakt (Tabel 12). In Tabel 15 zijn de gemiddelde responsfactoren van het opgegeven concentratiegebied en de bijhorende procentuele standaarddeviatie uitgerekend. Voor ethanol zijn er 3 verschillende dagen waarop de responsfactor is bepaald voor hetzelfde concentratiegebied. De responsfactor van de PID is telkens groter dan de responsfactor van de FID. Aangezien de responsfactor voor ethanol bij de PID groter is dan 10, mag de PID-analyzer niet gebruikt worden voor de meting van deze component.

De procentuele standaarddeviatie van de responsfactoren van ethanol tijdens de verschillende meetdagen bedraagt 4% voor de draagbare FID-analyzer.

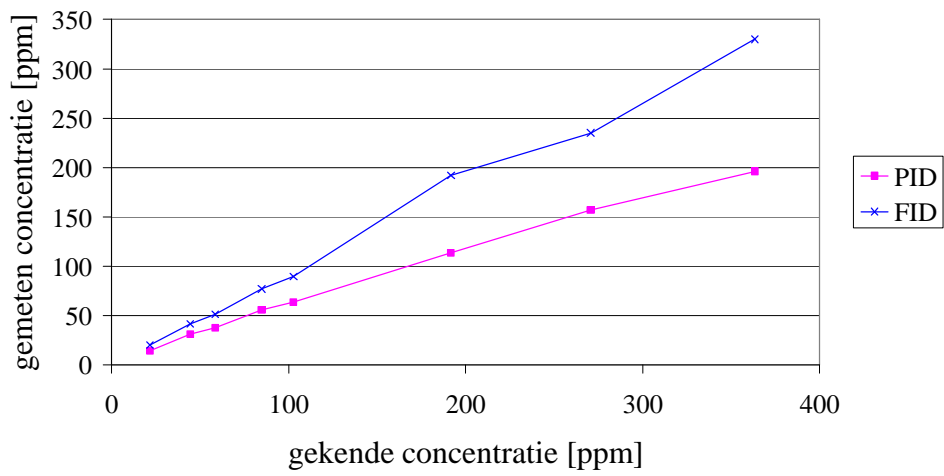
Tabel 15: Responsfactoren draagbare PID en draagbare FID

Component		conc.-range [ppm]		draagbare PID		draagbare FID	
		min.	max.	RF	stdev in %	RF	stdev in %
Ethanol	dag 1	12	308	13,07	3	1,64	10
	dag 2	19	397	13,84	12	1,73	13
	dag 3	19	406	14,54	2	1,76	3
	gemiddelde			13,82		1,71	
	stdev in %			5,32		3,83	
Ethylacetaat		3	553	4,48	4	0,71	4
Propylacetaat		22	421	3,90	10	0,58	12
Butylacetaat		18	369	2,89	2	0,49	12
Aceton		15	760	1,11	9	0,78	3
MEK		4	449	0,86	6	0,63	5
1-propanol		20	340	6,63	3	1,01	3
Isopropanol		18	141	5,85	8	0,78	11
1-methoxy-2-propanol		21	363	1,62	8	1,10	5
Heptaan		22	348	2,63	5	0,36	10

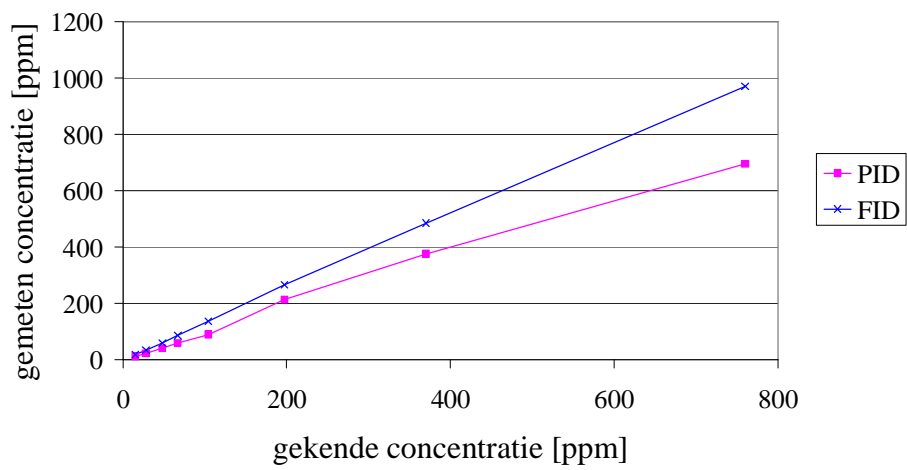
Voor de bepaling van de responsfactor voor een bepaald concentratiegebied kan 1 meting volstaan aangezien de standaarddeviatie maximaal 13% bedraagt bij de uitgevoerde metingen. Het is aanbevolen om de responsfactor te bepalen bij een concentratie die de te meten of de reeds gemeten concentraties het best benadert.



