

## Bestemmelse af koncentrationer af formaldehyd i strømmende gas (DNPH-metoden)

Parameter	<b>Formaldehyd (methanal, HCHO)</b>
Anvendelsesområde	Måling af formaldehyd i luftemissioner fra virksomheder.
Metode	Manuel opsamling i en dinitrophenylhydrazin-opløsning, og efterfølgende analyse ved højtryksvæskerkromatografi med UV-detektion.
Referencer	VDI 3862, blatt 2, 2000 [1] (supplerende referenceliste i kap.12)
År	Revision 1 (revideret 2003) - første udgave 2002.

## Indholdsfortegnelse

<b>1. BRUGERVEJLEDNING TIL MILJØMYNDIGHEDER .....</b>	<b>2</b>
<b>2. ANVENDELSESOMRÅDE .....</b>	<b>3</b>
2.1 Måleområde .....	3
2.2 Begrænsninger .....	3
<b>3. PRINCIP .....</b>	<b>4</b>
3.1 Prøvetagning .....	4
3.2 Analyse .....	5
<b>4. Udstyr .....</b>	<b>6</b>
4.1 Prøvetagning .....	6
4.2 Analyse .....	6
<b>5. PLANLÆGNING .....</b>	<b>7</b>
<b>6. FREMGANGSMÅDE .....</b>	<b>7</b>
6.1 Samling af prøvetagningsudstyret og lækagekontrol .....	7
6.2 Måling .....	7
6.3 Overførsel og transport af prøver .....	7
6.4 Prøveopbevaring .....	8
6.5 Kromatografisk analyse .....	8
6.6 Kalibrering .....	9
6.7 Beregning .....	9
6.8 Rapportering .....	9
<b>7. KVALITETSSIKRING .....</b>	<b>10</b>
7.1 Prøvetagning .....	10
7.2 Analyse .....	10
<b>8. SIKKERHED .....</b>	<b>10</b>
<b>9. USIKKERHED .....</b>	<b>10</b>
<b>10. RAPPORTERING .....</b>	<b>11</b>
<b>11. MODIFIKATIONER .....</b>	<b>11</b>
<b>12. REFERENCER .....</b>	<b>12</b>
12.1 Supplerende litteratur .....	12

## 1. Brugervejledning til miljømyndigheder

Kapitel 8 i Luftvejledningen [2] indeholder en liste over Miljøstyrelsens anbefalede metoder til måling af luftforurening fra virksomheder (emission). Metodelisten revideres og opdateres af Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for måling af emissioner til luften. Den reviderede metodeliste er (kun) tilgængelig [www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk). Ud over metodelisten udgiver Referencelaboratoriet endvidere en række metodeblade for udvalgte parametre. Disse metodeblade er i nyeste version tilgængelige på [www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk). Metodeliste og metodeblade sendes i høring inden udgivelse og væsentlige ændringer.

Metodelisten er beregnet til brug ved miljøgodkendelser og sagsbehandling. Et vilkår bør altid indeholde målemetode samt henvisning til metodeblad, såfremt der er udarbejdet et. Vilkår uden angiven målemetode står juridisk svagt i en eventuel klagesag.

Metodebladene er målrettet til målefirmaer og andre med specialinteresse for målinger, og giver information, på dansk, om hvordan målingerne skal udføres og hvilke særlige forholdsregler og modifikationer der kan forekomme efter danske forhold. Formålet er at sikre ensartede måleresultater samt at oplyse om særlige forhold, hvor modifikationer eller andre forholdsregler er påkrævet. For miljømyndighederne har metodebladene kun interesse i det omfang der foreligger en mistanke om at målingerne ikke er udført med tilfredsstillende kvalitet eller hvis der er tvivl om tolkningen af resultater mv. I situationer, hvor målefirmaer eller virksomheder henvender sig til myndigheden med et måleteknisk problem eller problemstilling kan miljømyndigheden have glæde af at læse metodebladet.

