

**Bestemmelse af koncentrationer af ilt (O<sub>2</sub>) i strømmende gas  
(paramagnetisk metode)**

Parameter	Ilt, O <sub>2</sub>
Anvendelsesområde	Måling af O <sub>2</sub> i luftemissioner fra virksomheder
Metode	Kontinuert bestemmelse af O <sub>2</sub> med paramagnetisk monitor
Referencer	EN 14789: 2017 /1/
Udgaver	4. udgave: 2020 3. udgave: 2007 2. udgave: 2003 1. udgave: 1999

## Indholdsfortegnelse

1	Indledning.....	3
2	Metodebladenes status, indhold og form .....	3
2.1	Samspil mellem standarder, metodeliste og akkreditering .....	3
2.1.1	Standarder .....	3
2.1.2	Metodeliste.....	3
2.1.3	Metodeblade.....	3
2.1.4	Akkreditering .....	3
2.2	Generelt .....	4
3	Anvendelsesområde .....	5
3.1	Måleområde.....	5
3.2	Begrænsninger .....	5
4	Princip .....	6
4.1	Prøvetagning .....	6
4.2	Måleprincip.....	6
5	Planlægning .....	6
6	Udstyr.....	7
6.1	Prøvetagning .....	7
6.2	Analyse .....	8
7	Fremgangsmåde ved måling i felten .....	9
7.1	Opvarmning.....	9
7.2	Justering og kontrol af samplesystem før måling .....	9
7.3	Måling .....	10
7.4	Kontrol af analysatordrift <sup>Modifikation 3</sup> .....	10
8	Kvalitetssikring i felten og ved årlig kontrol.....	10
9	Beregninger .....	11
9.1	Beregning af nul- og spanpunktsdrift .....	11
9.2	Korrektion for nul- og spanpunktsdrift .....	11
10	Usikkerhed .....	12
11	Rapportering .....	12
12	Modifikationer.....	13
13	Referencer .....	13

## 1 Indledning

Historik for metodebladet:

Udgave	Årstal (evt. måned)	Væsentlige ændringer siden sidste version
1. udgave	1999	Nyt metodeblad
2. udgave	2003	
3. udgave	2007	
4 udgave	2020	Revideret i henhold til revideret EN 14789: 2017

Metodebladet referer til EN 14789: 2017 /1/.

## 2 Metodebladenes status, indhold og form

Metodebladet er målrettet 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 analyseresultater samt at oplyse om særlige forhold, hvor modifikationer eller andre forholdsregler kan være påkrævet.

### 2.1 Samspil mellem standarder, metodeliste og akkreditering

I Referencelaboratoriets notat fra 2018 " Samspil mellem metodeliste, metodeblade, standarder og akkreditering", der kan findes på [www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk) redegøres der i detaljer for systemets opbygning. Det følgende er en sammenfatning af notatet (afsnit 2.1.1 til 2.1.4):

#### 2.1.1 Standarder

Der foreligger CEN-standarder for næsten alle almindeligt forekommende måleparametre; for måleparametre som ikke har en CEN-standard findes der i de fleste tilfælde ISO-standarder eller nationale standarder.

#### 2.1.2 Metodeliste

Miljøstyrelsens metodehåndbog anfører hvilke standarder, der skal måles efter ved emissionsmålinger i Danmark. Metodelisten vedligeholdes og opdateres af Referencelaboratoriet og kan findes på [www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk).

#### 2.1.3 Metodeblade

Metodebladene indeholder en beskrivelse på dansk af, hvordan målingerne skal udføres. Metodebladene beskriver udvalgte emner fra standarden og er ikke en fuldstændig afskrift af standarden. Der kan endvidere være tilføjet noget i metodebladet, som standarden ikke dækker, men som er vurderet relevant for emissionsmålinger i Danmark.

Metodebladene revideres, når der udkommer en ny standard eller, når eksisterende standarder revideres. Endvidere kan der som følge af tilbagemeldinger fra emissionslaboratorier eller på baggrund af resultater fra præstationsprøvninger gennemføres en revision af et metodeblad. Det er Referencelaboratoriets følgegruppe, der prioriterer revision af metodebladene. Det kan således godt forekomme, at metodeblade ikke revideres umiddelbart efter, at standarden er revideret.