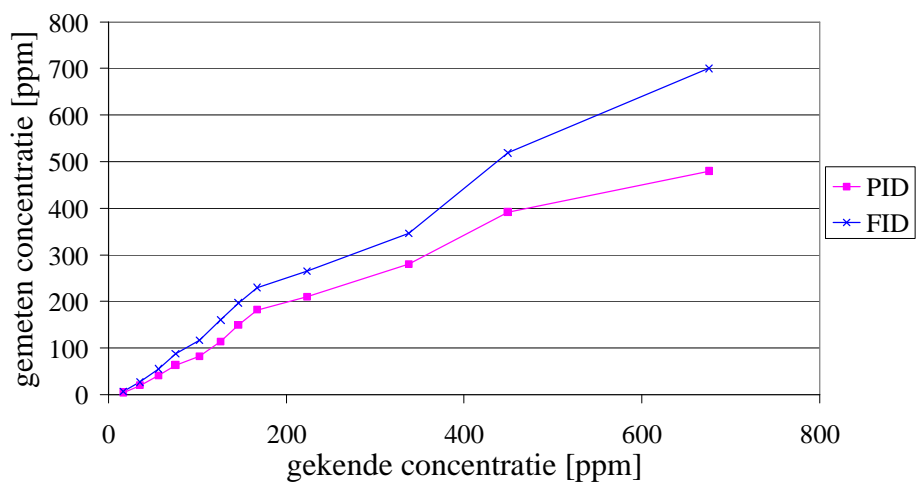
Responscurves voor 1-methoxy-2-propanol



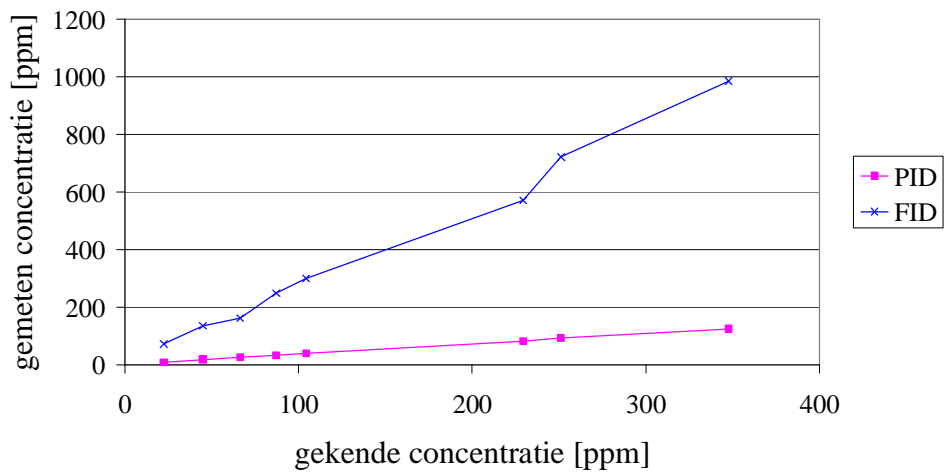
Responscurves aceton



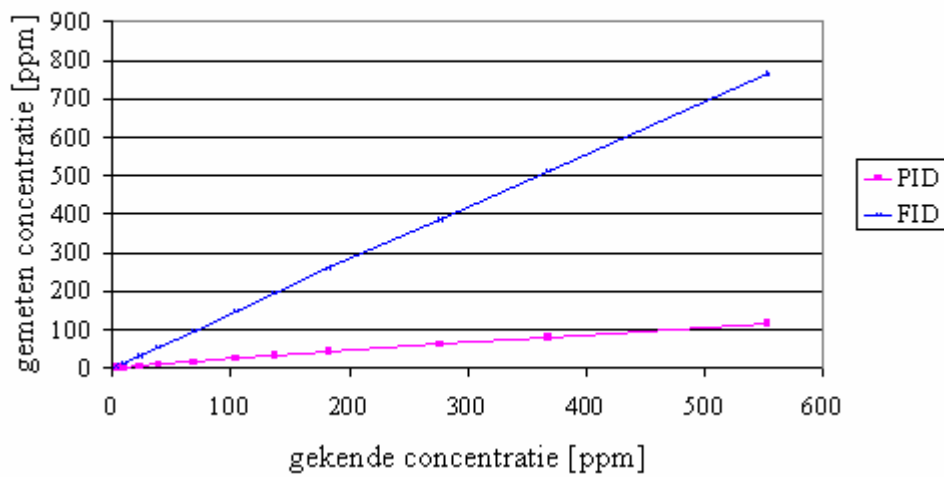
Responscurves MEK



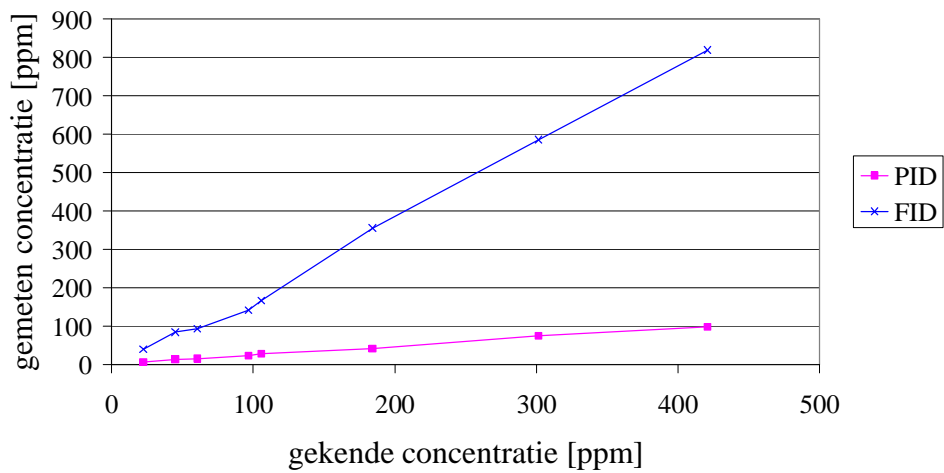
Responscurves heptaan

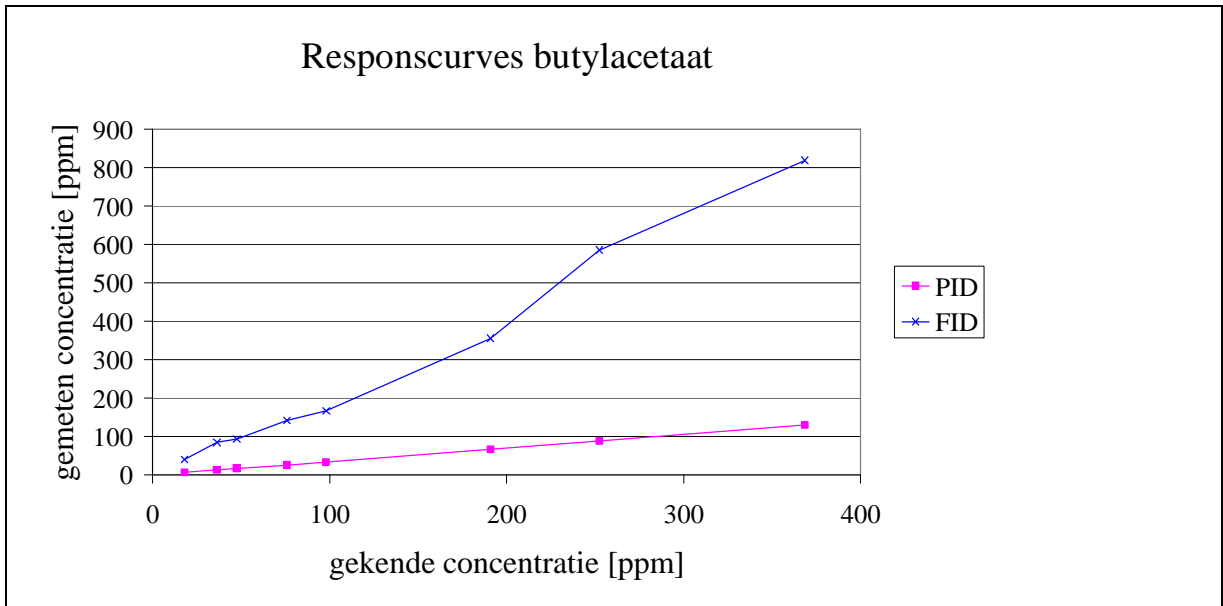


Responscurves ethylacetaat



Responscurves 1-propylacetaat





Figuur 12: Responscurves FID en PID voor verschillende componenten

DEEL 3: PRAKTISCHE VOORSCHRIFTEN MEETMETHODIEK VAN DE DIFFUSE CONCENTRATIEMETING

3.1 Keuze van de analyzer

3.1.1 Minimum vereisten analyzer voor de meting van lekken

Voor de meting van diffuse concentraties van lekken dient de analyzer te voldoen aan volgende minimum vereisten:

- meetbereik: 0 tot 10 000 ppm zonder verdunningssysteem [ref. 2]
- juistheid: < 10% over het volledige meetbereik, inclusief alle factoren, kalibratie-onzekerheid, systematische afwijkingen en lineariteit
- responstijd < 15 seconden
- responsfactor < 10 [ref. 1]

3.1.2 Minimum vereisten analyzer voor meting aan ventilatieopeningen

Voor de meting van diffuse concentraties aan ventilatieopeningen dient de analyzer te voldoen aan volgende minimum vereisten:

- meetbereik: 0 tot 2 000 ppm zonder verdunningssysteem
- juistheid: < 10% over het volledige meetbereik, inclusief alle factoren, kalibratie-onzekerheid, systematische afwijkingen en lineariteit
- responstijd < 15 seconden
- responsfactor < 10

3.2 Controle en kalibratie van de analyzer

3.2.1 Kalibratievereisten

Het toestel moet gekalibreerd worden:

- vóór elke meetsessie
- minstens om de 3 uur
- na elke meetsessie

Indien de meetwaarde van het ijkgas meer dan 10% afwijkt, moeten alle metingen vanaf de vorige kalibratie opnieuw uitgevoerd worden.

3.2.2 Praktisch gebruik van responsfactoren

Bij het gebruik van de toestellen moet de samenstelling van de te meten lucht gekend zijn of bepaald worden. Zo kan op basis van de samenstelling van de lucht de gewogen responsfactor van het toestel bepaald worden. Tijdens de metingen moeten alle waarden

genoteerd worden in ijkgasequivalenten. Achteraf kunnen deze resultaten omgerekend worden met de responsfactoren. De responsfactor moet bepaald worden door de gassamenstelling in het labo aan te maken voor dezelfde concentratiegrootte. Een andere mogelijkheid is om de gewogen responsfactor te berekenen m.b.v. de responsfactoren van de verschillende componenten samen met hun molfracties in het gas. De afwijkingen op de responsfactoren worden in de meetonzekerheid verrekend.

3.3 Berekening van VOS concentraties bij diffuse emissies

De concentratie aan VOS wordt uitgedrukt in massa koolstof per Nm³ (kg C/Nm³). De concentratie aan VOS wordt berekend met formule (3). Bij deze berekening wordt de gewogen responsfactor van de analyzer (formule (4)) gebruikt. De berekening van de gewogen responsfactor en het gewogen aantal koolstofatomen per solventmolecule (formule (5)) wordt uitgevoerd op basis van de molfracties van de aanwezige solventen gedurende de meetperiode. Een nog betere methode om de gewogen responsfactor te bepalen is om met de gekende samenstelling van de gasfase een gasmengsel aan te maken en hiervan in het labo de responsfactor te bepalen.

Formule (3) geeft de omrekening van de concentratie in ppm naar kg C/Nm³ weer.

$$C_1 = \frac{C_{anal} \times RF_{gew}}{V_{mol} \times 1000} \quad (1)$$

$$C = C_1 \times \frac{aantalC_{gew} \times MM}{1000} \quad (2)$$

De combinatie van formule (1) en (2):

$$C = \frac{C_{anal} \times RF_{gew} \times aantalC_{gew} \times MM}{V_{mol} \times 1000000} \quad (3)$$

Met:

$$RF_{gew} = \frac{1}{\frac{X_1}{RF_1} + \frac{X_2}{RF_2} + \dots + \frac{X_n}{RF_n}} \quad (4)$$

$$aantalC_{gew} = (X_1 \times aantalC_1) + (X_2 \times aantalC_2) + \dots + (X_n \times aantalC_n) \quad (5)$$

Waarbij:

C_{anal} : concentratie gemeten met de analyzer [ppm]

C_1 : concentratie $\left[\frac{mol \text{ _ solvent}}{Nm^3} \right]$

C:	concentratie $\left[\frac{\text{kg} - \text{C}}{\text{Nm}^3} \right]$
RF _{gew} :	gewogen responsfactor
MM:	atoommassa van koolstof (12 g/mol)
aantalC _{gew} :	gewogen aantal koolstofatomen per solvent molecule
V _{mol} :	molair volume (22,4 l/mol)
X ₁ :	molfractie van solvent 1
X _n :	molfractie van solvent n
RF ₁ :	responsfactor van solvent 1
RF _n :	responsfactor van solvent n
aantalC ₁ :	aantal koolstofatomen per molecule van solvent 1
aantalC _n :	aantal koolstofatomen per molecule van solvent n

Indien de debieten eveneens uitgedrukt worden in normaalomstandigheden (Nm³/h), kan uit het product van het debiet en de concentratie (kg C/Nm³) de emissiestroom aan VOS (kg C/h) berekend worden.

