

### 3.1 Procédure pour la mesure des émissions d'ammoniac (NH<sub>3</sub>), protoxyde d'azote (N<sub>2</sub>O), méthane (CH<sub>4</sub>) et dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) des stockages de lisier par la technique des chambres dynamiques flottantes (*Guidelines for the measurement of emission flux of Ammonia (NH<sub>3</sub>), Nitrous oxide (N<sub>2</sub>O), Methane (CH<sub>4</sub>) and Carbon dioxide (CO<sub>2</sub>) from liquid manure (slurry) store with the technique of the Floating dynamic closed chamber (FDCC)*)

#### 3.1.1 Introduction (*Introduction*)

##### 3.1.1.1 Objectif (*Objective*)

La chambre flottante fermée dynamique (FDCC) est une des techniques les plus couramment appliquées pour observer et comparer des émissions de lisier stocké.

Comme les conditions à l'intérieur de la chambre sont habituellement différentes de celles à l'extérieur, l'émission mesurée par la chambre n'est pas nécessairement représentative du mesurand (l'émission « vraie »). Espagnol et autres (2008, 2009) ont mis en évidence un biais significatif dans le cas du lisier de porc.

Cependant, cette méthode est très pratique. Elle fournit des informations précises et valables pour comparer des traitements ou pour estimer la variabilité spatiale (par exemple en passant de l'échelle du laboratoire à l'échelle de l'expérience pilote). Elle est également employée couramment pour l'émission des surfaces solides au champ, émissions à l'épandage par exemple. Les chambres fermées sans ventilation sont employées lorsque les émissions sont très faibles (par exemple, émissions de protoxyde d'azote au champ). Des modélisations ont été développées pour corriger les biais de mesure pour les chambres ouvertes ou fermées de flux (Loubet et al., 1999a, 1999b ; Senevirathna et al., 2007 ; Pape et al., 2009).

Par conséquent, nous proposons ces recommandations pour une chambre fermée dynamique de flottement et nous recommandons fortement de compléter ces mesures avec un bilan de matière du liquide stocké.

*The floating dynamic closed chamber (FDCC) is one of the most applied technique used to observe and compare emissions from stored liquid manure.*

*As the conditions within the chamber are usually different from those outside, the emission measured by the chamber can be not representative of the measurand (the “true” emission). Evidence of significant bias has been observed in the case of pig liquid manure by Espagnol et al (2008, 2009).*

*However, this method is very practical. It gives accurate and valuable informations when used to compare treatments or estimate spatial variability (e.g. when changing scale from laboratory to pilot experiment). It is also widely used for emission of solid surfaces in the field, e.g. emissions after slurry spreading. Closed chambers without ventilation are also used when the emissions are quite low, as for nitrous oxide emissions from soils for example. Modeling approaches have been developed to correct measurement bias for open or closed flux chambers (Loubet et al., 1999a, 1999b; Senevirathna et al., 2007; Pape et al., 2009).*

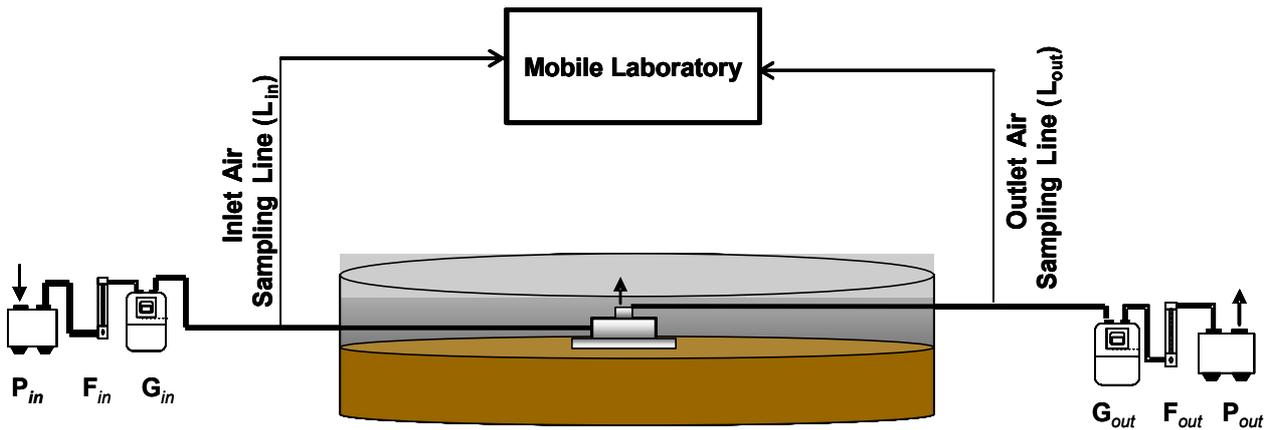
*Therefore, we propose these guidelines for a floating dynamic closed chamber and highly recommend to complete these measurements with a mass balance of the stored liquid.*