Metodebladet for planlægning og rapportering, MEL-01, er aldrig blevet udgivet, men er i stedet indarbejdet som en del af kapitel 8 i Luftvejledningen [2], der indeholder generelle forskrifter vedr. indretning af målested samt adgangsforhold til målestedet. Indretningen af et målested kan være et væsentligt bidrag til et måleresultats troværdighed, og bør være en del af virksomhedens vilkår. Miljømyndighederne bør således ud over de almindelige vilkår, også stille vilkår om målestedets indretning samt adgangsforhold til målestedet.

Vilkår bør i øvrigt indeholde krav til relevant produktion under præstationskontrol samt rapportering af produktionens reelle størrelse/omfang under målingernes gennemførelse. Uden et sådan krav kan præstationskontrol i værste fald være misvisende og ikke nødvendigvis et mål for den reelle emission på andre dage. Et sådant vilkår bør udarbejdes i samarbejde med virksomheden.

Når vilkår indeholder et krav om målemetode samt krav om akkrediteret måling bør der være tillid til at målingen så også er gennemført efter forskrifterne i metodeblad, standard mv. Der kan dog være situationer, hvor miljømyndigheden ønsker at vurdere kvaliteten af målingen eller ønsker at vurdere om målemetoden rent faktisk er egnet til formålet. Til disse formål kan metodebladet læses af miljømyndigheden specielt med fokus på følgende emner:

- Målestedets indretning
- Dokumentation for produktionsforhold under målingen
- Anvendt prøvetagnings system (materiale og temperatur)
- Feltblind

- Varme fugtige gasser (er der taget højde for risiko for kondensation)
- Interferens
- Isokinetisk udsugning (skal ligge mellem 95 % og 115 % af korrekt isokinetisk flow ved alle partikelmålinger)
- Antallet af travers punkter
- Laboratorieblind

Usikkerhed.

Det er krævet i ISO 17025 [3], som laboratorierne akkrediteres efter, at laboratorierne beregner usikkerheden på målingerne<sup>1</sup>. Usikkerheden på målingen angives i rapporten.

I Luftvejledningen [2] kapitel 5.4.1 er det angivet, at: *Emissionsvilkåret anses for overholdt, når det aritmetiske gennemsnit af alle enkelt-målinger udført ved præstationskontrollen er mindre end eller lig med kravværdien*. Usikkerheden indgår således ikke i vurderingen af en præstationskontrol, og det er op til den enkelte tilsynsmyndighed om den opnåede usikkerhed på målingen er tilfredsstillende.

## 2. Anvendelsesområde

Dette metodeblad beskriver måling af emissioner af formaldehyd til luften fra afkast med strømmende gasser. Med afkast menes her skorstene, ventilationsafkast eller kanaler, gennem hvilke der udsendes varm eller kold gas til atmosfæren – f.eks. i forbindelse med gas- eller træfyringsanlæg, gasturbiner, forbrændingsmotorer, lakeringsanlæg, røgerier, vulkaniseringsanlæg, plastindustri eller ved fremstilling af mineraluldsprodukter og spånplader.

Metoden kan samtidig anvendes til måling af andre carbonylforbindelser (aldehyder og ketoner), herunder f.eks. acetaldehyd, acrolein, glutaraldehyd, butanon og acetone.

### 2.1 Måleområde

Fra 0,005 til 10 mg/m<sup>3</sup>(n,t) ved 60 minutters måletid. Måleområdet kan udvides ved at forøge eller forkorte prøvetagningstiden eller ved at fortynde den eksponerede prøve. Det aktuelle måleområde vil endvidere afhænge af det anvendte prøvetagnings- og analyseudstyr og -betingelser.

### 2.2 Begrænsninger

Der kendes kun få interfererende stoffer. Store mængder af andre carbonylforbindelser (f.eks. acetone eller butanon i blandingsfortyndere), ozon (f.eks. i forbindelse med UV-hærdning) eller nitrogendioxid (f.eks. i forbindelse med forbrændingsprocesser) kan reagere med DNPH-reagens i opsamlingsvæsken, og dermed reducere kapaciteten. Proble-

---

<sup>1</sup> Skal gennemføres i overensstemmelse med GUM [4], det vil sige enten ISO 14956 [5], eller de rapporter på Referencelaboratoriets hjemmeside ([www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk)), der findes om emnet. For visse komponenter er der nyttig information i den standard der beskriver metoden. Målestedets indretning bør indgå i beregningen af usikkerheden.