3.4 Metingen aan ventilatieopeningen

3.4.1 Keuze van het meetvlak

Ligging van het meetvlak

Het meetvlak komt overeen met de opening waardoor de diffuse emissie plaatsvindt. Vanaf de opening vindt uitdeining van de pluim plaats die resulteert in een grotere effectieve sectie en lagere concentraties dan die in de opening meetbaar zijn.

Oriëntatie van het meetvlak en de sonde

Als meetvlak wordt steeds een plat vlak gekozen met de kleinst mogelijke oppervlakte. In de praktijk wordt dit vlak gevormd door de randen van de opening. Wanneer deze begrenzingen niet volledig in één vlak liggen wordt een geprojecteerd oppervlak gekozen waarin zich twee of meer randen bevinden, met zo klein mogelijk oppervlak, en op zo klein mogelijke afstand van alle de randen. Indien noodzakelijk worden twee of meer vlakken gekozen die aan deze definitie voldoen. De inlaat van de sonde wordt in het meetvlak geplaatst.

3.4.2 Aantal en ligging van de meetpunten en meetduur

Minimaal aantal meetpunten

Het minimum aantal meetpunten is 3. Drie meetpunten zijn alleen verantwoord indien er slechts 1 stroming is doorheen de opening en indien er aan minstens 1 van de volgende voorwaarden voldaan is:

- de afwijking van de concentratie van elk van de 3 meetpunten t.o.v. de gemiddelde concentratie is lager dan 10%;

- de distributie van de concentraties in de sectie is homogeen (zie bepaling van de homogeniteit in het meetvlak).

Indien er niet aan 1 van deze voorwaarden is voldaan, moet de ISO 10780 norm [ref. 4] toegepast worden voor de bepaling van het aantal meetpunten voor ronde en rechthoekige openingen (Tabel 16).

Tabel 16: Minimum aantal meetpunten voor de meting van de concentraties van diffuse emissies volgens ISO 10780

Meetvlak met ronde doorsnede			Rechthoekige doorsnede		
tot diameter (m)	aantal meetassen	aantal meetpunten	tot diameter (m ²)	aantal meetassen	aantal meetpunten
0,7	2	4 of 5 (*)	0,38	2	4
1	2	8 of 9 (*)	1,5	3	9
2	2	12 of 13(*)	> 1,5	4	16
>2	2	16 of 17(*)			

(*) het laagste aantal bij ronde doorsnede is zonder het middelpunt ("general rule"), het hoogste aantal ("tangential rule") mét middelpunt

Bij diffuse emissies is de stabiliteit van de concentraties in de tijd meestal niet gegarandeerd, omdat ze vaak sterk wordt beïnvloed door productieactiviteiten en variatie in in- en uitstroom. Daardoor is de meting in een sectie steeds een momentopname en wordt de meetduur best beperkt in de tijd tot 1 uur of korter. Bij veranderde omstandigheden dient een volledige traversering van het meetvlak opnieuw te worden uitgevoerd.

Bepaling van de afwijking van de concentratie van 3 meetpunten t.o.v. de gemiddelde concentratie

De afwijking van de concentratie van elk van de 3 meetpunten t.o.v. de gemiddelde concentratie wordt bepaald door:

1. in het meetvlak achtereenvolgens de concentratie van 3 meetpunten te meten;
2. het gemiddelde van de concentraties van de 3 meetpunten te berekenen;
3. de afwijking van de concentratie van elk van de 3 meetpunten t.o.v. het gemiddelde te berekenen.

Indien de afwijking van de concentratie van elk van de drie meetpunten t.o.v. de gemiddelde concentratie lager is dan 10%, volstaan 3 meetpunten voor de concentratiemeting.

Bepaling van de homogeniteit van de concentraties in het meetvlak

De homogeniteit van de te meten concentraties in het meetvlak wordt bepaald door rastermetingen. Aangezien de concentratie varieert in functie van de tijd als gevolg van variaties in de processen, zijn referentiemetingen op een vast meetpunt in het meetvlak nodig. De volgende procedure moet toegepast worden voor de bepaling van de homogeniteit:

- a) Bepaal het aantal meetpunten in het meetvlak volgens ISO 10780 (Tabel 16);
- b) Voorzie een meettoestel voor de metingen;

- c) Voer de rastermetingen en de referentiemetingen uit door na iedere meting van een meetpunt van het raster op een vast punt in het meetvlak te meten, met een bemonsteringsperiode van minstens 4 maal de responstijd van het toestel per meetpunt;
- d) Noteer voor elk bemonsteringspunt i de actuele waarde $c_{i,raster}$ van de concentratie in het raster en de waarde $c_{i,ref}$ van de nadien uitgevoerde referentiemeting;
- e) Bereken

- de standaardafwijking s_{raster} van de rastermetingen

$$s_{raster} = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (c_{i,raster} - \bar{c}_{raster})^2}$$

- de standaardafwijking s_{ref} van de referentiemetingen

$$s_{ref} = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (c_{i,ref} - \bar{c}_{ref})^2}$$

De standaardafwijking s_{ref} vertegenwoordigt de variaties in de tijd door veranderingen in de processen en de analyses. De standaardafwijking s_{raster} vertegenwoordigt eveneens deze variaties alsook de variaties die te wijten zijn aan de positie in het meetvlak. Als s_{raster} significant groter is dan s_{ref} , is de gasstroom niet-homogeen. De significantie kan berekend worden met de statistische F-test.

- f) Als s_{raster} groter is dan s_{ref} , bereken de F-factor: $F = \frac{s_{raster}^2}{s_{ref}^2}$ Als de F-factor kleiner is

dan $F_{N-1;N-1;0,95}$ voor het aantal meetpunten gegeven in, of als s_{raster} kleiner of gelijk is aan s_{ref} , is de distributie in de gasstroom homogeen en kan de toekomstige concentratiemeting op minder meetpunten uitgevoerd worden met een minimum van 3 meetpunten. Als de F-factor groter of gelijk is aan $F_{N-1;N-1;0,95}$ voor het aantal meetpunten gegeven in Tabel 17, is de distributie in de gasstroom niet-homogeen.

Tabel 17: F-factoren in functie van het aantal bemonsteringspunten voor een betrouwbaarheidsinterval van 95% [ref. 5]

Aantal bemonsteringspunten N	F-factor $F_{N-1;N-1;0,95}$	Aantal bemonsteringspunten N	F-factor $F_{N-1;N-1;0,95}$
4	9,28	19	2,22
5	6,39	20	2,17
6	5,05	21	2,12
7	4,28	22	2,08
8	3,79	23	2,05
9	3,44	24	2,01
10	3,18	25	1,98
11	2,98	26	1,96
12	2,82	27	1,93
13	2,69	28	1,9
14	2,58	29	1,88
15	2,48	30	1,86
16	2,4	31	1,84
17	2,33	32	1,82
18	2,27	33	1,8

Ligging van de meetpunten

Indien er 3 meetpunten zijn, moeten deze zo goed mogelijk ruimtelijk gespreid worden over het meetvlak (Figuur 13, types 3 en 4).

- Bij een rechthoekige opening moet de opening in 3 evengrote rechthoeken verdeeld worden waarbij in het middelpunt van elke rechthoek gemeten wordt.
- Bij een ronde opening moet de opening in 3 evengrote “taartstukken” verdeeld worden waarbij in het zwaartepunt van elk “taartstuk” gemeten wordt.

Indien het aantal meetpunten door de ISO 10780 bepaald wordt, wordt voor de berekening van de coördinaten van de meetpunten in ronde en rechthoekige secties verwezen naar ISO 10780 of NBN T95-001 [ref. 6].

De nauwkeurigheid van positionering blijkt een probleem bij stromingen uit openingen, wegens gebrek aan referentiepunten in de open sectie. Het markeren van de coördinaten met viltstift of met plakband op de randen of op het rooster van de opening is aangewezen. Het gebruik van een vast statief waarop de positie kan worden afgemeten wordt aanbevolen, omdat het vasthouden in de hand van de sonde tot foute positionering kan leiden.

Meetduur per punt

De meetduur per punt bij de FID-analyzer kan worden beperkt tot 16 seconden bij integratie op zicht. Bij de PID-analyzer is er een meetduur van 40 seconden per punt nodig. Het registreren van de concentratie is pas zinvol als de finale concentratie bereikt is. Het toepassen van een langere meetduur per punt, van 1 tot maximaal 2 minuten (zoals voorgeschreven door NBN-T95-001 norm voor debietsmeting) is alleen zinvol indien het meettoestel is uitgerust met elektronische tijdsuittmiding. In dat geval dient het toestel ingesteld te zijn op het uitmiddelen over de toegepaste meetduur.

Berekening emissiestroom

De emissiestroom door de ventilatieopening kan op twee manieren berekend worden:

- door het product van het gemiddelde debiet en de gemiddelde concentratie in het meetvlak: $\bar{C} \times \bar{V} \times A$ met:
 - \bar{C} de gemiddelde concentratie in het meetvlak;
 - \bar{V} de gemiddelde snelheid in het meetvlak;
 - A de oppervlakte van het meetvlak.
- door de som van de producten van het debiet en de concentratie van alle N deelvlakken:
$$\sum_{i=1}^N C_i \times V_i \times A_i$$
 met:
 - C_i de concentratie in deelvlak i ;
 - V_i de snelheid in deelvlak i ;
 - A_i de oppervlakte van deelvlak i .

