

**Bestemmelse af koncentrationen af partikulært materiale (støv) i strømmende gas**

| | |
|-------------------|--|
| Parameter | Totalt partikulært stof (støv) og PM ₁₀ |
| Anvendelsesområde | Måling af totalt partikulært stof i luftemissioner fra virksomheder, koncentrationer < 50 mg/m ³ (n,t). Mulighed for måling af PM ₁₀ /PM _{2,5} . |
| Metode | Manuel isokinetisk opsamling på planfilter (samt cyclon / impaktor) |
| Referencer | EN 13284-1 /1/ (total partikulært stof) EN 23210 /8/ (PM ₁₀ /PM _{2,5} med impaktor) ISO 25597 /9/ (PM ₁₀ /PM _{2,5} med multicyklon) |
| Først udgivet år | 2002 |
| Revideret år | <u>Revision 6: 2021 - Diverse præciseringer er indført, herunder bla. opdatering i relation til nyt metodeblad for NH₃ og en kommentar om usikkerheden på skylleresultatet.</u> Revision 5: 2017 - Revideret i henhold til prEN 13284-1 (formal vote version 09-2016). Revision 4: 2015 - Opdatering vedr. semivolatiles og termisk ustabile partikler (afsnit 3.4) samt nyt layout. Revision 3: 2013 - Afsnit vedr. metodevalg ved PM ₁₀ målinger tilføjet. Revision 2: 2012 - Præcision vedr. konditionering af filtre indført. Revision 1: 2003 - brugervejledning til miljømyndigheder indført. |

Indholdsfortegnelse

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | Indledning | 3 |
| 2 | Brugervejledning til miljømyndighed | 3 |
| 3 | Anvendelsesområde..... | 4 |
| 3.1 | Måleområde..... | 4 |
| 3.2 | Begrænsninger..... | 4 |
| 3.3 | Metodevalg ved PM ₁₀ målinger | 4 |
| 3.4 | Valg af filtreringstemperatur og tørringstemperatur ved støvmålinger | 5 |
| 3.4.1 | Semivolatiles | 5 |
| 3.4.2 | Termisk ustabile partikler i ventilationsafkast | 6 |
| 3.4.3 | Anlæg med gipsproduktion i røggasrensningen..... | 6 |
| 3.4.4 | AMS der måler ved temperaturer lavere end 160°C | 6 |
| 3.4.5 | Anbefalede filtreringstemperaturer og tørringstemperaturer | 6 |
| 4 | Princip | 8 |
| 4.1 | Prøvetagning..... | 8 |
| 4.2 | Analyse..... | 10 |
| 4.2.1 | Før eksponering | 10 |
| 4.2.2 | Efter eksponering | 11 |
| 5 | Fremgangsmåde | 12 |
| 6 | Planlægning | 15 |
| 7 | Udstyr til prøvetagning | 16 |
| 8 | Beregninger | 17 |
| 9 | Kvalitetssikring | 17 |
| 10 | Usikkerhed..... | 18 |
| 11 | Rapportering | 18 |
| 12 | Modifikationer | 19 |
| 13 | Kravoversigt..... | 20 |
| 14 | Referencer | 20 |

1 Indledning

Dette metodeblad er revideret i flere omgange:

- Præcision vedr. konditionering af filtre indført (2012).
- Afsnit vedr. metodevalg ved PM10 målinger tilføjet i 2013.
- Opdatering vedr. semivolatiles og termisk ustabile partikler samt nyt layout i 2015.
- Revideret i henhold til prEN 13284-1 (formal vote version 09-2016) i 2017.

2 Brugervejledning til miljømyndighed

Metodebladet 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.

I situationer, hvor målefirmaer eller virksomheder henvender sig til myndigheden med spørgsmål, der vedrører måleteknik, kan miljømyndigheden med fordel referere til metodebladet.

Når vilkår indeholder et krav om målemetode samt krav om akkrediteret måling, bør der være tillid til, at målingen gennemføres efter forskrifterne i metodeblad, standard m.v.