met kan normalt løses ved at forøge mængden af DNPH i opsamlingsvæsken<sup>II</sup>, eller forkorte opsamlingsperioden, men i ekstreme tilfælde må der anvendes en alternativ målemetode, f.eks. chromotrophsyre-metoden [6]. Nitrogendioxid (f.eks. i emissionen fra gas- eller benzinmotorer) kan give anledning til dannelse af en komponent, der kan interferere i kromatogrammet (overlap med formaldehyd-toppen), men problemet kan normalt løses med en optimeret kromatografi [7]. Ozon kan ligeledes give anledning til dannelse af interfererende toppe i kromatogrammet. Dette problem kan forebygges ved anvendelse af en ozonskrubber, der monteres før vaskeflaskerne [8], eller ved en optimeret kromatografi.

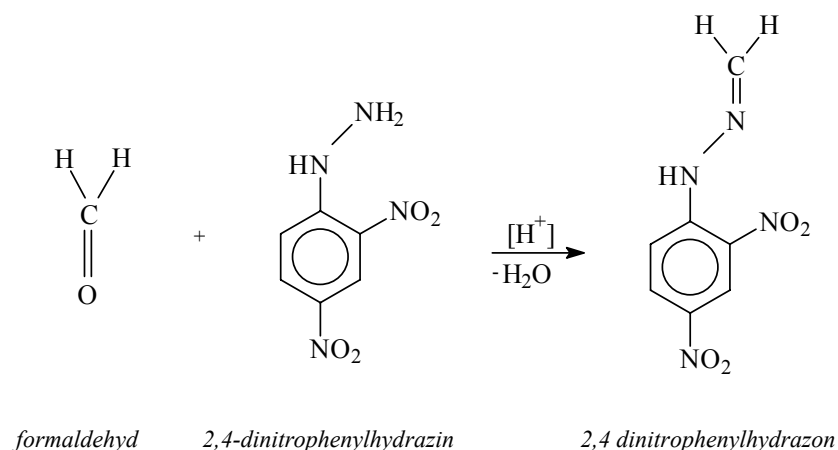
Ved måling i en atmosfære med indhold af formaldehyd på bundet form (f.eks. som hexamethylen-tetramin, der anvendes som hærdere af phenol-formaldehyd-resiner), vil der i den sure opsamlingsvæske ske en hel eller delvis spaltning til fri formaldehyd. Såfremt kun fri formaldehyd ønskes medbestemt, kan en metode med en alkalisk opsamlingsvæske anvendes – f.eks. AHMT-metoden [9].

### 3. Princip

#### 3.1 Prøvetagning

En delgasstrøm udsuges gennem et filter og to i serie med filteret forbundne vaskeflasker. Filteret, der kan placeres i kanalen eller uden for efter behov, kan undlades, såfremt der er tale om en partikelfri gas. Prøvetagningssystemet skal bestå af materialer, der ikke reagerer kemisk eller fysisk med prøvegasen (normalt rustfrit stål, glas eller teflon). Ved risiko for kondensation skal prøvetagningssystemet (før vaskeflaskerne) under målingen være opvarmet til 110 °C.

De to seriekoblede vaskeflasker indeholder en absorptionsvæske bestående af en svovlsur opløsning af 2,4-dinitrophenylhydrazin (DNPH) i acetonitril. I en syrekatalyseret reaktion reagerer formaldehyd med hydrazinen under dannelse af en stabil hydrazone efter følgende reaktion:



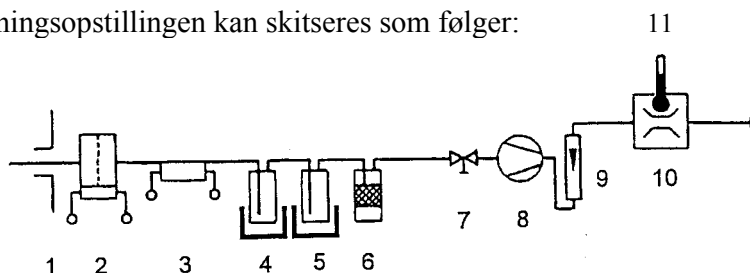
<sup>II</sup> Eksempelvis anbefales en DNPH koncentration på 4g/l i 2 gange 100 ml absorptionsvæske til måling på udstødsgasser fra gasmotorer, der har et højt indhold af nitrogendioxid.