##### 3.1.1.2 Domaine d'application (*Scope*)

<p>Ce protocole décrit une méthode pour mesurer le flux d'émission de l'ammoniac (NH<sub>3</sub>) et des gaz à effet de serre - GES : méthane (CH<sub>4</sub>), anhydride carbonique (CO<sub>2</sub>), et protoxyde d'azote (N<sub>2</sub>O) – d'une surface de lisier dans une fosse ouverte en utilisant une chambre flottante fermée dynamique (FDCC) dans des conditions de fonctionnement spécifiques.</p> <p>La mesure du flux d'émission de NH<sub>3</sub>, N<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub> et CO<sub>2</sub>, avec cette méthode peut servir :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- pour comparer les émissions gazeuses de différentes fosses à lisier (lisier) gérées de manières différentes ;</li> <li>- pour évaluer le résultat de techniques appliquées pour réduire le NH<sub>3</sub>, le N<sub>2</sub>O, le CH<sub>4</sub> et le CO<sub>2</sub> émis par une fosse à lisier, par comparaison à une fosse de référence.</li> </ul> <p>Les mesures ne devraient pas être employées pour estimer des facteurs d'émission du lisier stocké sans corrections et évaluation de la représentativité.</p>	<p><i>This protocol specifies a method to measure the emission flux of ammonia (NH<sub>3</sub>) and greenhouse gases - GHG: methane (CH<sub>4</sub>), carbon dioxide (CO<sub>2</sub>), and nitrous oxide (N<sub>2</sub>O) - from liquid manure (slurry) in open store using a floating dynamic closed chamber (FDCC) under specified operating conditions.</i></p> <p><i>The measurement of the emission flux of NH<sub>3</sub>, N<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub> and CO<sub>2</sub>, with this method can serve:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><i>- To compare gaseous emissions from different liquid manure (slurry) store managed in different way</i></li> <li><i>- To assess the performance of techniques applied to reduce NH<sub>3</sub>, N<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub> and CO<sub>2</sub> from liquid manure (slurry) store, using the comparison with a reference slurry store.</i></li> </ul> <p><i>The measurements should not be used to estimate emission factors from the stored liquid manure without corrections and evaluation of representativeness.</i></p>
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

### 3.1.1.3 Principes (Principles)

<p>Le principe général de la technique FDCC est d'isoler une portion de la surface de fosse à lisier et de mesurer le changement de concentration dans la chambre au cours du temps (Figure).</p> <p>On exprime les résultats par unité de surface de lisier et par unité de volume de lisier.</p>	<p><i>The overall principle of the FDCC technique is to isolate a surface of slurry store and measure the concentration change in the chamber with time (Figure).</i></p> <p><i>The results are expressed per unit of area of slurry and per unit of volume of slurry.</i></p>
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------



**Figure 1. Overall principle of the floating dynamic closed chamber technique to measure the emission flow of ammonia (NH<sub>3</sub>) and greenhouse gas (GHG) i.e. methane (CH<sub>4</sub>) carbon dioxide (CO<sub>2</sub>) and nitrous oxide (N<sub>2</sub>O) from liquid manure (slurry) [G<sub>in, out</sub>: gas meter of inlet or outlet air F<sub>in, out</sub>: flow meter of inlet or outlet air P<sub>in, out</sub>: pump of inlet or outlet air]**

Cette méthode emploie une chambre en plastique de P.V.C. de dimensions définies pour isoler une partie de la source à étudier. Pendant l'utilisation, une pompe (Pin) fournit un écoulement connu d'air vers la chambre dynamique tandis qu'une deuxième pompe (Pout) aspire l'air de sortie. L'air entrant et l'air sortant sont échantillonnés au moyen de deux lignes de prélèvement d'air (Lin, Lout) avec une technique analytique appropriée située dans un laboratoire mobile.

La mesure des émissions GES et NH<sub>3</sub> comporte la détermination de la concentration des différents gaz C<sub>gas<sub>i</sub></sub><sup>inlet</sup>, C<sub>gas<sub>i</sub></sub><sup>outlet</sup> dans l'admission et la sortie d'air<sup>7</sup> (mgN.m<sup>-3</sup>air ou mgC.m<sup>-3</sup>air) multipliées par le débit d'air Q<sub>Dynamic chamber</sub><sup>air</sup> de la chambre dynamique (m<sup>3</sup>air. h<sup>-1</sup>). En mesurant la concentration en gaz polluant dans l'admission et la sortie d'air et après avoir réglé la circulation d'air porteur, le flux d'émission du gaz polluant est exprimé en mgN.h<sup>-1</sup> ou le mgC.h<sup>-1</sup> est déterminé par la relation :

*This method uses a P.V.C. plastic chamber of defined dimensions to isolate a portion of the source under investigation. During use, a pump (Pin) delivers a known flow of air through the dynamic chamber while a second pump (Pout) carries the outlet air. Inlet and outlet air are monitored by means of two air sampling lines (Lin, Lout) with an appropriate analytical technique located in a mobile laboratory.*