#### 2.1.4 Akkreditering

Luftvejledningen /2/ anfører, at egenkontrol ved eksterne laboratorier bør udføres som akkrediterede målinger. DANAK akkrediterer på luftemissionsområdet i henhold til standarder og metodeblade, idet standarden

skal følges, og de modifikationer og tilføjelser, der fremgår af metodebladet, bør følges af danske laboratorier.

I flere bekendtgørelser, bl.a. standardvilkårsbekendtgørelsen, refereres til at målinger skal ske i henhold til metodeblade (ikke standarder) og med mulighed for at anvende *internationale standarder med mindst samme analysepræcision og usikkerhedsniveau*. Med denne sætning er det således tilladt at benytte den standard som metodebladet refererer til uden at følge de modifikationer/tolkninger, der er anført i metodebladet. Man kan også anvende andre internationale standarder med samme analysepræcision og usikkerhedsniveau.

Praksis i Danmark, når danske, akkrediterede laboratorier udfører emissionsmålinger, er at følge standarden med de modifikationer, der er nævnt i metodebladet.

Ved nye udgaver af standarder, hvor metodebladet ikke er revideret:

ISO 17025 /3/ anfører, at et akkrediteret laboratorium skal sikre, at den gældende udgave af en standard anvendes. Det betyder i praksis, at et laboratorium hurtigst muligt skal referere til den nyeste udgave af en standard uanset, om det tilknyttede metodeblad er revideret.

Det er op til det enkelte laboratorium at tage stilling til hvordan en evt. konflikt mellem den reviderede standard og det ikke reviderede metodeblad håndteres, men som udgangspunkt bør standarden have forrang for metodebladet.

Ved nye udgaver af metodebladet, hvor standarden endnu ikke er udgivet:

Reviderede standarder:

- Der refereres til den gamle standard med det ny metodeblads modifikationer, indtil standarden udkommer. Herefter refereres der til den nye standard med det nye metodeblads modifikationer.
- Hvis der foreligger en prEN eller en ISO/DIS kan der søges akkreditering til den, hvis nødvendigt.

Ny standard og nyt metodeblad (dvs. i modsætning til en revideret standard):

- Hvis laboratoriet er akkrediteret til parameteren med en alternativ reference, så fortsættes der med denne reference, indtil den nye standard udkommer. Hvis laboratoriet ikke er akkrediteret til parameteren, kan laboratoriet søge akkreditering til metodebladet og den teknisk færdige standard.

## 2.2 Generelt

Referencelaboratoriet udvælger i samarbejde med Miljøstyrelsen metodeblade til granskning hvert år. Brugere af metodebladene er velkomne til at kontakte Referencelaboratoriet, hvis de bliver opmærksomme på behov for ændringer.

Alle modifikationer i forhold til standarden inklusive deres mulige indvirkning på måleresultatet vil fremgå af kapitlet "Modifikationer" sidst i metodebladet. Samme sted vil der være reference til det sted i standarden, som er modificeret. Modifikationer nævnes også relevante steder i teksten i en boks:

**Modifikation:**

I metodebladet benyttes generelt en boks som denne. Boksene er nummererede, så der kan henvises til dem.

Fortolkninger af standardens tekst, supplementer til standarden eller vejledninger i brug af standarden bliver ikke nævnt under "Modifikationer", men vil i nødvendigt omfang blive anført i bokse:

**Information / Supplement / Eksempel:**

I metodebladet benyttes generelt en boks som denne. Boksene er nummererede, så der kan henvises til dem.

Der henvises endvidere til metodebladet MEL-22 Kvalitet i emissionsmålinger /7/.

### 3 Anvendelsesområde

Dette metodeblad beskriver måling af emissioner af O<sub>2</sub> 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.

Målemetoden er ekstraktiv paramagnetisk detektion.

I EN 14789 /1/ anføres det, at hele målesystemet skal testes efter EN 15267-4 /9/ af et akkrediteret eller af myndighederne godkendt laboratorium til implementering af test procedurer i EN 15267-4. Dette gælder dog kun for analysatorer som indkøbes efter standardens udgivelsesdato<sup>Modifikation 1</sup>.

**Modifikation 1**

Kravet om en test af analysatoren efter EN 15267-4 /9/ gælder ikke for analysatorer indkøbt før standardens udkommelsesdato.

Målemetoden, der er beskrevet i dette metodeblad, er defineret som en standard reference metode (SRM), hvilket betyder, at metoden skal benyttes ved O<sub>2</sub>-målinger i forbindelse med præstationskontrol og parallelmålinger ved QAL2/AST mm.