Der kan dog være situationer, hvor miljømyndigheden ønsker at vurdere kvaliteten af målingen. For miljømyndighederne har metodebladene f.eks. interesse ved:

- Mistanke om, at målingerne ikke er udført med tilfredsstillende kvalitet,
- Tvivl om tolkningen af resultater
- Vurdering af 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 prøvetagningssystem (materiale og temperatur)
- Feltblind
- Laboratorieblind
- Varme gasser med højt vandindhold (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 traverspunkter
- Forekomsten af semivolatiles

Der henvises endvidere til metodebladet MEL-22 Kvalitet i emissionsmålinger /10/.

3 Anvendelsesområde

Denne metode benyttes til måling af emissioner af partikler 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 – for eksempel emissioner fra affaldsforbrændingsanlæg.

3.1 Måleområde

Metodens måleområde er op til $50 \text{ mg/m}^3(n,t)^1$ for totalt partikelindhold.

Metoden er valideret på affaldsforbrændingsanlæg men kan også anvendes på andre typer anlæg og ved højere koncentrationer. Metoden kan modificeres med dybdefiltre til høje koncentrationer.

3.2 Begrænsninger

Hvis gassen indeholder ustabile, reaktive eller semivolatile partikler, skal der udvises særlig opmærksomhed ved prøvetagning og filterkonditionering. Se afsnit 3.4 [Valg af filtreringstemperatur og tørringstemperatur ved støvmålinger](#).

Metoden er upræcis ved pulserende og roterende gasstrøm.

3.3 Metodevalg ved PM₁₀ målinger

B-værdien for støv i øvrigt defineres som støv < 10 µm, hvor emissionsgrænseværdien er defineret som totalstøv. I dette kapitel beskrives en metodik til valg af metode når der er behov for at eftervise B-værdier for støv i øvrigt (< 10 µm).

Der henvises generelt til Referencelaboratoriets rapport nr. 45 fra 2007: *Vurdering af nuværende og fremtidig praksis for måling af fine partikler i relation til fastsættelsen af en ny B-værdi for støv* (se www.reflab.dk) som bla. definerer begreberne < 10 µm og PM₁₀. For eftervisning af B-værdier kan de to begreber sidestilles, selvom de strengt taget er lidt forskellige.

Metodevalg når der både skal eftervises en emissionsgrænseværdi (som total støv) og en B-værdi (som PM₁₀).

Følgende generelle regler kan anvendes:

Virksomheder med posefilter, elektrofilter, multicyklon eller lignende renseteknologier, hvor det er sandsynligt at større partikler er rensede bort samt at totalstøvkoncentrationen generelt er lav:

- anvend totalstøv måling, som sidestilles med en PM₁₀ måling i forhold til B-værdi eftervisning. Hvis B-værdien ikke kan overholdes ved denne fremgangsmåde, kan målingen gentages som PM₁₀ måling².

¹ (n,t) angiver tør gas ved normaltstanden (0°C, 101,3 kPa).

² Inden PM₁₀ målingen gennemføres bør der foretages en vurdering af om rensningsteknologien fungerer efter hensigten.

Virksomheder uden rensning eller med simple rensningsteknologier i kombination med en relativt høj emissionsgrænseværdi for støv:

- der udføres både en totalstøvmåling og en PM₁₀ måling.
- ved meget høje støvkonzentrationer kan PM₁₀ metoden benyttes til totalstøvmåling (differensvejning af cyclon-bæger)³

Virksomheder med lave støvemissioner (< 40 mg/m³), hvor der af den ene eller anden grund er behov for at bestemme PM₁₀ med stor præcision:

- anvend PM₁₀ måling med cyklon og relativ lang eksponeringstid eller
- anvend PM₁₀ måling med impaktor⁴.

Usikkerheden ved en PM₁₀ bestemmelse er betydelig. Det anbefales derfor så vidt muligt at bestemme totalstøv i stedet for PM₁₀.