*The measurement of GHG and NH<sub>3</sub> emissions involves the determination of the concentration of the different gases C<sub>gas<sub>i</sub></sub><sup>inlet</sup>, C<sub>gas<sub>i</sub></sub><sup>outlet</sup> in the inlet and outlet air<sup>1</sup> (mgN.m<sup>-3</sup>air or mgC.m<sup>-3</sup>air) multiplied by the air flow Q<sub>Dynamic chamber</sub><sup>air</sup> of the dynamic chamber (m<sup>3</sup>air. h<sup>-1</sup>). By measuring the polluting gas concentration in the inlet and outlet air and having set the carrier air flow, emission flux of polluting gas expressed in mgN.h<sup>-1</sup> or mgC.h<sup>-1</sup> is determined by the relation:*

$$F_{\text{gas}_i} = (C_{\text{gas}_i}^{\text{outlet}} - C_{\text{gas}_i}^{\text{inlet}}) \cdot Q_{\text{Dynamic chamber}}^{\text{outlet air}}$$

avec gas<sub>i</sub> qui se rapporte à NH<sub>3</sub>, au N<sub>2</sub>O, au CH<sub>4</sub>

with gas<sub>i</sub> referring to NH<sub>3</sub>, N<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub> or CO<sub>2</sub>.

<sup>1</sup>Inlet air could zero-grade air or air atmospheric concentration

<p>ou au CO<sub>2</sub>.</p> <p>Dans ce de protocole la concentration NH<sub>3</sub> est évaluée soit par absorption dans une solution acide avec post-analyse ou par spectrométrie infrarouge photo-acoustique (Innova) tandis que les concentrations en N<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub> et CO<sub>2</sub> sont mesurées par spectrométrie infrarouge photo-acoustique (Innova).</p>	<p><i>In this protocol NH<sub>3</sub> concentration is evaluated either by absorption acid trap with post-analyze or by photoacoustic infrared spectrometry (Innova) while N<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub>, and CO<sub>2</sub> concentrations are quantified by photoacoustic infrared spectrometry (Innova).</i></p>
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

### 3.1.2 Caractérisation des valeurs à contrôler (*Identification of emission site*)

<p>Les caractéristiques générales du site expérimental devraient être enregistrées (type de ferme, taille, différents types d'animaux, performances zootechniques) ainsi que celles spécifiques à l'expérience (date, période, endroit, nom des personnes, âge du lisier, quantité, échantillonnage).</p>	<p><i>The general characteristics of the experimental facility should be recorded (type of farm, size, diversity of animals, performances) as well as those specific of the experiment (date, time, place, name of persons, age of the slurry, quantity, sampling).</i></p>
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

### 3.1.3 Appareillage (*equipment*)

<p><b>Matériels :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- chambre dynamique flottante</li> <li>- silicagel</li> <li>- pompes</li> <li>- compteur à gaz</li> <li>- teflon ou autre matériel inerte pour transférer l'air entrant/sortant jusqu'à la chambre dynamique</li> <li>- ligne d'échantillonnage<sup>8</sup> construite en teflon ou autre matériau inerte pour transporter l'air entrant/sortant jusqu'au laboratoire mobile</li> <li>- flacons pour la collecte des condensats<sup>9</sup></li> <li>- connecteurs inertes</li> <li>- flacon</li> <li>- solution acide (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0.5-2N)</li> <li>- laboratoire mobile avec l'appareillage de mesure, ordinateur et dispositifs de commande quand les lignes d'échantillonnage sont multiplexées. Il devrait également être équipé du matériel d'échantillonnage pour le prélèvement, le traitement, et le transport de lisier.</li> </ul> <p>Les réactifs et les équipements utilisés dans cette</p>	<p><b>Materials:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Floating dynamic chamber</i></li> <li>- <i>Silica gel</i></li> <li>- <i>Pumps</i></li> <li>- <i>Gas meter</i></li> <li>- <i>Teflon or other inert material for withdraw the inlet/outlet air through the dynamic chamber</i></li> <li>- <i>Sample line<sup>2</sup> constructed of Teflon or other inert material for transporting the inlet/outlet air to the mobile laboratory.</i></li> <li>- <i>Flasks for collection of condensate<sup>3</sup></i></li> <li>- <i>Inert connectors</i></li> <li>- <i>Flask</i></li> <li>- <i>Acid solution (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0.5-2N)</i></li> <li>- <i>Mobile laboratory with measuring equipment, computer and control devices when sampling lines are multiplexed. It should also be equipped with the sampling equipment for slurry sampling, conditioning, and transportation.</i></li> </ul> <p><i>The reagent and equipment used in this</i></p>
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<sup>2</sup>Heated sample line is recommended

<sup>3</sup>In case of no heated sample line

méthodologie devraient être des appareils de laboratoire. L'eau utilisée pour la préparation de la solution acide sera déionisée ou de pureté équivalente. Tout l'équipement (pompe, flacon, tuyaux,...) en contact avec l'air sera choisi en matériau chimiquement inerte.