Alternative metoder til måling af O<sub>2</sub> skal have demonstreret ækvivalens til SRM jf. EN 14793 /4/

#### 3.1 Måleområde

Måleområdet skal afstemmes med formålet af målingen.

Det aktuelle øvre måleområde bør være stort nok til at dække højest forekommende koncentration.

Det aktuelle nedre måleområde afgrænses af detektionsgrænsen. I praksis er detektionsgrænsen for O<sub>2</sub> ikke en relevant størrelse ved normalt forekommende O<sub>2</sub>-målinger ved præstationskontrol- og QAL2/AST parallelmålinger.

Metoden er valideret til 30 minutters måleperioder i området fra 3 vol% - 21 vol%.

#### 3.2 Begrænsninger

Ingen.

## 4 Princip

### 4.1 Prøvetagning

Konfiguration 1 og 2:

En delgasstrøm udsuges gennem forfilter, sonderør og evt. slange, alt opvarmet til over gassens vand- eller syredugpunkt frem til en gaskonditioneringsenhed (køling eller permeationstørring).

Efter at gassen er blevet konditioneret ledes den gennem uopvarmede rør eller slanger til analysatoren, som normalt er beskyttet med en silicagelfilter.

### 4.2 Måleprincip

Analysen foretages on-site med en analysator der anvender det paramagnetiske princip, og den målte koncentration af O<sub>2</sub> registreres kontinuert ved hjælp af fx en datalogger.

Det paramagnetiske princip bygger på at O<sub>2</sub> molekyler reagerer stærkt på et magnetisk felt (paramagnetisme). Der findes en række forskellige applikationer af det paramagnetiske princip.

## 5 Planlægning

Prøvetagningen skal planlægges i henhold til DS/EN 15259 /8/ og MEL-22 /7/, med henblik på at sikre at målingen bliver repræsentativ. Standarden anfører, at der skal udføres traverseringsmålinger med mindre der er dokumenteret homogenitet ved en homogenitetstest for O<sub>2</sub> eller anden relevant komponent. MEL-22 /7/ beskriver hvornår og på hvilke anlæg og for hvilke parametre, der skal udføres homogenitetstest.

Der skal ikke traverseres i følgende situationer:

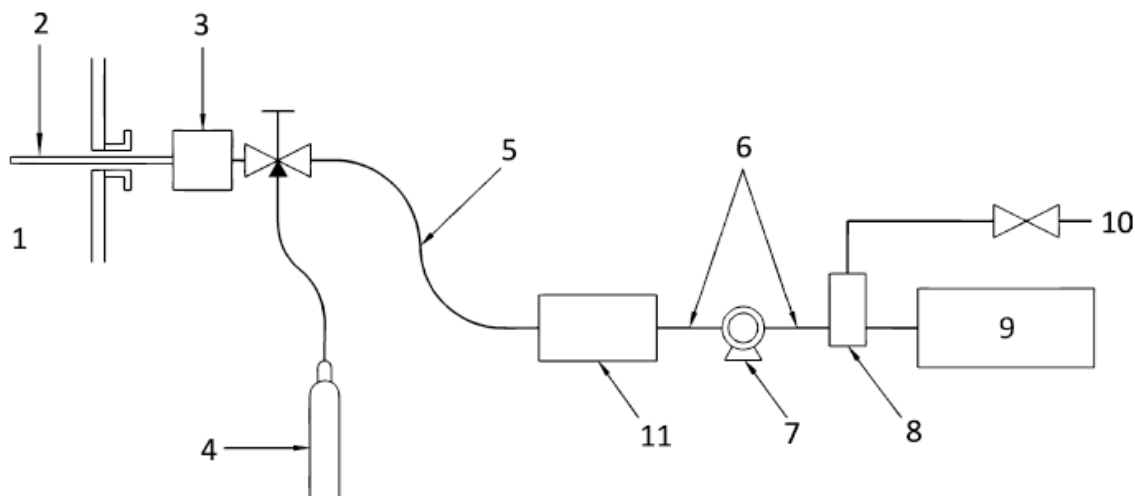
- Målestedet er dokumenteret homogent.
- Der skal ikke udføres homogenitetstest i henhold til MEL-22 /7/.

Der skal traverseres i følgende situationer:

- Hvis målestedet er dokumenteret inhomogent.
- Hvis der burde være udført en homogenitetstest på et målested og den ikke er udført.
- Hvis der i øvrigt er en mistanke om inhomogenitet.