Vaskeflaskerne bør køles med isvand for at undgå afdampning af acetonitril. Efter vaskeflaskerne tørres den udsugede gasprøve.

Gasprøven udsuges med en pumpe efterfulgt af et flowmeter til regulering af den udsugede mængde, en kalibreret gasmåler samt et termometer til registrering af temperaturen. Den tørre gasmængde bestemmes ved hjælp af den kalibrerede gasmåler, som aflæses før og efter hver prøvetagning.

Optionelt kan der indskydes et manometer imellem pumpe og vaskeflasker. Derved kan et forøget undertryk (f.eks. som følge af tilstopning af filteret) identificeres. Manometeret kan samtidig anvendes ved lækagekontrol (se afsnit 3.1).

Hele prøvetagningsopstillingen kan skitseres som følger:



1. Prøvetagningssonde
2. Filter (kan opvarmes)
3. Prøvetagningsforbindelse (kan opvarmes)
4. Vaskeflaske (i isbad)
5. Vaskeflaske, back-up (i isbad)
6. Tørretårn (og fælde til acetonitril-dampe)
7. Gasreguleringsventil eller kritisk dyse
8. Pumpe
9. Flowmeter
10. Gasmåler
11. Termometer

### 3.2 Analyse

Absorptionsvæskerne analyseres uden videre forbehandling (bortset fra evt. fortynding i acetonitril) ved højtryksvæskechromatografi med UV-detektion (HPLC/UV).

Formaldehyd identificeres ud fra retentionstiden. Såfremt laboratoriet råder over en diode-array detektor, kan der til verifikation i tvivlstilfælde supplerende optages et UV-spektrum (sammenlignes med standard).

Koncentrationen af formaldehyd bestemmes ud fra toppens areal, og ud fra en kalibreringskurve baseret på analyse af absorptionsvæsker med et kendt indhold af formaldehyd.

## 4. Udstyr

### 4.1 Prøvetagning

- *Sonderør* i rustfrit stål, glas, teflon eller lign. inert materiale, der ikke reagerer kemisk eller fysisk med prøvegasen i passende længde i forhold til kanalen/skorstenens diameter.
- In-stack eller out-stack *partikelfilter* af glasfiber/kvarts, sintret metal eller keramisk materiale, der ikke reagerer kemisk eller fysisk med prøvegasen.
- *Prøvetagningsforbindelser* imellem filter og vaskeflasker samt imellem vaskeflaske og pumpe af glas, Teflon, rustfrit stål eller lign. materiale, der ikke reagerer kemisk eller fysisk med prøvegasen. Afstanden imellem kanal og vaskeflaske skal være så kort som mulig.
- *Vaskeflasker* (normalt 25-ml) af glas med sintret glasfritte D2.
- *Isbad* til køling af vaskeflasker under prøvetagning.
- *Lufttørre* – f.eks. en tom vaskeflaske, der er fyldt med tørret silicagel (blågel). Fungerer samtidig som fælde for acetonitril-dampe
- Gastæt opvarmet *pumpe* af materiale, der ikke reagerer kemisk eller fysisk med prøvegasen. Pumpen skal være forsynet med reguleringsventil, og kunne levere 1,0 liter/min.
- Kalibreret *gasmåler*
- *Manometer* (optionelt)
- *Termometer*
- *Flowmeter* (1,0 liter/min.)
- *Barometer* til registrering af lufttryk