Metoderne:

| | |
|---------------------------------------|---|
| Totalstøv: | isokinetisk opsamling på planfilter som beskrevet i nærværende metodeblad MEL-02 |
| PM ₁₀ med cyklon: | isokinetisk opsamling på planfilter med en forudskiller (cyclon) med en cutsize på 10 µm som beskrevet i DS/EN ISO 25597. Bemærk at det IKKE anbefales at anvende multicyclon (PM ₁₀ /PM _{2,5}) ved eftervisning af B-værdi, da det øger usikkerheden på PM ₁₀ bestemmelsen. |
| PM ₁₀ med impaktor: | isokinetisk opsamling på planfilter med en forudskiller (impaktor) med en cutsize på 10 µm som beskrevet i DS/EN ISO 23210. Bemærk at det IKKE anbefales at anvende begge trin i impaktoren (PM ₁₀ /PM _{2,5}) ved eftervisning af B-værdi, da det øger usikkerheden på PM ₁₀ bestemmelsen. |
| PM ₁₀ /PM _{2,5} : | Ved at anvende multi cyclon eller impaktor med to eller flere trin kan både PM ₁₀ , PM _{2,5} samt evt. PM ₁ bestemmes med de samme metoder. |

Ved både cyclonmetoden og impaktormetoden skal det ved optimalt valg af dyse sikres, at den aktuelle cut-size ved målingen er tæt på 10 µm. Fremgangsmåden er beskrevet i de respektive standarder.

3.4 Valg af filtreringstemperatur og tørringstemperatur ved støvmålinger

3.4.1 Semivolatiles

Kemiske forbindelser, der i et vist omfang kan eksistere eller ikke eksistere som partikler i afkastet afhængig af temperaturen kaldes semivolatiles eller artefacts. Semivolatiles er termisk ustabile partikler, f.eks. salte af ammonium og sulfater eller krystalvand, men kan også være organiske stoffer, der forefindes som partikler ved lave temperaturer, og på gasform ved højere temperaturer. Både filtreringstemperaturen under måling og den efterfølgende tørringstemperatur af filteret har indflydelse på om semivolatiles medtages i målingen eller ej.

³ Bemærk at der skal være en betydelig mængde støv i cyclonbægeret for at kunne bestemme mængden ved differensvejning. Standarden anbefaler IKKE at benytte PM₁₀ metoden til totalstøvmåling.

⁴ Det anbefales generelt IKKE at anvende impaktormetoden med mindre, der er særlige behov der skal opfyldes. Impaktormetoden er dyr og besværlig sammenlignet med cyclonmetoden.

3.4.2 Termisk ustabile partikler i ventilationsafkast

Termisk ustabile partikler defineres i dette metodeblad som partikler i ventilationsafkast (dvs. uden forbrændingsprocesser) der nedbrydes, oxideres eller fordamper når de udsættes for højere temperaturer end gas-sens temperatur. Det er væsentligt at tørre disse partikler nænsomt (ved en passende lav temperatur), således at de ikke ændrer vægt pga. af tørringstemperaturen.

3.4.3 Anlæg med gipsproduktion i røggasrensningen

På disse anlæg vil der være gipspartikler i røggassen. Gips indeholder krystalvand der fjernes delvist ved ca. 128°C og helt ved ca. 163°C.

3.4.4 AMS der måler ved temperaturer lavere end 160°C

AMS der måler ved en lavere temperatur end 160°C vil "se" alt hvad der er partikler ved denne temperatur. Ved en tørretemperatur på 160°C "forskydes/flyttes" kalibreringsfunktionen, da semivolatiles ikke indgår i referencemålingen, men kun i AMS målingen. Dermed kompenseres for denne forskel. Ved forekomst af semivolatiles kan usikkerheden på QAL2 kalibreringsfunktionen være betydelig.

3.4.5 Anbefalede filtreringstemperaturer og tørringstemperaturer

Standarden benytter begrebet "conventional temperature", som i dette metodeblad oversættes til "tørringstemperatur". Tørringstemperatur er den temperatur, som filteret maksimalt må opvarmes til under prøvetagning og som benyttes ved konditionering (tørring) af filtrene efter prøvetagning.