Hvis intet andet er angivet eller forlangt, tilstræbes det, at der ved præstationskontrol udtages i alt tre prøver, hvor hver prøve har en varighed på ca. 1 time, som angivet i Luftvejledningen /2/. Ved QAL2 og AST følges reglerne i EN 14181. Der kan i øvrigt være forhold i processen, som berettiger til kortere eller længere prøvetagningstider.

## 6 Udstyr



1 Skorsten

2 Sonde

3 Opvarmet filter

4 Kalibreringsgas<sup>1</sup>

5 Opvarmet prøvetagningssslange

6 Prøvegasslange (PTFE)

7 Pumpe

8 Manifold

9 Analysator

10 Bypassventil

11 Konditioneringsystem for:

Konfiguration 1 (køler)

Konfiguration 2 (permeationstørrer)

**Figur 1** Skitse af mulig prøvetagningsopstilling. Bemærk at andre opstillinger fx med en pumpe indbygget i monitoren og trykløst overskudsflow kan give en bedre styring af flowet gennem monitoren. (fra EN 14789 /1/)

### 6.1 Prøvetagning

Følgende udstyr anvendes (sonderør, filter og slanger frem til analysatoren skal opvarmes til over gassens vand- eller syredugpunkt)<sup>2</sup>:

1. Sonderør i passende korrosionsbestandigt materiale<sup>3</sup> i passende længde i forhold til kanalen/skorstenen.
2. Partikelfilter af inert materiale (f.eks. keramisk materiale, sintermetal eller lignende)
3. Prøveslanger<sup>4</sup> i passende korrosionsbestandigt materiale<sup>3</sup>. Gaskonditioneringsenhed. Der kan vælges mellem følgende to konfigurationer:
  - 3.1. Kondensation af vanddamp.
  - 3.2. Permeationstørring (må ikke anvendes hvis NH<sub>3</sub> koncentrationen er udenfor den af leverandørens anførte range).
4. Sekundært filter med porestørrelse på 1-2 µm (er ofte indbygget i analysatoren).

<sup>1</sup> På skitsen i Figur 1 tilføres kalibreringsgassen efter filteret. Det anbefales dog at tilføre gassen via prøvetagningssonde og filter hvis muligt

<sup>2</sup> Da O<sub>2</sub> ikke er vandopløseligt i betydende grad kan der anvendes en uopvarmet slange frem til konditioneringsenheden. I praksis vil et in-stack filter i det fleste situationer være tilstrækkeligt opvarmet.

<sup>3</sup> fx. rustfrit stål, borosilicatglas eller keramisk materiale; PTFE eller PFA kan kun bruges ved temperaturer < 200°C.

<sup>4</sup> Sonde og prøveslangers længde skal tilpasses kravet om responstid i Tabel 1.

## MEL-05: 2020

### Bestemmelse af koncentrationer af ilt (O<sub>2</sub>) i strømmende gas (paramagnetisk metode)

5. Korrosionsbestandig gastæt pumpe med en tilstrækkelig kapacitet til at transportere prøvegasen gennem målesystemet med leverandørens angivne flow-specifikationer (er ofte indbygget i analysatoren).
6. Prøvegass flowkontrol (f.eks. flowmeter) med tilhørende ventil, til justering af flowet gennem analysatoren (er ofte indbygget i analysatoren).

Hele samplesystemet inklusive pumpe skal overholde de relevante kriterier nævnt i Tabel 1.

## 6.2 Analyse

O<sub>2</sub>-analysatoren skal være baseret på det paramagnetiske princip for kontinuert bestemmelse af O<sub>2</sub>-koncentrationen i prøvegasen. Analysatoren skal opfylde følgende specifikationer:

**Tabel 1 Performance karakteristik af SRM og tilhørende performance kriterier (tabellen i standarden indeholder informationer vedr. bidrag til usikkerhedsberegninger, som ikke er medtaget her)**