Indien de concentraties en de snelheden in de verschillende deelvlakken verschillen, kunnen de resultaten van beide berekeningsmethodes verschillen. In dat geval wordt geadviseerd om

de totale emissiestroom te berekenen door de som van de emissiestromen van de deelvlakken te maken.

In Tabel 18 is aangegeven met welke berekeningsmethode de emissiestroom berekend kan worden in 3 situaties.

Tabel 18: Formules voor de berekening van de emissiestroom in 3 situaties

Situatie	$\bar{C} \times \bar{V} \times A$	$\sum_{i=1}^N C_i \times V_i \times A_i$
3 concentratiemeetpunten	X	
homogene distributie concentraties	X	X
niet-homogene distributie concentraties		X

3.4.3 Onderscheid tussen in- en uitstroomconcentraties

Bij de concentratiemetingen dient er opgelet te worden dat indien er in een meetvlak zowel in- als uitstroom is, de instroomconcentraties en de uitstroomconcentraties apart verrekend worden.

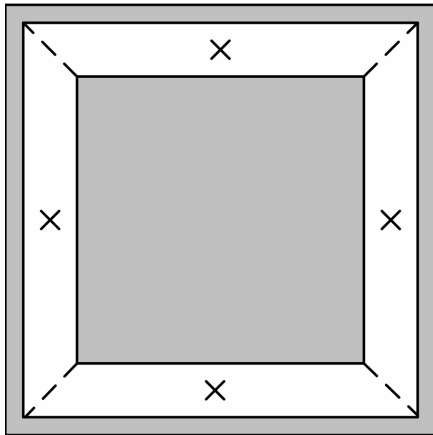
3.4.4 Meting van concentraties aan afzuigingen

Ligging van meetvlak, meetpunten en meetduur

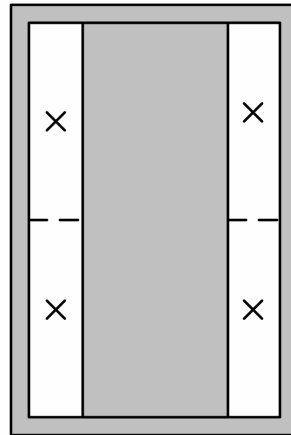
Het meetvlak is de opening waarlangs de lucht uit de behuizing van de afzuiging stroomt. De meetpunten worden ruimtelijk gespreid over de verschillende openingen. Indien er bv. 4 identieke openingen zijn aan een afzuiging wordt in elke opening 1 meetpunt aangeduid in het middelpunt van die opening (Figuur 13).

Het aantal en ligging van de meetpunten wordt bepaald zoals aangegeven in §3.4.2.

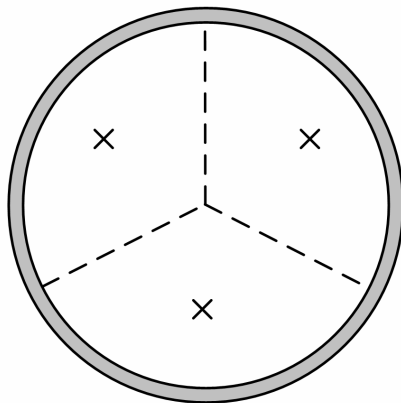
Type 1: afzuiging met concentrische rechthoekige horizontale opening



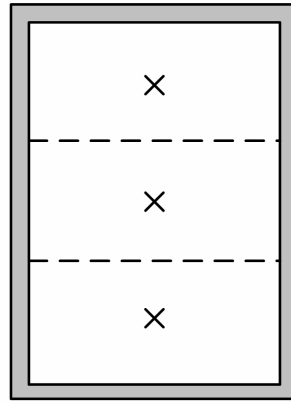
Type 2: afzuiging met 2 rechthoekige horizontale openingen



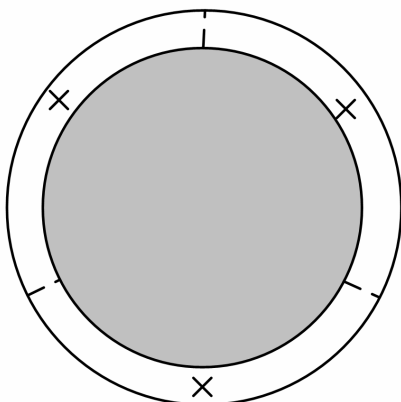
Type 3: afzuiging met ronde verticale opening







Type 4: afzuiging met rechthoekige verticale opening



Type 5: afzuiging met concentrische ronde verticale opening



Legende

-  behuizing van de afzuiging
-  uit-of instroomopening van de afzuiging = meetvlak
-  indeling van het meetvlak in deelvlakken
-  meetpunt

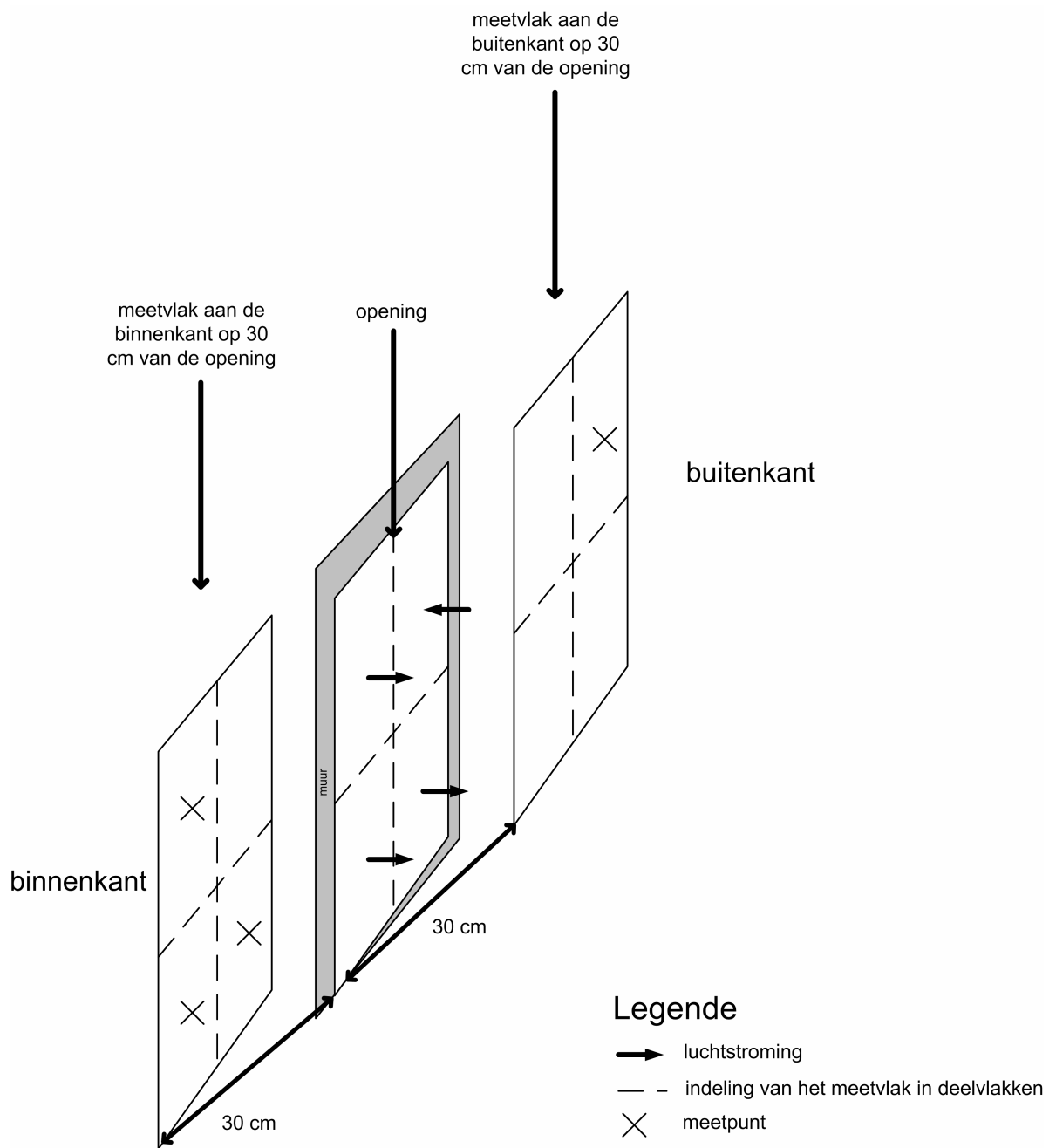
Figuur 13: Voorbeelden van meetpunten bij uitstroomopeningen van afzuigingen

3.4.5 Meting van concentraties aan open ramen, deuren, poorten en roosters

Ligging van meetvlak, meetpunten en meetduur

Een meetvlak is een vlak dat parallel is aan de opening van het raam, de deur, de poort of het rooster. Er moet op een afstand van 30 cm gemeten worden van de opening en aan de kant van waar de stroming op die plaats komt. Indien dat bij een raam, deur, poort of rooster zowel in- als uitstroom is, zijn er 2 meetvlakken (Figuur 14). De meetpunten worden ruimtelijk gespreid over de opening en naar gelang de richting van de stroming in het ene meetvlak of het ander geplaatst. Om te weten of de concentraties afkomstig zijn van de instroom of uitstroom moet simultaan met een anemometer gemeten worden.