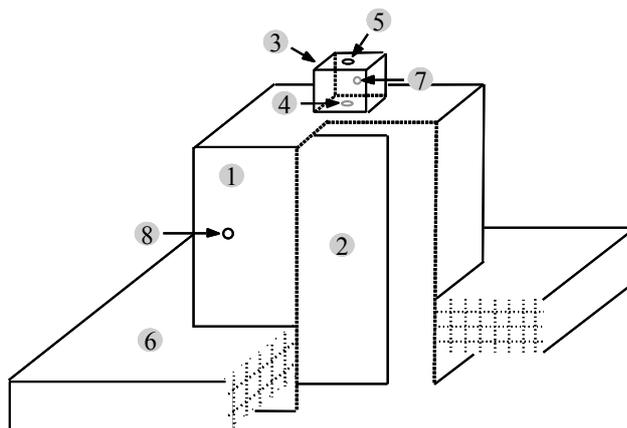
### Description de la chambre dynamique flottante

La chambre dynamique flottante (fig. 2) se compose de trois parts. La première et principale partie est une boîte rectangulaire de PVC (①) (longueur, 60 cm ; largeur, 40 cm ; hauteur, 40 cm) sans fond qui offre une surface expérimentale de 0.24 m<sup>2</sup>. Dans cette boîte, deux cloisons PVC (②) (longueur, 60 cm ; largeur, 30 cm ; hauteur, 40 cm), sont fixées perpendiculairement à l'intérieur de la chambre afin d'obtenir un courant d'air turbulent. La deuxième partie est une boîte de PVC de dépressurisation (③) (longueur, 20 cm ; largeur, 20 cm ; hauteur, 10 cm), fixée au-dessus de la première boîte, et reliée à elle au moyen d'une ouverture de 1 cm de diamètre (④). Cette petite boîte communique avec l'atmosphère (⑤) afin que la pression dans la chambre de mesure soit légèrement supérieure à la pression atmosphérique. La dernière partie est en polystyrène expansé (⑥) (0.96 m<sup>2</sup>) fixé autour de la chambre de mesure pour qu'elle flotte. En position de flottement, une partie de la chambre est immergée, laissant un volume d'air nominal de 50 L.

*methodology should be laboratory apparatus. All water used in the preparation of the solution of acid shall be deionized or of equivalent purity. All equipment (pump, flask, pipe...) which come into contact with air shall be made of chemically inert material.*

### Description of the floating dynamic chamber

*The floating dynamic chamber (Fig. 2) consists of three parts. The first and main part is a rectangular PVC box (①) (length, 60 cm; width, 40 cm; height, 40 cm) without bottom and offering an experimental area of 0.24 m<sup>2</sup>. In this box, two PVC dividing walls (②) (length, 60 cm; width, 30 cm; height, 40 cm), are fixed perpendicularly inside the chamber in order to obtain a turbulent air stream. The second part is a depressurization PVC box (③) (length, 20 cm; width, 20 cm; height, 10 cm), fixed above the first one, and connected with it by means of a 1 cm diameter aperture (④). This small box is open to atmosphere (⑤) in order to prevent any pressure in the chamber. The last part is the expanded polystyrene (⑥) (0.96 m<sup>2</sup>) fixed around this chamber to keep it floating. In its floating position, a part of the chamber is immersed, leaving a nominal headspace of 50 l.*



**Figure 2. Description of the floating dynamic closed: (①) PVC chamber; (②) PVC dividing walls; (③) depressurization PVC box; (④) aperture between depressurization box and chamber; (⑤) aperture to atmosphere; (⑥) expanded polystyrene; (⑦) inlet air connexion; (⑧) outlet air connexion**

**Ventilation dynamique à travers la chambre**

**Dynamic flow-through the floating dynamic**

### **dynamique flottante**

L'air entrant<sup>10</sup> est soufflé par une première pompe ( $P_{in}$ ) via le tuyau d'arrivée d'air (⊗) à un débit de 25 l.min<sup>-1</sup> contrôlé par un débitmètre ( $F_{in}$ ) et enregistré par un compteur à gaz ( $G_{in}$ ). Les gaz émis sont aspirés par un flux d'air sur le côté opposé de la chambre dynamique flottante (⊙) à l'aide d'une deuxième pompe ( $P_{out}$ ). Cette deuxième pompe est réglée à un débit nominal de 15 l.min<sup>-1</sup>, fixé par un deuxième débitmètre ( $F_{out}$ ), le volume exact est totalisé par un compteur à gaz ( $G_{out}$ ). L'air soufflé en excès (environ 10 l.min<sup>-1</sup>) est rejeté à l'atmosphère à travers l'orifice ⊕ (environ 2 m.s<sup>-1</sup>). Le flux  $Q_{Dynamic\ chamber}^{outlet\ air}$  qui traverse la chambre dynamique doit être maintenu constant pendant les mesures.