Specifikation	Performance kriterium
Respons tid	≤ 200 s
Repetérbarhed ved nulpunkt	≤ 0,2% <sup>a</sup>
Repetérbarhed ved spanpunkt	≤ 0,2% <sup>a</sup>
Reproducerbarhed	≤ 0,2% <sup>a</sup>
Linearitet	≤ 0,30% <sup>a</sup>
Korttidsbaseret nulpunkts drift	≤ 0,2% <sup>a,b</sup>
Korttidsbaseret span drift	≤ 0,2% <sup>a,b</sup>
Følsomhed for ændringer i omgivende temperatur fra 5°C-25°C og fra 40°C-20°C ved nulpunkt	≤ 0,5% <sup>a,b</sup>
Følsomhed for ændringer i omgivende temperatur fra 5°C-25°C og fra 40°C-20°C ved spanpunkt	≤ 0,5% <sup>a,b</sup>
Følsomhed for tryk i prøvetagningsgassen ved spanpunkt, for en trykændring Δ <i>p</i> 3 kPa	≤ 0,2% <sup>a</sup>
Følsomhed for prøvetagningsflow i forhold til en given specifikation fra leverandøren	≤ 0,2% <sup>a</sup>
Følsomhed for vibrationer	≤ 0,2% <sup>a</sup>
Følsomhed for spænding, ved -15% under og ved +10% over nominal spænding i forsyningsnettet	≤ 0,2% <sup>a</sup>
Interferenser	≤ 0,4% <sup>a,c</sup>
Læk i prøvetagnings- og konditionerings-systemet	≤ 2,0% af den målte værdi
<sup>a</sup> Volumen % (vol%) af O <sub>2</sub> . <sup>b</sup> Overvej enten en kombination af drift- og temperatur effekter i laboratoriet eller drift i felten (største værdi vælges). Drift i felten kombinerer hovedsagelig apparatdrift og temperaturdrift. <sup>c</sup> Bestem usikkerhedsbidraget for hver positiv interferent og summér dem. Bestem usikkerhedsbidraget for hver negativ interferent og summér dem. Den største sum anvendes som usikkerhedsbidrag fra alle interferenter og skal sammenlignes med kriteriet.	

De nævnte specifikationer i Tabel 1 er ikke noget der skal testes med regelmæssige mellemrum, men er de specifikationer, som leverandøren skal kunne garantere at analysatoren lever op til. For analysatorer indkøbt før EN 15267-4 /9/ udkom skal test i henhold til Tabel 1 ikke udføres<sup>Modifikation 1</sup>. Ved både nye og gamle analysatorer skal de i Tabel 2 anførte kontroller gennemføres.

**Datalogger.** Tidsopløsningen i dataopsamlingen skal tilpasses opgaven og målesystemets responstid. Generelt bør der lagres mindst en (middel)værdi pr. 60 sekunder.



Kalibreringsgasser. Der skal anvendes 2 kalibreringsgasser:

- en nulgaz uden signifikant indhold af O<sub>2</sub> (f.eks. nitrogen (O<sub>2</sub><0,05%))
- en spangas (anvend en af følgende to muligheder):
  - gas med et certificeret indhold af O<sub>2</sub>. Den ekspanderede usikkerheden på spangassen skal være ≤ ±2% for O<sub>2</sub>.
  - tør og ren omgivende luft (20,9 vol%, relativ ekspanderet usikkerhed ±0,5%).

## 7 Fremgangsmåde ved måling i felten

### 7.1 Opvarmning

Hele målesystemet (inklusive konditioneringsenhed) samles som beskrevet i producentens instruktioner.

Konditioneringsenhed, sonde, filter og analysator stabiliseres på de ønskede temperaturer. Samtidigt afventes, at der opnås konstant tryk i analysatorens målecelle.

### 7.2 Justering og kontrol af samplesystem før måling

Efter endt opvarmning justeres flow gennem konditioneringsenheden og analysatoren til det flow, der skal anvendes under målingen.

Tilledning af kalibreringsgas direkte til analysatoren.

Nul- og spangas tilføres analysatoren direkte, uden om prøvetagningssystemet. Det sikres, at der er sammenhæng med gassernes aktuelle koncentration og den værdi, der opsamles ved hjælp af dataregistreringen. Eventuelt justeres<sup>Modifikation 2</sup>.

Hvis justering foretages, gøres dette ved først at justere nulpunktet, herefter spanpunktet. Til sidst kontrolleres det, at nulpunktsændringen er ubetydelig (fx mindre end 0,1 vol%). Hvis dette ikke er tilfældet, gentages proceduren.

#### **Modifikation 2:**

I standarden /1/ kræves det at analysatoren skal justeres til nul- og spanpunkt, men hvis der korrigeres for nul og spanpunktsvisning i databehandlingen vurderes det ikke nødvendigt, at justere på selve analysatoren. Visninger på nul og spangas, skal noteres når der ikke justeres.

Lækttest og kontrol af prøvetagningssystemet.