Het aantal en ligging van de meetpunten wordt bepaald zoals aangegeven in §3.4.2.



Figuur 14: Voorbeeld van meetpunten bij een opening met luchtstroming in 2 richtingen

3.5 Meetonzekerheid

3.5.1 Algemeen

Een volledige evaluatie van de meetonzekerheid op basis van de GUM steunt op de vergelijking

$$u^2(C) = \sum_{i=1}^m \left[\left(\frac{\partial C}{\partial x_i} \right) \times u^2(x_i) \right] \quad (6)$$

waarbij ervan wordt uitgegaan dat de concentratie C in een wiskundige formule kan worden uitgedrukt in functie van de belangrijkste parameters x_i (met $i = 1,2\dots m$) die tot de meetonzekerheid van de concentratie bijdragen via hun eigen meetonzekerheid $u(x_i)$, waarbij dan de termen

$$\frac{\partial C}{\partial x_i} \quad (7)$$

$$C = \frac{C_{anal} \times RF_{gew} \times aantalC_{gew} \times MM}{V_{mol} \times 1000000} \quad (3': \text{zie } 3)$$

Waarbij:

C_{anal} :	concentratie gemeten met de analyzer [ppm]
C:	concentratie $\left[\frac{kg - C}{Nm^3} \right]$
RF_{gew} :	gewogen responsfactor
MM:	atoommassa van koolstof (12 g/mol)
$aantalC_{gew}$:	gewogen aantal koolstofatomen per solvent molecule
V_{mol} :	molair volume (22,4 l/mol)

de partiële afgeleiden zijn van C naar elk van deze relevante parameters, die de gewichtsfactoren zijn voor elke onzekerheidsbijdrage $u(x_i)$.

In de meest voorkomende eenvoudige gevallen komt uitdrukking (6) overeen met de gekende regel dat voor producten en quotiënten de totale meetonzekerheid wordt berekend als vierkantswortel uit de kwadratensom voor de relatieve fouten, terwijl voor sommen en verschillen dezelfde regel geldt voor de absolute fouten. Toepassing van uitdrukking (6) op formule (3'):

$$\frac{u(C)}{C} = \sqrt{\left(\frac{u(C_{anal})}{C_{anal}} \right)^2 + \left(\frac{u(RF_{gew})}{RF_{gew}} \right)^2 + \left(\frac{u(aantalC_{gew})}{aantalC_{gew}} \right)^2 + \left(\frac{u(MM)}{MM} \right)^2 + \left(\frac{u(V_{mol})}{V_{mol}} \right)^2} \quad (8)$$

Bij de concentratiemeting op meerdere punten is de gemiddelde concentratie gelijk aan:

$$C = \sum \frac{C_j}{n} \quad (9)$$

Door toepassen van de foutenpropagatieregel (6) op vergelijking (9) volgt dat de onzekerheid bij toenemend aantal meetpunten ongeveer afneemt met $1/\sqrt{n}$. (n is het aantal meetpunten.) Bij een oneindig aantal meetpunten gaat theoretisch de meetonzekerheid naar nul, maar dit is alleen het geval indien alleen toevallige fouten aanwezig zijn ("Central Limit Theorem" van de Gaussiaanse verdeling). Dit soort van meetonzekerheden, waarvan de omvang via statistische methodes kan ingeschat worden, wordt volgens de GUM aangeduid als Type A onzekerheid.

De theoretische uitdrukkingen voor de met de draagbare PID- of FID-analyzer (C_{anal}) gemeten concentratie zijn niet toegankelijk voor de gebruiker, zodat de analytische GUM benadering op dit punt niet toepasbaar is. De onzekerheid van de concentratiemeting met deze toestellen (C_{anal}) kan dus best worden ingeschat aan de hand van de kalibratiegegevens.

Effecten van temperatuur en druk van de gasstroom op de meetonzekerheid zouden eventueel wel analytisch volgens GUM methode kunnen worden benaderd, maar deze worden voor diffuse emissies als marginaal beschouwd, gezien de beperkte marge waarin deze parameters variëren.

Het experimenteel onderzoek heeft anderzijds aangetoond dat grote onzekerheden van type B, zogenaamde systematische afwijkingen, de doorslag geven in de meetnauwkeurigheid van de concentraties bij diffuse emissies.

De best bruikbare schattingsmethodes zijn bijgevolg, ofwel de factoren die hieronder worden opgesomd voor het specifieke geval te weerhouden, een numerieke inschatting te maken en de totale meetonzekerheid af te leiden uit de kwadratensom, ofwel de range van in de praktijk vastgestelde afwijkingen te gebruiken als raming van de grootteorde van de meetonzekerheid voor typische situaties.

3.5.2 Factoren die bijdragen tot de meetonzekerheid

De volgende factoren leveren een niet te verwaarlozen bijdrage tot de meetonzekerheid bij diffuse concentratiemetingen (zie formule (8)):

- de met de analyzer gemeten concentratie: C_{anal}
- gewogen responsfactor: RF_{gew}
- gewogen aantal koolstofatomen per solvent molecule: $\text{aantal}C_{\text{gew}}$

De meetonzekerheid van de volgende factoren wordt verwaarloosd:

- atoommassa van koolstof: MM
- molair volume: V_{mol}

De meetonzekerheid van C_{anal} (Tabel 19) wordt bepaald door de:

- meetonzekerheid ten gevolge van de bemonstering (niet representatieve staalname): deze bedraagt 5%
- meetonzekerheid ten gevolge van de herhaalbaarheid van de monitor:
 - 6% is maximale afwijking van de FID bij de herhaalbaarheid; de meetonzekerheid wordt berekend op basis van een rechthoekige verdeling:
$$\frac{6\%}{\sqrt{3}} = 3,5\%$$
 - 9% is de maximale afwijking van de PID bij de herhaalbaarheid; de meetonzekerheid wordt berekend op basis van een rechthoekige verdeling:
$$\frac{9\%}{\sqrt{3}} = 5,2\%$$
- meetonzekerheid ten gevolge van de afwijking van lineariteit van de monitor:
 - 15% is maximale afwijking van de gemeten waarde met de FID van de waarde van de lineaire regressie; de meetonzekerheid wordt berekend op basis van een rechthoekige verdeling: $\frac{15\%}{\sqrt{3}} = 8,7\%$
 - 7% is de maximale afwijking van de gemeten waarde met de PID van de waarde van de lineaire regressie; de meetonzekerheid wordt berekend op basis van een rechthoekige verdeling: $\frac{7\%}{\sqrt{3}} = 4,0\%$
- meetonzekerheid door de toegelaten zero- en spandrift bij de FID en PID waarvoor niet gecorrigeerd wordt: er wordt een maximale afwijking van 10% toegelaten: de meetonzekerheid wordt berekend op basis van een rechthoekige verdeling: $\frac{10\%}{\sqrt{3}} = 5,8\%$
- meetonzekerheid bij de PID door een verzadigd vochtgehalte bij 20°C bedraagt 32%: de meetonzekerheid wordt berekend op basis van een rechthoekige verdeling:
$$\frac{32\%}{\sqrt{3}} = 18,5\%$$

De uitgebreide meetonzekerheid komt overeen met de meetonzekerheid op het niveau $k=2$.

Tabel 19: Uitgebreide meetonzekerheden gemeten concentratie met FID/PID

Uitgebreide meetonzekerheden op de gemeten concentratie				
Toestel		FID	PID	
Factor				
met de analyzer gemeten concentratie	bemonstering (niet representatieve staalname)	10	10	%
	herhaalbaarheid monitor	6,9	10,4	%
	lineariteit monitor	17,3	8,0	
	toegelaten zero-en spandrift waarvoor niet gecorrigeerd wordt	11,5	11,5	%
	watergehalte omgevingslucht		37	%
Uitgebreide meetonzekerheid concentratie per meetpunt		24	42	%

3.5.3 In de praktijk vastgestelde uitgebreide meetonzekerheden bij de berekende concentratie

De uitgebreide meetonzekerheid van de met de PID en FID gemeten concentratie ethanol is berekend op basis van de uitgebreide meetonzekerheden van:

- Tabel 19
- de responsfactor
- het gewogen aantal koolstofatomen per solventmolecule

Voor de responsfactor van de FID bedraagt de uitgebreide meetonzekerheid $2 \times 3,8\% = 7,6\%$ en voor de PID bedraagt de uitgebreide meetonzekerheid $2 \times 5,3\% = 10,6\%$ (zie Tabel 15). Voor het aantal koolstofatomen per solventmolecule wordt een uitgebreide meetonzekerheid van 4% aangenomen.