### 4.2 Analyse

- *Højtryksvæskerkromatograf* (HPLC) forsynet med UV detektor (365 nm), dataopsamling og evt. med kolonneovn (35°).
- Reverse Phase analytisk *kolonne* af C18-typen
- *Guard kolonne* af samme type (anbefalet)
- *Målekolber*, 50ml
- *Finnpipetter*, 0,1-1,0ml og 5-50ml
- *2,4-Dinitrophenylhydrazin* p.a. Opbevares i tætte brune glasbeholdere. Kan evt. omkrystalliseres i acetonitril før brug. Er typisk opfugtet med 30% vand på grund af eksplosionsrisiko af den tørre hydrazin.
- *Svovlsyre* p.a., 0,5 M
- *Acetonitril*, HPLC-kvalitet
- *Methanol*, HPLC-kvalitet
- *Tetrahydrofuran*, HPLC-kvalitet
- *Kalibreringsstandard* – enten som faste hydrazoner eller som stamopløsning. Mulige leverandører er f.eks. Supelco eller Promochem. Skal være sporbar.
- *Absorptionsopløsning*: 400 mg tør 2,4-dinitrophenylhydrazin og 4,0 ml 0,5M svovlsyre fyldes op til 1,0 liter med acetonitril. Skal opbevares i tæt emballage, da den hurtigt suger formaldehyd til sig fra omgivelserne. Absorptionsopløsningen kan opbevares på køl i flere måneder.

## 5. Planlægning

Se kap. 8 i Miljøstyrelsens vejledning nr. 2, 2001 "Luftvejledningen".

Proceduren foreskriver måling i ét punkt i kanalen/skorstenen. Er der risiko for lagdeling (f.eks. ved målesteder tæt på rørsammenføringer), skal målestedet flyttes til et sted med fuld opblanding. Kan dette ikke lade sig gøre, skal der under målingen traverseres over kanaltværsnittet, som ved en partikelmåling (se metodeblad MEL-02 [10]).

## 6. Fremgangsmåde

### 6.1 Samling af prøvetagningsudstyret og lækagekontrol

1. Prøvetagningssystemet samles, og ca. 15 ml<sup>III</sup> absorptionsvæske påfyldes vaskeflaskerne. Evt. opvarmning af prøvetagningssystemet tilsluttes.
2. Prøvetagningssystemets indgang blokeres, og pumpen startes. Såfremt prøvetagningssystemet er tæt, vil gasmålerens tæller efter kort tid stå stille. Vær forsigtig når blokeringen fjernes igen!

Som alternativ kan der indskydes et manometer imellem pumpe og vaskeflasker. Indgangen blokeres, og pumpen startes. Når der er opbygget et vacuum på 4-600 mbar, stoppes pumpen. Såfremt prøvetagningssystemet er tæt, vil det opbyggede vacuum ikke ændre sig (konstant visning på manometeret).

### 6.2 Måling

1. Gasmålerens visning aflæses og noteres.
2. Udstyret monteres på prøvetagningsstedet i et repræsentativt punkt i kanal/skorsten. Såfremt kravene til målestedets indretning i Luftvejledningen [2] er overholdt, skal der ikke traverseres.
3. Pumpen startes, og tidspunktet herfor noteres. Udsugningsflowet justeres til 1,0 liter/min. Med jævne mellemrum under prøvetagning aflæses gasmålerens temperatur og prøvetagningsflow. Om nødvendigt justeres flowet. Under målingen skal der oprettholdes et konstant flow ( $\pm 10\%$ ).
4. Efter endt prøvetagning stoppes pumpen, udstyret demonteres fra kanal/skorsten, og gasmålerens visning aflæses og noteres. Tidspunkt for afslutning af prøvetagningen noteres - prøvetagningstiden er normalt 60 minutter.

### 6.3 Overførsel og transport af prøver

1. Fra vaskeflaskerne overføres absorptionsvæskerne kvantitativt til 50-ml prøveflasker. Disse flasker skal være tætte, rene og fremstillet af brunfarvet glas for at undgå lys-

---

<sup>III</sup> Vaskeflasker beregnet til fx. 100 ml kan anvendes såfremt måleområde, væskemængde, beholderstørrelse etc. justeres tilsvarende.

påvirkning under transporten til laboratoriet. Evt. indlæg i skruelåget skal være af inert og resistent materiale. Prøveflaskerne mærkes entydigt. Vaskeflaskerne efterskylles grundigt med ubrugt absorptionsvæske. Skyllevæsken overføres ligeledes til prøveflasken.