En af de to følgende test gennemføres:

1. Der tilføres nul- og spangas gennem prøvetagningssystemet. Gasserne tilføres en af gangen og tættest muligt på dyseåbningen (før filter hvis muligt). Afvigelsen mellem analysatorens visning ved direkte tilledning af nulgaz henholdsvis spangas og visning ved tilledning af nulgaz henholdsvis spangas gennem samplesystemet, må ikke overstige 0,2 vol%.
  - a. læk test med spangas udføres kun hvis spangassen ikke er omgivende luft.
2. Prøvetagningssystemet kontrolleres for utætheder ved en lækttest, fx. ved at blokere sonde-enden og tænde pumpen. Når minimum tryk er opnået kontrolleres flowet med et passende flowmeter. Lækflowet må ikke overstige 2% af det forventede flow under måling<sup>5</sup>.

<sup>5</sup> I praksis vil man blot konstatere at flowmeteret går i nul.

**Information 1**

Standarden foreskriver at læktesten skal foretages med med både nul- og spangas, men da omgivelsernes luft kan benyttes som spangas giver spangastesten ikke mening ved anvendelse af luft som spangas (samme koncentration i spangas henholdsvis omgivende luft). Spangastesten skal i dette metodeblad derfor kun udføres når der anvendes en spangaskoncentration, der er væsentlig forskellig fra koncentrationen i luft.

Kriteriet for læk er i standarden sat til 2% af spangassens værdi. 2% af 20,9 vol% giver ca. 0,4 vol%, men denne værdi vurderes relativt høj for en måling hvor den maksimale ekspanderede usikkerhed må være 0,3 vol% er der i dette metodeblad sat en værdi på 0,2 vol%. Værdien 0,2 vol% er hentet fra Tabel 1, hvor 0,2 vol% er et hyppigt anvendt kriterium. 0,2 vol% modsvarer også det oprindelige krav i standarden om 2% af en spangasværdi på 10 vol%.

### 7.3 Måling

Sonden placeres i et repræsentativt punkt i kanalen/skorsten, eller der udføres traverseringsmåling. Notér hvor i kanalen målingen udføres.

Under målingen skal der opretholdes et konstant flow, og responstiden bør være så kort som mulig og maksimalt 200 s. Derfor bør afstanden mellem målested og analysator være så kort som mulig – brug eventuelt en by-pass pumpe ved store afstande.

### 7.4 Kontrol af analysatordrift<sup>Modifikation 3</sup>

Umiddelbart efter hver måling og mindst en gang om dagen - inden nogen form for justering af analysatoren - tilføres nulgas og spangas direkte, uden om prøvetagningssystemet til analysatoren. De registrerede værdier noteres.

Hvis enten nulpunktsdrift- eller spanpunktsdrift er større end 2% af spanværdien skal der korrigeres for både nul- og spandrift.

Hvis enten nulpunktsdrift- eller spanpunktsdrift er større end 5% af spanværdien skal målingen kasseres. Se afsnit 9.1 for beregning af nul- og spanpunktsdrift.

**Information 2**

Standarden /1/ kræver en læktest ved start, men ikke ved afslutning af målingen. Samtidig anføres det at kontrol for drift udføres ved direkte tilledning af gasser til analysatoren. Hermed er der risiko for at en læk der er opstået under målingen ikke opdages.

Det kan derfor anbefales (men er ikke et krav) at udføre en læktest efter endt prøvetagning eller at prøvetagningssystemet kontrolleres i forbindelse med kontrol af analysatordrift:

**Modifikation 3**

Når læktest er udført ved blokering af sonde-enden (ikke ved gas-tilførsel) tillades det, at kontrol af analysatordrift kan udføres ved følgende fremgangsmåde:

- Før måling: Gasser tilføres direkte til analysatoren.
- Efter måling: Gasser tilføres gennem hele målesystemet.

En læk, der er opstået under målingen, vil dermed indgå i driftskontrollen.

## 8 Kvalitetssikring i felten og ved årlig kontrol

En væsentlig del af kvalitetssikringen foregår i felten. Ud over kontrol og justering på målestedet vedligeholdes analysatoren løbende i henhold til leverandørens anvisninger. Herudover udføres der periodevise kontroller af analysator som anført i Tabel 2.