Tabel 20: Voorbeeld van de uitgebreide meetonzekerheid bij een berekende concentratie

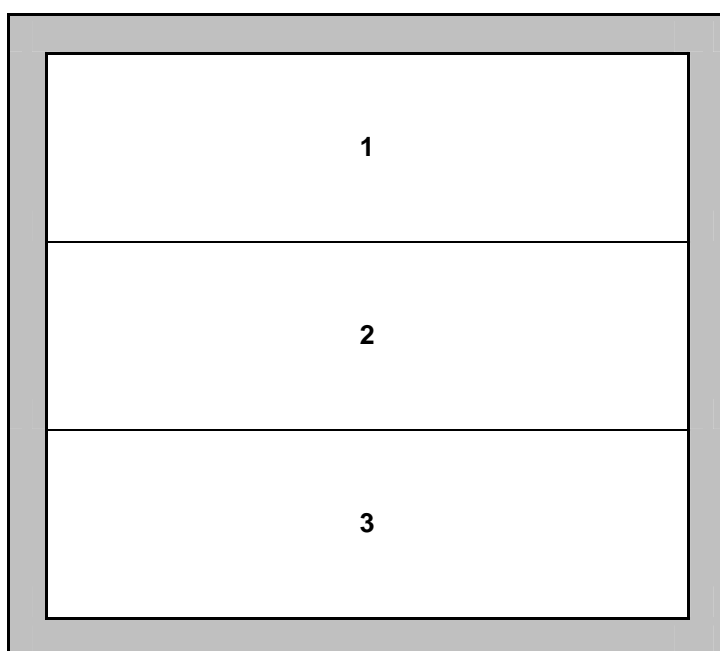
Uitgebreide meetonzekerheden op de gemeten concentratie				
Toestel		FID	PID	
Factor				
met de analyzer gemeten concentratie	bemonstering (niet respresentatieve staalname)	10	10	%
	herhaalbaarheid monitor	6,9	10,4	%
	lineariteit monitor	17,3	8,0	
	toegelaten zero-en spandrift waarvoor niet gecorrigeerd wordt	11,5	11,5	%
	watergehalte omgevingslucht		37	%
responsfactor		7,6	10,6	%
aantal koolstofatomen per solvent molecule		4	4	%
Uitgebreide meetonzekerheid concentratie per meetpunt		26	44	%

De uitgebreide meetonzekerheid van de berekende concentratie op basis van de meting met de FID bedraagt 26% (Tabel 20). De uitgebreide meetonzekerheid op de berekende concentratie op basis van de meting met de PID bedraagt 44%. Indien een mengsel van koolwaterstoffen gemeten wordt, dient de meetonzekerheid van de responsfactor van het mengsel berekend te worden.

DEEL 4: VOORBEELDEN VAN METINGEN EN BEREKENINGEN

4.1 Meting van de concentratie aan een afzuiging

In een bedrijfshal met ethanol- (e), butylacetaat- (b) en 1-methoxy-2-propanol- (1-m-2-p) emissies wordt de totale concentratie aan een ventilatie-afzuiging op het dak gemeten. De afzuiging heeft een uitstroomopening van 106 cm x 106 cm (Figuur 15). Bij de afzuiging is er enkel uitstroom. De samenstelling van de gasstroom is bepaald door bemonstering met actief kool patroon. De responsfactor van de FID-analyzer is bepaald voor de aangemaakte componentenmix met dezelfde concentratiegrootte. Volgens de ISO 10780 moeten minstens 9 meetpunten gekozen worden die ruimtelijk verspreid zijn. Er worden 3 concentratiemetingen gedaan op 3 punten die ruimtelijk verspreid zijn over het meetvlak (Tabel 21). Aangezien de concentratie van elk van de 3 meetpunten minder dan 10% afwijkt van de gemiddelde concentratie zijn 3 meetpunten voldoende voor de concentratiemeting aan deze afzuiging.



Figuur 15: Indeling van het oppervlak van de afzuiging in meetpunten

Tabel 21: Resultaten concentratiemetingen aan een afzuiging

meetpunt	FID [ppm]	afwijking van het gemiddelde %
1	70	2
2	70	2
3	65	-5
gemiddelde	68	

Uitwerking van de berekening van \bar{C}

De concentratie wordt berekend in kg C/Nm^3 door het toepassen van formule (3):

$$\text{aantal}C_{\text{gew}} = (X_e \times \text{aantal}C_e) + (X_b \times \text{aantal}C_b) + (X_{1-m-2-p} \times \text{aantal}C_{1-m-2-p}) \quad (\text{zie } 5)$$

$$\text{aantal}C_{\text{gew}} = (0,33 \times 2) + (0,33 \times 6) + (0,33 \times 4) = 4$$

$$\bar{C} = \frac{C_{\text{anal}} \times RF \times \text{aantal}C_{\text{gew}} \times MM}{V_{\text{mol}} \times 1000000} = \frac{68 \text{ ml/Nm}^3 \times 1,30 \times 4 \times 12 \text{ g/mol}}{22,4 \text{ l/mol} \times 1000000} = 1,9 \times 10^{-4} \frac{\text{kgC}}{\text{Nm}^3} \quad (3)$$

Met:

$C_{\text{anal,FID}} = 68 \text{ ppm}$ (gemiddelde van de drie meetpunten)

$MM = 12 \text{ g/mol}$

$X_e = 0,33$ (molfractie ethanol bij de analyse van het actief kool patroontje)

$X_b = 0,33$ (molfractie butylacetaat bij de analyse van het actief kool patroontje)

$X_{1-m-2-p} = 0,33$ (molfractie 1-methoxy-2-propanol bij de analyse van het actief kool patroontje)

$\text{aantal}C_e = 2$

$\text{aantal}C_b = 6$

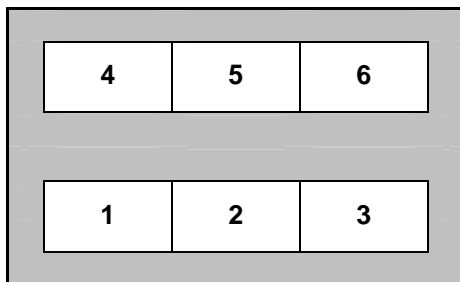
$\text{aantal}C_{1-m-2-p} = 4$

$RF_{\text{FID}} = 1,30$ (bepaald in labo voor de componentenmix)

$V_{\text{mol}} = 22,4 \text{ l/mol}$

4.2 Meting van de concentratie en het debiet aan een afzuiging en berekening van de emissiestroom

In een bedrijfshal waar er enkel ethanolemissies zijn, wordt de emissiestroom door een ventilatie-afzuiging op het dak gemeten. De afzuiging heeft 2 uitstroomopeningen van elk 56,0 cm x 12,5 cm. Bij de afzuiging is er enkel uitstroom. De temperatuur van de emissiestroom bedraagt 17,1 °C. Volgens de ISO 10780 moeten minstens 4 meetpunten gekozen worden die ruimtelijk verspreid zijn. In dit voorbeeld zijn er 6 meetpunten gekozen (Figuur 16).



Figuur 16: Indeling van het oppervlak van de afzuiging in meetpunten

In elk meetpunt is de concentratie gemeten met de FID en in meetpunt 1 is telkens na de meting van een rasterpunt een referentiemeting gedaan (Tabel 22). Simultaan met deze concentratiemetingen zijn er ook snelheidsmetingen met een schroefanemometer uitgevoerd (Tabel 23). De gemiddelde concentratie evenals de gemiddelde snelheid van de openingen van de afzuiging wordt berekend door het gemiddelde te maken van de verschillende meetpunten. Het gemiddelde debiet wordt berekend door de gemiddelde snelheid te vermenigvuldigen met de doorstroomoppervlakte.

Met de resultaten van de concentratiemetingen wordt nagegaan of de distributie van de concentraties homogeen is (zie §3.4.2 en Tabel 22). De distributie van de concentraties is homogeen zodat de emissiestroom op twee manieren berekend kan worden (Tabel 23):

- door het product van het gemiddelde debiet en de gemiddelde concentratie in het meetvlak: $\bar{C} \times \bar{V} \times A = 0,037 \text{ kg C/h}$

- door de som van de producten van het debiet en de concentratie van alle 6 deelvlakken:

$$\sum_{i=1}^N C_i \times V_i \times A_i = 0,037 \text{ kg C/h}$$

De resultaten van beide berekeningsmethoden zijn dezelfde.

Uitwerking van de berekening volgens $\bar{C} \times \bar{V} \times A$

De concentratie wordt berekend in kg C/Nm^3 door het toepassen van formule (3):

$$\bar{C} = \frac{C_{anal} \times RF \times aantalC \times MM}{V_{mol} \times 1000000} = \frac{7,3 \text{ ml/Nm}^3 \times 1,71 \times 2 \times 12 \text{ g/mol}}{22,4 \text{ l/mol} \times 1000000} = 1,3 \times 10^{-5} \frac{\text{kgC}}{\text{Nm}^3}$$

$$\bar{V} \times \bar{A} = 0,82 \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \times 3600 \frac{\text{s}}{\text{h}} \times \frac{273\text{K}}{(273+17,1)\text{K}} = 2778 \frac{\text{Nm}^3}{\text{h}}$$

$$\text{emissiestroom} = \bar{C} \times (\bar{V} \times \bar{A}) = 1,3 \times 10^{-5} \frac{\text{kgC}}{\text{Nm}^3} \times 2778 \frac{\text{Nm}^3}{\text{h}} = 0,037 \frac{\text{kgC}}{\text{h}}$$

Met:

$$T = 17,1 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$C_{anal,FID} = 7,3 \text{ ppm}$$

$$RF_{FID} = 1,71$$

$$MM = 12 \text{ g/mol}$$

$$\text{aantalC} = 2$$

$$V_{mol} = 22,4 \text{ l/mol}$$

(In de bedrijfshal is enkel ethanol aanwezig en bijgevolg wordt de RF en aantalC van ethanol gebruikt.)