### **chamber**

*The inlet air<sup>4</sup> is delivered through a first pump ( $P_{in}$ ) via the inlet air connexion (⊗) at a flow of 25 l.min<sup>-1</sup> controlled by a flow meter ( $F_{in}$ ) and recorded by a gas meter ( $G_{in}$ ). Emitted gases are withdrawn in a stream of air at the opposite side of the floating dynamic chamber (⊙) by means of a second pump ( $P_{out}$ ). This second pump is operated at a nominal air flow of 15 l.min<sup>-1</sup>, fixed by a second flow meter ( $F_{out}$ ), the exact volume being measured by a gas meter ( $G_{out}$ ). The surplus inlet air (about 10 l.min<sup>-1</sup>) is exhausted to the atmosphere by means of the aperture ⊕ (about 2 m.s<sup>-1</sup>). The flow  $Q_{Dynamic\ chamber}^{outlet\ air}$  through the dynamic chamber must be maintained at a constant during the run.*

### 3.1.4 Observations (Observations)

#### **Position de la chambre**

La surveillance des émissions gazeuses par chambre dynamique flottante doit être effectuée sur une partie de la fosse à lisier où aucune perturbation due au brassage du lisier, au remplissage ou aux turbulences liées au vent ne pourrait se produire. La surveillance des émissions gazeuses ne doit jamais être effectuée près du mur de la fosse de stockage afin d'éviter une émission anormale due à un effet de bord.

#### **Fréquence et période de la surveillance**

Afin de tenir compte de la variabilité temporelle et spatiale des émissions gazeuses pendant le stockage du lisier on recommande d'effectuer :

- 3-5 séquences de surveillance pendant au moins 2 heures durant un même jour.
- 3-5 séquences de surveillance durant des périodes à différentes saisons.

Deux heures au minimum de collecte de données sont exigées pour assurer une mesure représentative d'une concentration moyenne. La collecte de données est lancée une fois que la chambre atteint des conditions de régime permanent (30 minutes de fonctionnement).

#### **Position of the chamber**

*The monitoring of gaseous emissions by floating dynamic chamber must be carried out at a part of the slurry store where no perturbation due to slurry stirring, slurry filling and wind speed turbulences could occur. The monitoring of gaseous emissions must never carry out near the store wall in order to avoid unusual emission due to leakage by wall effect.*

#### **Frequency and time of monitoring**

*In order to take account of temporal and spatial variability of gaseous emissions during the storage of slurry it is recommended to carry out:*

- 3-5 sequences of monitoring for at least 2 hours over a same day.
- 3-5 sequences of monitoring over several period at different seasons.

*A minimum of two hours of data collection is required to ensure a representative measurement of a mean concentration. Data collection is initiated once the chamber reached steady-state conditions (30 min of operation).*

<sup>4</sup> Inlet air could zero-grade air or air atmospheric concentration

### Prélèvement d'air et mesure de concentration

La méthode de prélèvement d'air est liée à la technique de mesure de concentration, c'est-à-dire par absorption par une solution acide si seule la concentration en ammoniac est recherchée ou par l'analyseur infrarouge si l'ammoniac est mesuré simultanément à  $N_2O$ ,  $CH_4$  et  $CO_2$ .

### Analyse de la concentration en ammoniac ( $NH_3$ ) par absorption dans une solution acide

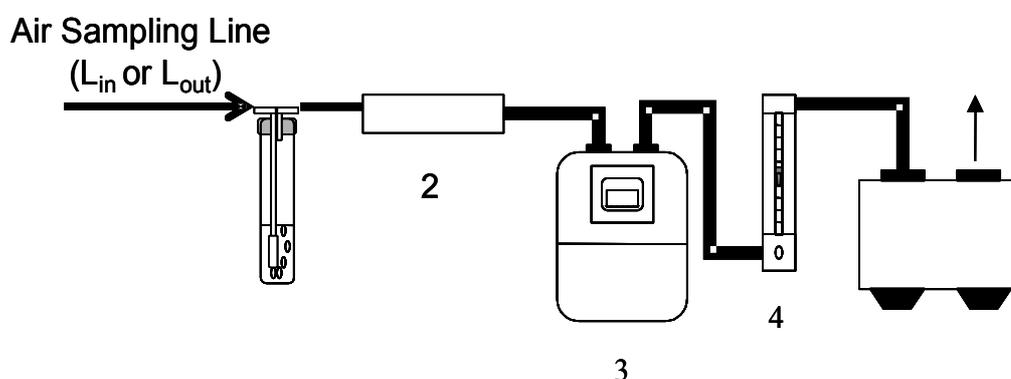
Les concentrations en  $NH_3$  de l'entrée et de la sortie d'air sont mesurées en utilisant un deuxième jeu de pompes, un compteur volumétrique et des flacons d'acide (en général 50 ml de  $H_2SO_4$  ; 0.5 à 2 N) comme décrit dans la figure suivante :

### Air sampling and concentration measurement

The method of air sampling is linked with the concentration measurement technique that is if ammonia concentration is measured alone by absorption by acid solution or by infrared analyser simultaneously with  $N_2O$ ,  $CH_4$  and  $CO_2$ .