2. Under eller i umiddelbar forlængelse af prøvetagningen udtages en feltblindprøve, idet der overføres ca. 25 ml ubrugt absorptionsvæske til en prøveflaske.
3. Prøveflaskerne opbevares ved max. 25°C og transporteres til laboratoriet indenfor max. 2 døgn efter prøvetagning.

#### 6.4 Prøveopbevaring

1. Prøverne skal analyseres inden 14 døgn efter prøvetagning. Såfremt prøverne ikke analyseres omgående, skal de opbevares ved max. 5°C.

#### 6.5 Kromatografisk analyse

1. Prøveforberedelsen skal foregå i en atmosfære, hvor der ikke findes formaldehyd eller andre carbonylforbindelser.
2. Absorptionsvæskerne overføres kvantitativt til 50-ml målekolber, der fyldes op til mærket med acetonitril, og blandes grundigt. Prøverne bør herefter være klare. En delprøve overføres til brune HPLC-vials.
3. Absorptionsvæsker fra h.h.v. prøveflaske og backupflaske samt blind- og feltblindprøver behandles separat og identisk.
4. Absorptionsvæskerne kan herefter analyseres ved reverse-phase HPLC/UV uden yderligere forbehandling. Egnede analytiske betingelser er f.eks.:

Kolonne	RP18 (f.eks. 3,9mm x 150mm – 5 µm partikelstørrelse)
Guardkolonne	RP18 (f.eks. 3,9mm x 40mm – 5 µm partikelstørrelse)
Kolonnetemperatur	35°C
Detektor	UV (evt. diode-array)
Bølgelængde	365 nm
Mobilfase 1	15% tetrahydrofuran i demineraliseret vand
Mobilfase 2	Acetonitril
Gradient	0-18 min.: 30/70 (volumen% af mobilfase 1 og 2) 18-35 min.: 60/40
Flow	1,0 ml/min.
Injektionsvolumen	10-20 µl

Den skitserede gradient giver en god separation, og dermed mulighed for identifikation af andre carbonylforbindelser. Ligeledes separeres formaldehydtoppen fra de interferenser, som nitrogendioxid og ozon kan give anledning til. Såfremt alene formaldehyd skal bestemmes i en interferensfri atmosfære, kan gradienten udelades.



## 6.6 Kalibrering

En kalibrering af den samlede metode ud fra en standardatmosfære er mulig, men kræver relativt avanceret udstyr. Der anvendes derfor en kalibrering baseret på en ekstern standard, fremstillet ud fra det rene derivat (formaldehyd-2,4-dinitrophenylhydrazon).

Hydrazonen kan forholdsvis let syntetiseres af laboratoriet selv, men det kan være tidskrævende at dokumentere renheden. Derfor indkøbes denne normalt fra en kemikalieleverandør – f.eks. SUPELCO eller PROMOCHEM – enten som ren hydrazon eller som en stamopløsning i acetonitril. Tilsvarende kan købes hydrazoner af en lang række andre carbonylforbindelser.

1. Der fremstilles en stamopløsning på ca. 100 µg formaldehyd/ml i acetonitril (målt som ikke derivatiseret form). Ved fortynding med acetonitril fremstilles en standardrække i området 0-10 µg formaldehyd/ml, svarende til ialt 0-500 µg formaldehyd pr. prøve. Der anvendes brune glas og HPLC-vials.
2. Standardrækken analyseres som prøver. Standardrækken bør bestå af minimum 4 koncentrationsniveauer og vil normalt være lineær i det anførte koncentrationsområde. Stamopløsningen er holdbar i minimum 3 måneder.

Er indholdet i en absorptionsvæske større end den højeste standard (10 µg/ml, fortyndes den i acetonitril og reanalyseres.

## 6.7 Beregning

1. Indholdet i absorptionsvæskerne bestemmes på baggrund af kalibreringskurven. Der korrigeres for blindværdier.
2. Indholdet i gasprøven bestemmes ud fra følgende formel:

$$C = \frac{m}{V * 1000}, \text{ hvor}$$

C = koncentration af formaldehyd i kanal/skorsten (i mg/m<sup>3</sup>(n,t))

m = sum af indhold af formaldehyd i prøve- og backup-absorptionsvæskerne (i µg)

V = volumen af den tørrede opsamlede luftmænde i normtilstand (i m<sup>3</sup>(n,t))

## 6.8 Rapportering

Den målte koncentration af formaldehyd rapporteres normalt i enheden mg/m<sup>3</sup>(n,t), hvilket betyder mg formaldehyd pr. m<sup>3</sup> tør gas ved 0°C og 101,3 kPa.