**Tabel 2** Oversigt over hyppighed af periodevise kontroller.

Kontrol	Hyppighed	Beskrivelse/kriterium
Rens eller skift af partikelfilter <sup>a</sup> ved prøvetagningsindløb og ved indløb til analysator	Hver målekampagne, hvis nødvendigt <sup>a</sup>	-
Læktest	Hver målekampagne	Som specificeret i 7.2
Nul og span justering	Hver målekampagne	Som specificeret i 7.2
Drift	Hver målekampagne	Som specificeret i 7.4 og 9
Regelmæssigt vedligehold af analysatordele	Som foreskrevet af leverandør	Efter leverandørens anvisninger
Linearitet	Mindst en gang pr. år og efter hver reparation	Se Tabel 1. Analysatorens linearitet kontrolleres i mindst 5 punkter fordelt over hele måleområdet.

<sup>a</sup> Partikelfilteret skal skiftes periodevis afhængig af støvbelastningen. Ved filterskift skal også filterhuset renses. Overbelastning af filteret kan medføre øget tryktab i prøvetagningssystemet.

## 9 Beregninger

### 9.1 Beregning af nul- og spanpunktsdrift

Nulpunktsdrift beregnes som differensen mellem nul-aflæsninger før og efter måleperioden i procent af spangassens værdi.

Spanpunktsdrift beregnes som differensen mellem span-aflæsninger før og efter måleperioden i procent af spangassens værdi.

### 9.2 Korrektion for nul- og spanpunktsdrift

Afsnit 9.4.3 i standarden /1/ indeholder beskrivelse og formler for korrektion for nul- og spanpunktsdrift. Bilag D i standarden /1/ indeholder et eksempel på korrektion for nul- og spanpunktsdrift.

Det forudsættes i det følgende, at signaldriften er lineært aftagende (eller stigende) under hele måleperioden og, at der anvendes nul- og spangasser som foreskrevet. Det antages også at tiden  $t_0$  kan eksistere samtidig for nul og span (i praksis kan middeltiden for nul og span benyttes. Tidspunkter for nul og span bør ligge tæt på hinanden ved denne løsning). Den angivne formel kan kun benyttes hvis der anvendes en nul-gas med værdien nul.

Korrektion af den målte værdi for signaldrift under målingen foretages da efter nedenstående formel:

$$C_{\text{korrigeret},t} = \frac{C_{\text{målt},t} - (B_{t,0} + \text{Drift}(B) * t)}{(A_{t,0} + \text{Drift}(A) * t)}$$

hvor

$C_{\text{korrigeret},t}$	er den korrigerede måleværdi til tiden t
$C_{\text{målt},t}$	er den målte værdi til tiden t
$B_{t,0}$	er måleværdien for nulgaz til $t_0$ (efter evt. justering af måleren)
$\text{Drift}(B)$	er $(\text{måleværdien for nulgaz ved } t_{\text{slut}} - \text{måleværdien for nulgaz ved } t_0) / (t_{\text{slut}} - t_0)$
$A_{t,0}$	er $(\text{måleværdien for spangaz til } t_0 \text{ (efter evt. justering af måleren)} - B_{t,0}) / (\text{koncentration af spangaz} - \text{koncentration af nulgaz})$
$\text{Drift}(A)$	er $\{[(\text{måleværdien for spangaz ved } t_{\text{slut}} - \text{måleværdien for nulgaz ved } t_{\text{slut}}) / (\text{koncentration af spangaz} - \text{koncentration af nulgaz})] - A_{t,0}\} / (t_{\text{slut}} - t_0)$
$t_0$	er tidspunkt for kontrol med nulgaz og spangaz før målingen
$t_{\text{slut}}$	er tidspunkt for kontrol med nulgaz og spangaz efter målingen
t	er det tidspunkt for hvilket, man ønsker sin måleværdi korrigeret

## 10 Usikkerhed

Rapporten skal altid indeholde en vurdering af usikkerheden på den aktuelle måling. Der tages udgangspunkt i metodens generelt bedst opnåelige usikkerhed, der kan estimeres enten ved hjælp af usikkerhedsbudgetter eller ved parvise målinger. Der henvises til DS/EN ISO 14956 /5/ eller GUM /6/ for beregning af målingens usikkerhed. Annex B i standarden indeholder et eksempel på usikkerhedsberegninger.

Den relative ekspanderede usikkerhed må i henhold til standarden /1/ ikke overskride 6% eller 0,3 vol%.

Alle usikkerhedsangivelser i dette metodeblad er som ekspanderet usikkerhed<sup>6</sup>.

Der henvises endvidere til Referencelaboratoriets rapport om "Opstilling af usikkerhedsbudgetter for direkte visende instrumenter. Praktisk indgangsvinkel" ([www.ref-lab-dk](http://www.ref-lab-dk)).