### Analyse of Ammonia ( $NH_3$ ) concentration by absorption in acid solution

$NH_3$  concentration of the inlet, outlet air is measured using a second set of pump, gas meter and acid flask (typically 50 ml of  $H_2SO_4$  ; 0.5 to 2 N) as described Figure:



(1): acid flask (2) silica column, (3) gas meter (4) flow meter (5) pump

*Figure 3. Schematic drawing of air sampling from floating dynamic closed chamber to analyse of Ammonia ( $NH_3$ ) concentration by absorption in acid solution*

L'air prélevé est acheminé vers le flacon d'acide à un débit connu, en général  $5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , selon la capacité du bulleur et la capacité d'absorption du flacon d'acide (voir procédure  $NH_3$ ). L'air prélevé est desséché par le silicagel et enregistré par le compteur à gaz. Le flacon est périodiquement remplacé (quotidiennement au maximum) et l'émission cumulée d'ammoniac est déterminée pour chaque période de surveillance. La période de surveillance doit être inférieure à la capacité d'atteindre le point de saturation en ammonium du flacon d'absorption. L'évaporation de la solution du piège est compensée en enregistrant le poids

*Sampled air is drawn through acid flask at a known flow, typically  $5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , according to bubbling capacity and absorption capacity of acid flask (see  $NH_3$  procedure). The sampled air is dried out through silica gel and recorded by gas meter. The flask is periodically replaced (max. daily) and the cumulative ammonia emission is determined for each period of monitoring. The monitoring period must be lower than the period need to reach ammonium saturation point of the absorption flask. Any evaporation of the trap solution is compensated by recording the initial weight of the [flask + acid solution].*

initial de l'ensemble [flacon + solution acide].

La quantité d'ammoniac emprisonnée par la solution acide est déterminée en analysant la concentration finale en ammonium-n ( $\text{NH}_4^+\text{-N}$ ) dans la solution acide par l'une ou l'autre de ces méthodes :

- (i) distillation et titration alcalines,
- (ii) colorimétrie,
- (iii) chromatographie ionique.

Les concentrations de  $\text{NH}_3$ , du  $\text{N}_2\text{O}$ , du  $\text{CH}_4$  et du  $\text{CO}_2$  (exprimés en  $\text{mgN.m}^{-3}\text{air}$  ou  $\text{mgC.m}^{-3}\text{air}$ ) sont mesurées directement et indiquées par l'analyseur infrarouge.

#### Mesure de concentration de $\text{NH}_3$ , $\text{N}_2\text{O}$ , $\text{CH}_4$ et $\text{CO}_2$ par spectrométrie infrarouge photo-acoustique (Innova 1312)

Le prélèvement continu sur l'entrée d'air et sur la sortie d'air est fait à un débit nominal de 3L/min avec une pompe. Les deux lignes de prélèvement ( $L_{\text{in}}$ ) et ( $L_{\text{out}}$ ) sont reliées à l'analyseur (Figure) soit manuellement, soit par un système de vannes qui permet le prélèvement automatique continu. Une ligne de mise à l'air ( $L_{\text{vent}}$ ) est adaptée à la ligne de sortie témoin ( $L_{\text{monot}}$ ). Cette ligne de mise à l'air est reliée à un débitmètre pour gaz ou à tout appareil semblable pour éviter toute surpression qui pourrait endommager l'analyseur.

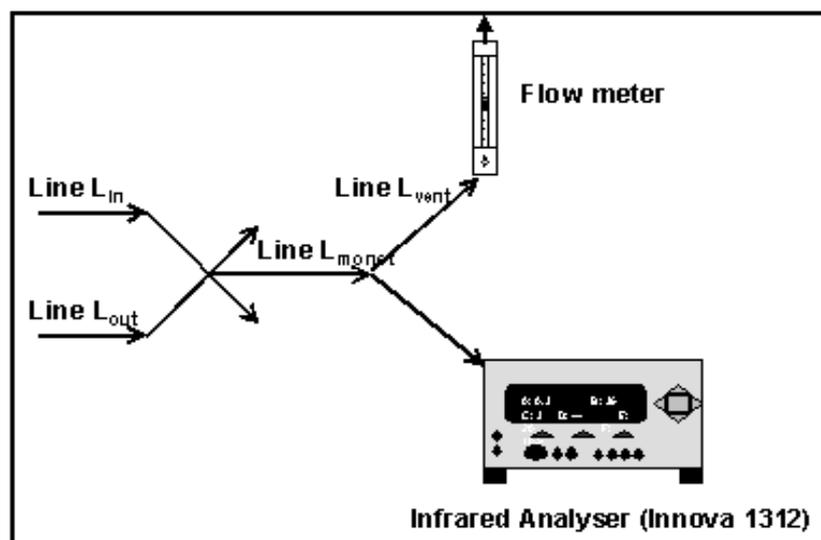
*Ammonia quantity trapped by acid solution is determined by analyzing the final ammonium-N ( $\text{NH}_4^+\text{-N}$ ) concentration in acid solution by either:*