Standarden anfører, at en tørringstemperatur på 160°C generelt er anvendelig, men at også alternative tørringstemperaturer kan anvendes. Da det ikke er muligt at definere en tørringstemperatur, som kan anvendes i alle situationer, kan alternative tørringstemperaturer benyttes. Disse kan specificeres af myndighederne eller vælges ud fra formålet med målingerne.

I praksis betyder dette, at hvis miljøgodkendelsen ikke specificerer en tørringstemperatur, så kan ~~den~~ tørringstemperatur vælges ud fra ~~Tabel 1~~[Tabel 1](#). I tabellen anføres en oversigt over anbefalede tørringstemperaturer. Den anvendte tørringstemperatur skal rapporteres.

MEL-02: 201721
Total partikulært stof (støv)

| Situation/formål | Anbefalet filtreringstemperatur under måling ⁵ | Anbefalet filter tørringstemperatur efter måling | Bemærkning |
|---|---|--|--|
| Præstationskontrol i røggas over 100°C | 120 - 160°C | 160°C | Ved gastemperaturer >160°C kan det være nødvendigt at køle gassen til 160°C inden filtrering. |
| Præstationskontrol for termisk stabilt støv i kolde afkast (<100°C) | Over gassens dugpunkt | 160°C | - |
| Præstationskontrol for metaller og Hg med efterfølgende vaskeflasker | 120-160°C | 120-160°C | Tørringstemperaturen må aldrig være højere end filtreringstemperaturen ⁶ . |
| Måling af NH ₃ (MEL-24) sammen med støv i røggas | <u>Minimum 15°C over kanaltemperatur eller minimum 120°C±80°C</u> (krævet i MEL-24) | 160°C | Partikelkoncentrationen kan underestimeres ved den højere filtreringstemperatur, såfremt der er semivolatiles i afkast. Ved analyse af filteret for ammonium kan prøvetagningstemperaturen sænkes til minimum 160°C. |
| Måling af SO ₂ (MEL-04) sammen med støv i røggas | 120-160°C | 160°C | SO ₂ standarden kræver en filtreringstemperatur på mindst 20°C over syredugpunktet |
| Måling af HCl (MEL-19) sammen med støv i røggas | 120-160°C | 160°C | HCl standarden kræver en filtreringstemperatur på mindst 20°C over dugpunktet |
| QAL2/AST af støv-AMS (både in-situ og ekstraktive støv-AMS) der måler ved 160°C | 120-160°C | 160°C | - |
| QAL2/AST af støv-AMS der måler ved temperaturer over eller under 160°C | 120°C-AMS temperatur | AMS temperatur | Se prEN 13284-2: 2017 (nov. 2015). Kun ved mistanke om semivolatiles. Udfør evt. test for semivolatiles. |
| QAL2/AST af AMS efter anlæg der producerer gips i røgrensningen | 120-160°C | 170°C | Tørringstemperaturen sikrer at al krystalvand fra gipspartiklerne fordamper ⁷ . Partikelkoncentrationen kan underestimeres ved den højere tørringstemperatur. |
| Måling af termisk ustabile partikler i ventilationsanlæg | Samme temperatur som gassen | 105°C ⁸ | Evt. tørring i eksikator hvis 105°C er for højt for partiklernes termiske stabilitet. (evt. opvarmet til lidt over dugpunktet) |
| Kontrol af om der er semivolatiles i afkastet | 120°C | 1. vejning: 120°C 2. vejning: 160°C | Differensen mellem de to vejninger er et mål for mængden af semivolatiles. |

⁵ Ved out-stack måling må temperaturen ikke overstige de maksimale angivne temperaturer.

⁶ Skulle metaller mistes i filteret under prøvetagning vil de medtages i vaskeflaske og indgår dermed i totalen, hvorimod metaller der mistes under tørring ved en højere temperatur, ikke vil indgå i totalen.

⁷ Da grænseværdier er relateret til tørt støv, vurderes det, at al krystalvand bør fjernes inden vejning ved SRM-måling på disse anlæg. AMS på sådanne anlæg bør således kalibreres med en tørringstemperatur på noget over 163°C.

⁸ Der er en risiko for at krystalvand indeholdt i partiklerne ikke uddrives ved den nævnte tørringstemperatur.