## 7. Kvalitetssikring

### 7.1 Prøvetagning

- Tæthed af prøvetagningssystemet skal kontrolleres umiddelbart før prøvetagning (se afsnit 3.1).
- Gasmåler og flowmeter kalibreres regelmæssigt.
- Absorptionsvæskerne kontrolleres for indhold af formaldehyd inden udlevering til prøvetager.
- Indholdet af formaldehyd i backup-flasken må ikke overstige 5% af den samlede mængde formaldehyd. I modsat fald kan resultatet være underestimeret.
- Der udtages altid feltblind umiddelbart efter prøvetagning for at kontrollere evt. kontaminering af absorptionsvæske under prøvetagning eller transport.

### 7.2 Analyse

- Laboratorieblindprøver medtages for at kontrollere evt. kontaminering under oplagring eller analysen.
- Der udføres dobbeltbestemmelse – dvs. alle prøver analyseres to gange. Afvigelsen imellem dobbeltbestemmelserne bør ikke overstige 10%. Middelværdien anvendes som resultat.
- Standardkurven skal være lineær i hele måleområdet.
- Der skal anvendes kontrolprøver og føres kontrolkort for analysen.
- Der bør regelmæssigt analyseres certificeret referencemateriale for at dokumentere sporbarhed. Denne kan skaffes f.eks. fra Promochem eller LGC.
- Ved analysen skal der altid identificeres uforbrugt DNPH i prøven. I modsat fald kan reagentet være forbrugt, og resultatet underestimeret.
- Laboratoriet bør regelmæssigt deltage i præstationsprøvninger.

## 8. Sikkerhed

Acetonitril er akut giftigt ved indånding og hudkontakt. For at undgå forurening af omgivelserne på prøvetagningsstedet skal opsamlingsvæskerne køles under prøvetagningen. Tørreren (silica) vil opfange de dampe, der frigøres fra vaskeflaskerne, således at de ikke undslipper til omgivelserne. Såfremt silicagelen skal genbruges, skal den tørres/reaktiveres i en ovn med afsugning.

Håndtering af absorptionsvæskerne skal foregå så hud- og øjenkontakt undgås. Evt. kan der benyttes laminerede beskyttelseshandsker af 4H typen og beskyttelsesbriller. Håndteres absorptionsvæskerne i et trangt lokale uden ventilation, kan der supplerende anvendes en kulfiltermaske.

## 9. Usikkerhed

Rapporten skal altid indeholde en prøvetagningsusikkerhed og en analyseusikkerhed eller en samlet usikkerhed for både prøvetagning og analyse.

Usikkerheden er normalt estimeret i et usikkerhedsbudget. Der henvises til DS/EN ISO 14956 [5] for beregninger af usikkerheden ved prøvetagning og analyse.

## **10. Rapportering**

Rapporten udformes som beskrevet i kapitel 8 i Luftvejledningen [2] samt i ISO 17025 [3]. Afvigelser fra metodeblad og metoder skal angives i rapporten.

Der skal endvidere redegøres for følgende i rapporten:

- konstateret rest af uforbrugt DNPH i adsorptionsvæsken og betydningen af dette (risiko for underestimering hvis ingen rest)
- om prøvetagningssystemet er opvarmet eller ej. Hvis uopvarmet prøvetagningssystem er valgt skal der redegøres for valget.
- antallet af feltblindprøver og deres indhold af formaldehyd
- anvendelse af optimeret chromatografi pga. interferens

## **11. Modifikationer**

Indeværende metode indeholder en række supplerende anbefalinger i forhold til standarden, men derudover kun ubetydende modifikationer.