- (i) alkaline distillation and titration,*
- (ii) or colorimetry,*
- (iii) or ion chromatography.*

*The concentration of  $\text{NH}_3$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{CH}_4$  and  $\text{CO}_2$  (expressed in  $\text{mgN.m}^{-3}\text{air}$  or  $\text{mgC.m}^{-3}\text{air}$ ) is directly measured and indicated by the infrared analyser.*

#### **Concentration measurement of $\text{NH}_3$ , $\text{N}_2\text{O}$ , $\text{CH}_4$ and $\text{CO}_2$ by photoacoustic infrared spectrometry (Innova 1312)**

*Continuous sampling of inlet and outlet air is done at a nominal flow of 3l/min with a pump. The two sampling lines ( $L_{\text{in}}$ ) and ( $L_{\text{out}}$ ) are connected to the analyser (Figure) either manually or by a valve system that allows continuous auto sampling. A vent line ( $L_{\text{vent}}$ ) is fitted to the exiting sample line ( $L_{\text{monot}}$ ). This vent line is connected to gas flow meter or similar apparatus to avoid any pressurization that could damage the analyser.*



**Figure 4. Schematic drawing of air sampling from floating dynamic closed chamber to analyse of  $\text{NH}_3$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{CH}_4$  and  $\text{CO}_2$  by infrared analyser (Innova 1312)**

### 3.1.5 Calculs (Calculations)

#### Circulation d'air

Le débit de l'air traversant la chambre dynamique est approximativement de  $15 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , donnant une vitesse d'air d'environ  $0.01 \text{ m s}^{-1}$  au-dessus de la surface de lisier. L'écoulement exact pendant un temps d'exécution ( $T : t_1-t_0$ ) est calculé exactement avec l'équation suivante :

#### Air flow

*Air flow through the dynamic chamber is approximately  $15 \text{ l}\cdot\text{min}^{-1}$ , giving an air velocity of around  $0.01 \text{ m s}^{-1}$  over the slurry surface. The exact flow during a run time ( $T: t_1-t_0$ ) is calculated exactly by means of following equation:*

$$2 \quad Q_{\text{Dynamic chamber}}^{\text{outlet air}} (\text{m}^3 \text{ h}^{-1}) \downarrow \frac{V_{\text{gas meter}}^{t_1} - V_{\text{gas meter}}^{t_0}}{(t_1 - t_0)}$$

$V_{\text{gas meter}}^{t_0}$  et  $V_{\text{gas meter}}^{t_1}$  sont les volumes ( $\text{m}^3$ ) indiqués par le compteur de gaz d'air de sortie ( $G_{\text{out}}$ ) aux temps ( $t_0$ ) et ( $t_1$ ) respectivement, le temps étant exprimé en heures (h).

$V_{\text{gas meter}}^{t_0}$  and  $V_{\text{gas meter}}^{t_1}$  volume ( $\text{m}^3$ ) indicated by outlet air gas meter ( $G_{\text{out}}$ ) at time ( $t_0$ ) and ( $t_1$ ) respectively, time being expressed in hour (h).

#### Concentration en ammoniac

Les concentrations en ammoniac de l'entrée et de la sortie d'air sont calculées à partir des concentrations en ammonium-n ( $\text{NH}_4^+\text{-N}$ ) piégé dans la solution acide et du volume d'air, au moyen de l'équation :

#### Ammonia concentration

*Ammonia concentration of the inlet, outlet air is calculated from the ammonium-N ( $\text{NH}_4^+\text{-N}$ ) concentration trapped in acid solution and the volume of air, by means of Equation :*

$$3 \quad [\text{NH}_3 \sim \text{N}]_{\text{air}}^{\text{inlet, outlet}} (\text{mgN}\cdot\text{m}^3_{\text{air}}) \downarrow \frac{N_{\text{trapped}} (\text{mg})}{V_{\text{trapped}}^{\text{air}} (\text{m}^3_{\text{air}})}$$

$N_{\text{trapped}} (\text{mg})$  Est déterminé par l'équation :

$N_{\text{trapped}} (\text{mg})$  is determined according to Equation:

$$4 \quad N_{\text{trapped}} (\text{mg}) \downarrow [\text{NH}_4 \sim \text{N}]_{\text{acid solution}} (\text{mg l}^{-1}) \cdot V_{\text{acid solution}} (\text{l})$$