De emissiestroom berekend volgens de gemiddelde concentratie en de gemiddelde snelheid in het meetvlak bedraagt $0,037 \text{ kg C/h}$ (of $0,14 \text{ kg ethanol/h}$).

Tabel 22: Resultaten concentratiemetingen aan een afzuiging

meetpunt	concentratie FID [ppm]	
	raster	referentie op meetpunt 1
1	6,7	6,7
2	6,83	6,75
3	7,3	7
4	7,5	7,3
5	7,7	7,1
6	7,75	6,8
gemiddelde	7,3	6,9
s_raster	0,44	
s_ref		0,23
F	3,61	
F_N-1;N-1;0,95	5,05	
F < F_N-1;N-1;0,95, homogene distributie van de concentraties		

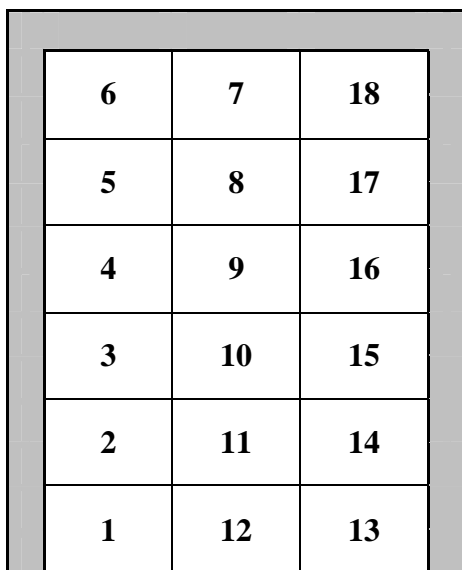
Aangezien de distributie van de concentraties in het meetvlak van de afzuiging homogeen is, volstaan 3 meetpunten bij een volgende meting.

Tabel 23: Resultaten concentratie en snelheidsmetingen aan een afzuiging

meetpunt	concentratie FID [ppm]	snelheid schroef [m/s]	debiet in deelvlak [Nm ³ /h]	conc. in deelvlak [kg C/Nm ³]	emissiestroom [kg C/h]
1	6,7	5,7	451	0,00001	0,0055
2	6,83	6	475	0,00001	0,0059
3	7,3	5,9	467	0,00001	0,0062
4	7,5	6,3	498	0,00001	0,0068
5	7,7	5,8	459	0,00001	0,0065
6	7,75	5,3	419	0,00001	0,0060
gemiddelde	7,3	5,8	461	0,00001	
som van de emissiestromen van de deelvlakken [kg C/h]:					0,037
emissiestroom door gem. snelheid en de gem. conc. in meetvlak [kg C/h]:					0,037

4.3 Meting van de concentratie en het debiet aan een deur en berekening van de emissiestroom

In een bedrijfshal waar er enkel ethanolemissies zijn, wordt de emissiestroom door de deur gemeten. De deur is 2 m hoog en 0,9 m breed. Volgens de ISO 10780 norm zijn er minstens 16 meetpunten nodig. Om de opening van de deur te kunnen verdelen in rechthoekjes met dezelfde grootte moeten er 18 rechthoekjes (en dus ook meetpunten) zijn. De indeling van de deur in meetpunten is weergegeven in Figuur 17.



6	7	18
5	8	17
4	9	16
3	10	15
2	11	14
1	12	13

Figuur 17: Indeling van de opening van de deur in meetpunten

De concentratie in elk meetpunt wordt gemeten aan de kant van waar de stroming komt en op een afstand van 30 cm van de opening. Op elk meetpunt is de concentratie gemeten met de FID en op meetpunt 1 is telkens na de meting van een rasterpunt een referentiemeting gedaan (Tabel 24). Simultaan met deze concentratiemetingen zijn er ook snelheidsmetingen met een schroefanemometer uitgevoerd (Tabel 25). De gemiddelde concentratie evenals de gemiddelde snelheid in de deuropening wordt berekend door het gemiddelde te maken voor de verschillende meetpunten. Het gemiddelde debiet wordt berekend door de gemiddelde snelheid te vermenigvuldigen met de doorstroomoppervlakte.

Met de resultaten van concentratiemetingen wordt nagegaan of de distributie van de concentraties homogeen is (zie §3.4.2 en Tabel 24). De distributie van de concentraties is homogeen zodat de emissiestroom op twee manieren berekend kan worden (Tabel 25):

- door het product van het gemiddelde debiet en de gemiddelde concentratie in het meetvlak: $\bar{C} \times \bar{V} \times A = 0,0094 \text{ kg C/h}$
- door de som van de producten van het debiet en de concentratie van alle 18 deelvlakken:

$$\sum_{i=1}^N C_i \times V_i \times A_i = 0,0093 \text{ kg C/h}$$

De resultaten van beide berekeningsmethodes zijn nagenoeg het zelfde.

Tabel 24: Resultaten concentratiemetingen aan een deur

meetpunt	concentratie FID [ppm]	
	raster	referentie op meetpunt 1
1	1,8	1,8
2	1,1	1
3	1,3	1
4	1,3	1
5	1,9	1,8
6	1,7	1,6
7	1,6	1,5
8	1,7	1,4
9	1,8	1,7
10	1,9	1,83
11	1	0,8
12	0,9	0,8
13	0,75	0,7
14	0,8	0,7
15	1,6	1,4
16	1,25	1,1
17	1,2	1
18	1,9	1,7
gemiddelde	1,4	1,3
s_raster	0,40	
s_ref		0,41
F	0,94	
F_{N-1;N-1;0,95}	2,27	
F < F_{N-1;N-1;0,95}, homogene distributie van de concentraties		

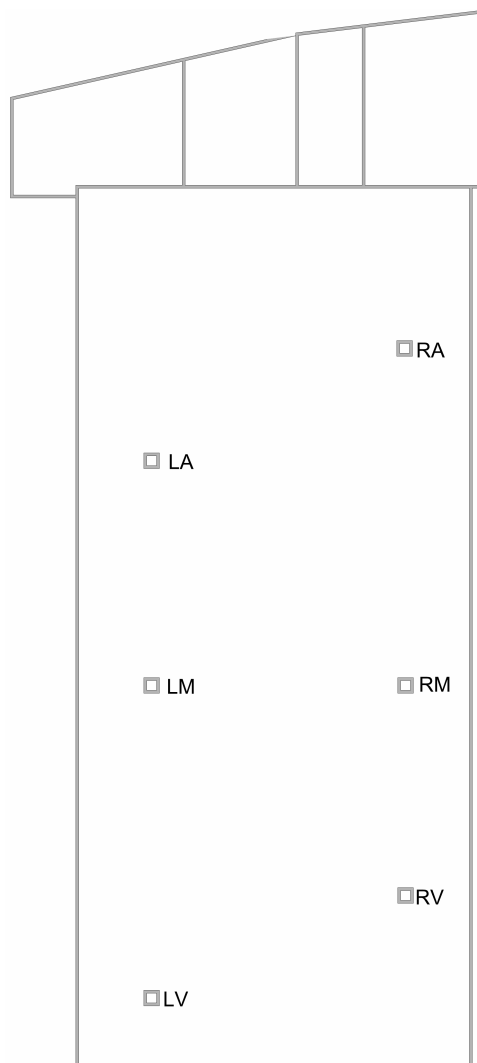
Aangezien de distributie van de concentraties in het meetvlak homogeen is, volstaan 3 meetpunten bij een volgende meting.

Tabel 25: Resultaten concentratie en snelheidsmetingen aan een deur

meetpunt	concentratie FID [ppm]	snelheid schroef [m/s]	debiet in deelvlak [Nm ³ /h]	conc. in deelvlak [kg C/Nm ³]	emissiestroom [kg C/h]
1	1,8	0,73	247	0,000003	0,0008
2	1,1	0,57	193	0,000002	0,0004
3	1,3	0,65	220	0,000002	0,0005
4	1,3	0,56	190	0,000002	0,0005
5	1,9	0,5	170	0,000003	0,0006
6	1,7	0,46	156	0,000003	0,0005
7	1,6	0,41	139	0,000003	0,0004
8	1,7	0,56	190	0,000003	0,0006
9	1,8	0,83	281	0,000003	0,0009
10	1,9	0,49	166	0,000003	0,0006
11	1	0,69	234	0,000002	0,0004
12	0,9	0,57	193	0,000002	0,0003
13	0,75	0,62	210	0,000001	0,0003
14	0,8	0,57	193	0,000001	0,0003
15	1,6	0,47	159	0,000003	0,0005
16	1,25	0,82	278	0,000002	0,0006
17	1,2	0,6	203	0,000002	0,0004
18	1,9	0,59	200	0,000003	0,0007
gemiddelde	1,4	0,6	201	0,000003	
som van de emissiestromen van de deelvlakken [kg C/h]:					0,0093
emissiestroom door gem. snelheid en de gem. conc. in meetvlak [kg C/h]:					0,0094

4.4 Berekening van de emissie langs de afzuigingen van een bedrijfsruimte op basis van draagbare FID-metingen

Bovenaan de bedrijfshal van Figuur 18 zijn er 6 afzuigingen (LV, LM, LA, RV, RM en RA) waar de diffuse emissies (ethanol) verdwijnen uit de bedrijfsruimte. Gedurende een periode van 4 uur zijn de debieten en de concentraties van de afzuigingen 4 maal gemeten (Tabel 26). De debieten zijn gemeten met een draagbare schroefanemometer en de concentraties met een draagbare FID. Per emissiestroom is de uitgebreide meetonzekerheid berekend. Gedurende die periode van 4 uur is er een gekende hoeveelheid ethanol geloosd.