## 11 Rapportering

Rapporten udformes som beskrevet i ISO 17025 /3/, EN 15259 /8/ og i afsnit om rapportering i MEL-22 /7/.

I rapporten skal der refereres til den tekniske standard /1/ samt dette metodeblad. Enhver afvigelse herfra, eller valgfri operationer, skal angives i rapporten.

Hvis det ikke er muligt at få adgang til et egnet målested eller, hvis målingerne er udført ved ikke-stabile driftssituationer, som kan lede til en øgning af usikkerheden på måleresultater, skal dette anføres i rapporten.

<sup>6</sup>  $k=2$  eller 95% konfidensinterval.

Herudover kræves der følgende i rapporteringen<sup>Modifikation 4</sup>:

1. Placering af målepunkt(er) i kanalen
2. Information om målesystemet inklusive valg af konfiguration
3. Anvendt måleinterval (range)
4. Anvendte kalibreringsgasser (værdi og usikkerhed)
5. Analysatorens drift under målingen
6. Information om afkastgassens karakteristika (temperatur, hastighed, fugt og tryk).

#### **Modifikation 4**

Bullet 1, 3, 4 og 5 skal dokumenteres, men kan udelades af rapporten. Skal udleveres til kunden på forlangende. Det anbefales dog generelt at medtage bullet 5 i rapporten.

Bullet 6 skal kun bestemmes og medtages i rapporten hvis afkastgassens karakteristika vurderes relevant.

## **12 Modifikationer**

Dette metodeblad er udarbejdet med udgangspunkt i EN 14789: 2017. Der er foretaget modifikationer på følgende punkter:

nr.	Modifikation	Afsnit i dette metodeblad
1	Kravet om en test af analysatoren efter EN 15267-4 /9/ gælder ikke for analysatorer indkøbt før standardens udkommelsesdato.	3
2	I standarden /1/ kræves det at analysatoren skal justeres til nul- og spanpunkt, men hvis der korrigeres for nul og spanpunktsvisning i databehandlingen vurderes det ikke nødvendigt at justere analysatoren. Visninger på nul og spangas skal noteres når der ikke justeres.	7.2
3	Når læktest er udført ved blokering af sonde-enden (ikke ved gas-tilførsel) tillades det, at kontrol af drift kan udføres ved følgende fremgangsmåde: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Før måling: Gasser tilføres direkte til analysatoren.</li> <li>• Efter måling: Gasser tilføres gennem hele målesystemet.</li> </ul> En læk, der er opstået under målingen vil dermed indgå i driftskontrollen	7.4
4	Bullet 1, 3, 4 og 5 skal dokumenteres, men kan udelades af rapporten. Skal udleveres til kunden på forlangende. Det anbefales dog generelt at medtage bullet 5 i rapporten. Bullet 6 skal kun bestemmes og medtages i rapporten hvis afkastgassens karakteristika vurderes relevant.	11

## **13 Referencer**

/1/ EN 14789:2017. Stationary Source Emissions — Determination of volume concentration of oxygen – Standard reference method: Paramagnetism.

/2/ Miljøstyrelsens vejledning nr. 2, 2001 Luftvejledningen, Begrænsning af luftforurening fra virksomheder.

/3/ DS/EN ISO/IEC 17025: 2017 Generelle krav til prøvetagnings- og kalibreringslaboratoriernes kompetence.

/4/ EN 14793: 2017 Stationary Source Emissions — Demonstration of equivalence of an alternative method with a reference method.

- /5/ DS/EN ISO 14956: 2002 Air Quality - Evaluation of the suitability of a measurement method by comparison with a stated measurement uncertainty.
- /6/ DS/ISO/CEN Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). 2000.
- /7/ MEL-22 Kvalitet i emissionsmålinger ([www.ref-lab.dk](http://www.ref-lab.dk)).
- /8/ DS/EN 15259: 2007. Air quality – Measurement of stationary source emissions – Requirements for measurement sections and sites for and for the measurement objective, plan and report.
- /9/ EN 15267-4: 2017 Air quality - Certification of automated measuring systems - Part 4: Performance criteria and test procedures for automated measuring systems for periodic measurements of emissions from stationary sources
- /10/ EN 14792: 2017. Stationary source emissions - Determination of mass concentration of nitrogen oxides (NO<sub>x</sub>) – Reference method: Chemiluminescence.