## 12. Referencer

- [1] VDI 3862 Blatt 2: *Messen von gasförmigen Emissionen Messen aliphatischer und aromatischer Aldehyde und Ketone nach dem DNPH-Verfahren - Gaswaschflaschen-Methode*, 2000.
- [2] Miljøstyrelsens vejledning nr. 2, 2001 *Luftvejledningen, Begrænsning af luftforurening fra virksomheder*.
- [3] DS/EN ISO/IEC 17025: *Generelle krav til prøvetagnings- og kalibreringslaboratoriers kompetence*.
- [4] DS/ISO/CEN Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). 2000.
- [5] ISO/DIS 14956: *Air Quality - Evaluation of the suitability of a measurement method by comparison with a stated measurement uncertainty*, 1998
- [6] Karst U. et.al.: *Interference of Nitrogen dioxide in the Determination of Aldehydes and Ketones by sampling on 2,4 Dinitriphenylhydrazine solid sorbents*, Fresenius J. Anal.Chem 345, 1993, p. 48-52
- [7] ISO/DIS 16000-3: *Indoor Air – part 3: Determination of Formaldehyde and other Carbonyl Compounds – active sampling method*, august 1999
- [8] VDI 3862 Blatt 4: *Messung von aliphatischer Aldehyde nach dem AHMT-Verfahren*, december 1999
- [9] VDI 3862 Blatt 3: *Messen von gasförmigen Emissionen Messen aliphatischer und aromatischer Aldehyde und Ketone nach dem DNPH-Verfahren - Kartuschen-Methode*, 2000.
- [10] Miljøstyrelsens anbefalede metoder, metodeblad MEL-02: *Bestemmelse af koncentrationen af totalt partikulært materiale i strømmende gas* ([www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk)).

### 12.1 Supplerende litteratur

- [11] Parmar, Sucha S. et. al: *A study of the suitability of KI denuders for ozone removal during carbonyl merasurwments*, Meas.Toxic Relat.Air Pollut. 2, 1998, p.948-955.

- 
- [12] NIOSH P&CAM 125: *Formaldehyde in Air*, januar 1974
- [13] Arbetarskyddsstyrelsen: *Bestämning av formaldehyd i luft*, Metod nr. 1030, december 1982
- [14] ASTM method T05 - Rev. 1.0: *Determination of Aldehydes and Ketones in ambient air using high performance liquid chromatography (HPLC)*, April 1984
- [15] Geng, A. C., Chen, Z. L.: *Determination of low-molecular-weight aldehydes in stack gas and exhaust gas by liquid chromatography*, *Analytica Chimica Acta*, 1992
- [16] Goelen, E., M. Lambrechts og F. Geyskens: *Sampling Intercomparison for Aldehydes in Simulated Workplace Air*. *Analyst* 122, 1997, s. 411-419
- [17] Grosjean, D. og Fung K.: *Collection Efficiencies of Cartridges and Micro-Impingers for Sampling of Aldehydes in Air as 2,4-Dinitrophenylhydrazones*, *Anal. Chem.* 54, 1982, s. 1221-1224
- [18] Grosjean, D. og Fung K., and Atkinson, R.: *Measurements of Aldehydes in the Air Environment*, *Proc. Air Poll. Cont. Assoc.*, 1980, paper 80-50.4
- [19] Health and Safety Executive MDHS 78, *Formaldehyde in air*, May 1994
- [20] Kallinger, G., Niessner, R.: *Development and laboratory investigation of a denuder sampling system for the determination of carbonyl compounds in stack gas*, Springer-Verlag, 1997
- [21] Kennedy, E. R., Teass, A. W., and Gagnon, Y. T.: *Industrial Hygiene Sampling and Analytic Methods for Formaldehyde*, American Chemical Society, 1985
- [22] Kristensen, P. G.: *Aldehydemissioner fra Gasmotorer*, Dansk Gasteknisk Center A/S, juni 1998
- [23] Lipari, J. F., og S. J. Swarin: *Determination of Formaldehyde and other Aldehydes in Automobile Exhaust with an Improved 2,4-Dinitrophenylhydrazin Method*. *J. Chrom.* 247, 1982, s. 297-306
- [24] Method 430, *Determination of Formaldehyde and Acetaldehyde in Emissions from Stationary Sources*, State of California Air Resources Board, 1991