Figuur 18: Afzuigingen op het dak van de bedrijfsruimte

De met de FID gemeten ethanol concentraties worden met formule (3) omgerekend van ppm naar mg C/Nm^3 rekening houdend met:

- gewogen responsfactor van 1,71
- gewogen aantal koolstoffen van 2 koolstoffen per solventmolecule

Tabel 26: Debieten en concentraties aan de afzuigingen

	debiet [m³/s]	debiet [m³/uur]	debiet [Nm³/uur]	in/uitstroom	concentratie FID [ppm]	concentratie FID [mg C/Nm³]	emissiestroom g C/uur]	aantal meetpunten	relatieve uitgebreide meetonzekerheid emissiestroom %	temperatuur [°C]	tijd
afzuiging LV	0,80	2881	2710	uit	12	22	59		12,9	17,2	10:59
	0,85	3074	2891	uit	7	12	35		12,9	17,3	11:32
	0,83	2982	2795	uit	6	11	31		12,9	18,3	12:31
	0,84	3007	2811	uit	11	19	54		12,9	19,1	13:22
		2986	2802				16	45	6	6,7	
afzuiging LM	0,85	3046	2865	uit	11	20	57		12,9	17,2	10:46
	0,85	3074	2891	uit	7	12	35		12,9	17,3	11:36
	0,86	3083	2889	uit	11	20	58		12,9	18,3	12:36
	0,82	2940	2748	uit	14	25	69		12,9	19,1	13:26
		3036	2848				19	55	6	6,6	
afzuiging LA	0,82	2940	2767	uit	7	13	37		12,9	17,1	10:46
	0,83	2999	2817	uit	7	12	34		12,9	17,6	11:40
	0,87	3133	2924	uit	11	19	56		12,9	19,5	12:29
	0,86	3100	2904	uit	4	8	23		12,9	18,4	13:39
		3043	2853				13	38	6	6,8	
afzuiging RV	0,78	2822	2660	uit	7	13	34		12,9	16,7	10:40
	0,82	2948	2777	uit	6	12	33		12,9	16,9	11:29
	0,80	2864	2684	uit	6	10	28		12,9	18,4	12:28
	0,77	2764	2583	uit	13	24	63		12,9	19,1	13:18
		2850	2676				15	39	6	6,4	
afzuiging RM	0,81	2915	2744	uit	13	24	66		12,9	17	10:36
	0,81	2915	2741	uit	7	14	37		12,9	17,3	11:27
	0,81	2915	2730	uit	8	14	39		12,9	18,5	12:27
	0,81	2932	2742	uit	25	45	123		12,9	18,9	13:12
		2919	2739				24	66	6	7,3	
afzuiging RA	0,79	2856	2690	uit	15	27	73		12,9	16,9	10:33
	0,81	2932	2759	uit	8	14	38		12,9	17,1	11:24
	0,84	3032	2843	uit	1	3	7		12,9	18,2	12:22
	0,75	2713	2539	uit	4	8	19		12,9	18,7	13:01
		2883	2708				13	35	6	8,0	
	diffuse uitstroom						277	g C/uur			
								UMO		2,9%	

De 6 afzuigingen zijn identiek en de verwerking van de meetresultaten van één meting aan de afzuiging LA om 10u46 is uitgewerkt in §4.2. De debieten van de afzuigingen zijn nagenoeg constant. Per afzuiging is een gemiddeld debiet en een gemiddelde uitstroomconcentratie berekend en op basis hiervan een gemiddelde emissiestroom. De gemiddelde emissiestromen van de 6 afzuigingen worden opgeteld om de totale diffuse emissiestroom uit de bedrijfsruimte te berekenen. De totale diffuse emissiestroom bedraagt 277 g C/uur met een uitgebreide meetonzekerheid van 2,9%.

De concentraties VOS aan de verschillende afzuigingen zijn niet hetzelfde. De gemiddelde concentraties bij de afzuigingen LA en RM verschillen een factor 2. (Bij afzuigingen ter hoogte van machines kunnen de concentraties tussen de afzuigingen een factor 20 verschillen.)

De totale gemeten emissiestroom wordt vergeleken met de verdampte hoeveelheid solvent gedurende dezelfde periode:

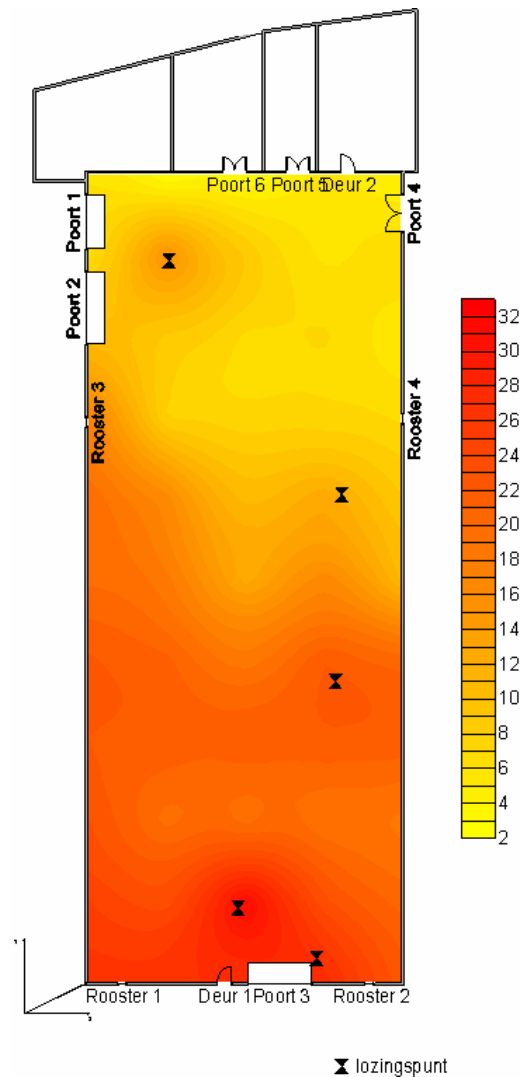
- verdampte hoeveelheid = 1,250 kg C met een uitgebreide meetonzekerheid van 2%
- emissie = 4uur x 0,277 kg C/uur = 1,108 kg C met een uitgebreide meetonzekerheid van $4 \times 2,9\% = 11,6\%$
- de emissie langs de afzuigingen wordt procentueel uitgedrukt t.o.v. de verdampte hoeveelheid solvent: $\frac{1,108kgC}{1,250kgC} = 89\%$

De emissie langs de afzuigingen van de bedrijfsruimte bedraagt 89% van de verdampte hoeveelheid ethanol met een uitgebreide meetonzekerheid van 12% op 89%. De emissie langs de afzuigingen is met 95% betrouwbaarheid gelegen tussen 78% en 100%.

4.5 Concentratiemetingen in een bedrijfsruimte

Om de voornaamste emissiebronnen in een bedrijfsruimte te lokaliseren worden met de draagbare FID-analyzer de concentraties VOS gemeten.

In een bedrijfsruimte met ethanolemissies, wordt de ethanolconcentratie gemeten met de draagbare FID (Figuur 19). De bedrijfsruimte van 45 m op 20 m is ingedeeld in vlakken van 4 m op 4 m zodat een rasterpatroon ontstaat. Hier zijn 55 meetpunten waarvan 5 in de breedte en 11 in de lengte van de ruimte. In het middelpunt van elk vlak wordt de concentratie gemeten op 1 m boven de vloer. Aan elk meetpunt wordt een XY-coördinaat toegekend. Aan de hand van die coördinaten wordt een plot getekend. In de plot is een kleurgradatie (van geel naar rood) toegepast naargelang de grootte van de concentratie. Hoe hoger de concentratie op een locatie, hoe roder de locatie. Met deze methode is het mogelijk om emissiebronnen en/of emissiestromen te lokaliseren.



Figuur 19: FID-meting van de concentraties (in mg C/Nm³) in een bedrijfsruimte

De gemiddelde ethanolconcentratie van de verschillende meetpunten bedraagt 16 mg C/Nm³.

DEEL 5: REFERENTIES

- [1] EPA Method 21 - Determination of Volatile Organic Compound Leaks (1993)
- [2] RIVM/MNP - Meetprotocol voor lekverliezen (2004)
- [3] EN ISO 14956 - Evaluation of the suitability of a measurement procedure by comparison with a required measurement uncertainty, Air quality (2002)
- [4] ISO 10780 Stationary source emissions - Measurement of velocity and volume flowrate of gas streams in ducts (1994)
- [5] Mary Gibbons Natrella, Experimental Statistics, John Wiley & Sons (1966)
- [6] NBN T95-001 Bepaling van het volumedebiet van een gas in een leiding met behulp van een Pitotbuis (1979)
- [7] 2006/MIM/R/133 - Code van Goede Praktijk Meting van Diffuse VOS emissies, Deel 1: Meting van het volumedebiet van diffuse emissies, VITO (2006)