$V_{\text{trapped}}^{\text{air}} (\text{m}^3_{\text{air}})$  est déterminé par l'équation :

$V_{\text{trapped}}^{\text{air}} (\text{m}^3_{\text{air}})$  is determined according to following equation:

$$5 \quad V_{\text{trapped}}^{\text{air}} (\text{m}^3_{\text{air}}) \downarrow V_{\text{gas meter}}^{t_1} - V_{\text{gas meter}}^{t_0}$$

$V_{\text{gas meter}}^{t_0}$  et  $V_{\text{gas meter}}^{t_1}$  sont les volumes ( $m^3$ ) indiqués par les compteurs volumétriques aux temps ( $t_0$ ) et ( $t_1$ ) respectivement.

$V_{\text{gas meter}}^{t_0}$  and  $V_{\text{gas meter}}^{t_1}$  volume ( $m^3$ ) indicated by gas meter at time ( $t_0$ ) and ( $t_1$ ) respectively.

### Calcul de l'émission de gaz

Les émissions de  $CO_2$ ,  $NH_3$ ,  $N_2O$  et  $CH_4$  sont calculées à partir de la différence entre la concentration dans l'air entrant et dans l'air de sortie de la chambre dynamique multipliée par le débit moyen d'air ayant circulé dans la chambre dynamique :

### Calculation of gas emission flux

$NH_3$ ,  $N_2O$ ,  $CH_4$  and  $CO_2$  emission flux are calculated from the difference in concentration between the inlet and the outlet of the dynamic chamber multiplied by the mean air flow through the dynamic chamber:

6

$$F_{\text{gas}_i} = (C_{\text{gas}_i}^{\text{outlet}} - C_{\text{gas}_i}^{\text{inlet}}) \cdot Q_{\text{Dynamic chamber}}^{\text{air}}$$

avec :

$C_{\text{gas}_i}^{\text{inlet}}$ ,  $C_{\text{gas}_i}^{\text{outlet}}$  concentrations en gaz de l'air entrant et sortant ( $mg N.m^{-3}_{\text{air}}$  ou  $mg C.m^{-3}_{\text{air}}$  pour l'azote et le carbone respectivement) avec  $gas_i$  se rapportant à  $NH_3$ ,  $N_2O$ ,  $CH_4$  ou  $CO_2$  ;

$Q_{\text{Dynamic chamber}}^{\text{air}}$  : débit d'air à travers la chambre dynamique ( $m^3_{\text{air}} \cdot h^{-1}$ ) calculé par l'équation ci-dessus ;

$F_{\text{gas}_i}$  le flux d'émission du gaz i.

with:

$C_{\text{gas}_i}^{\text{inlet}}$ ,  $C_{\text{gas}_i}^{\text{outlet}}$  gas concentrations in the inlet and outlet air ( $mgN.m^{-3}_{\text{air}}$  or  $mgC.m^{-3}_{\text{air}}$  for nitrogen and carbon respectively) with  $gas_i$  referring to  $NH_3$ ,  $N_2O$ ,  $CH_4$  or  $CO_2$ ;

$Q_{\text{Dynamic chamber}}^{\text{air}}$  : air flow of the dynamic chamber ( $m^3_{\text{air}} \cdot h^{-1}$ ) calculated by above equation ;

$F_{\text{gas}_i}$  the emission flux of gas i.

### 3.1.6 Contrôles et vérifications (Control and checkout)

L'absence de fuites dans les tuyaux devrait être contrôlée en comparant les débits massiques d'air entrant et sortant du système de prélèvement.

L'absence d'interférences entre l'air prélevé et l'air analysé peut être contrôlée en connectant des poches de gaz étalon à l'aspiration de l'échantillonnage. En cas de condensation dans les tuyaux, les mesures d'ammoniac doivent être rejetées.

Une fois calculée, l'émission devrait être comparée aux valeurs de référence données pour une catégorie voisine de stockages.

Si l'émission est calculée pendant quelques semaines, alors elle devrait être comparée au déficit du bilan de masse. Pour cette raison il est recommandé de calculer non seulement les gaz

*The absence of leakages should be controlled by comparing the mass flow rate at air inlet and air outlet of the sampling lines.*

*The absence of interference between sampled air and analysed air can be controlled by connecting a bag of test gas at the inlet of sampled air. In case of condensates inside the tubes, ammonia measurements should be discarded.*

*Once calculated the emission should be compared to reference values given for a similar category of storages.*

*If the emission is calculated over a period of some weeks, then it should be compared to the deficit of the mass balance. For this reason it is recommended to calculate not only the polluting gases but also  $CO_2$  and  $H_2O$  because it is easier*

polluants mais également CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O parce qu'il est plus facile de calculer le bilan de matière du carbone et de l'eau, et donc d'examiner la validité des calculs.

*to calculate the mass balance of carbon and water, and therefore to check the validity of the calculations.*