Tabel 1 Oversigt over anbefalede filtreringstemperaturer og tørringstemperaturer.

Eksempel:

Det ønskes at måle NH_3 , HCl og partikler i røggassen fra et affaldsforbrændingsanlæg i samme målesystem med et fælles filter og et splitflow til to sæt vaskeflasker. Af hensyn til NH_3 skal filtreringstemperaturen være 180°C , hvormed den anbefalede temperatur på 160°C for partiklerne overskrides. Hvis der forekommer partikler i afkastet som går på gasform i intervallet $160-180^\circ\text{C}$ medfører den høje filtreringstemperatur at der er en risiko for at underestimere partikkelkoncentrationen. Hvis man derimod vælger en filtreringstemperatur på 160°C er der risiko for at underestimere NH_3 i henhold til MEL-24. I langt de fleste situationer er det dog sandsynligt at man vil opnå samme resultat for alle tre parametre uanset om man vælger 160 eller 180°C .

4 Princip

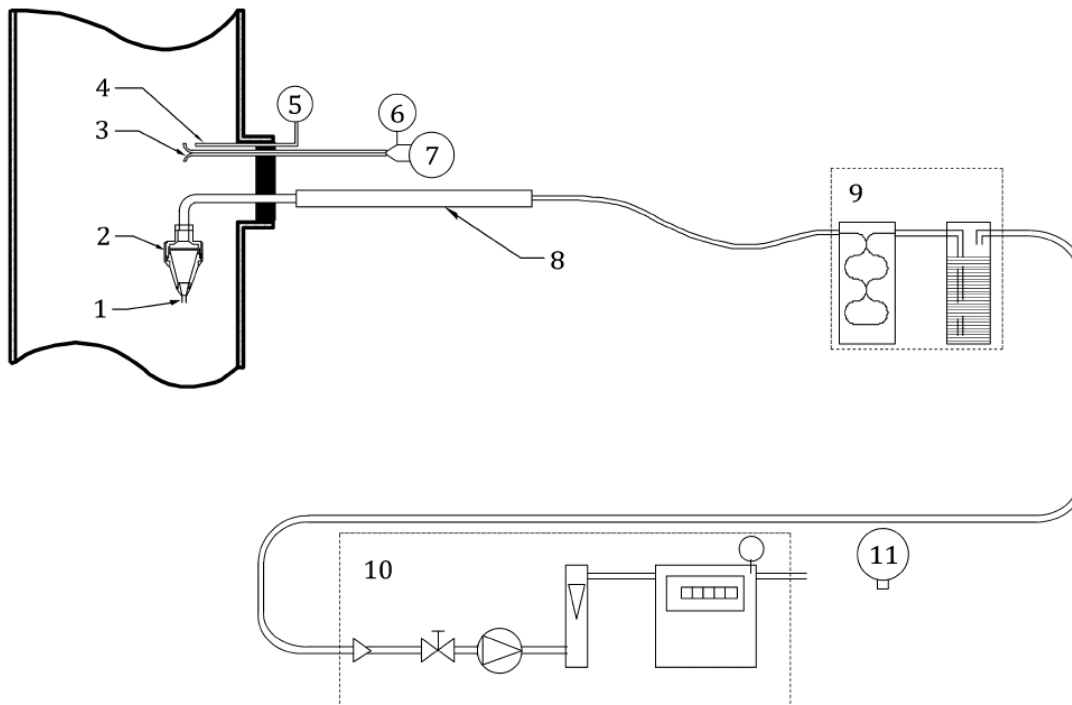
4.1 Prøvetagning

Isokinetisk prøvetagning af partikler på planfilter uden fraktionering af partikler efter størrelse. For at opnå en repræsentativ delprøve traverseres der over hele kanaltværsnittet. Standarden 15259 /12/ foreskriver hvor mange traverspunkter der er nødvendige og deres placering. Se endvidere MEL-25, afsnit 8.2, hvor dette er beskrevet på dansk /11/. Prøvegassen tørres efter filtrering, inden den passerer pumpe og gasmåler til bestemmelse af det vandfri prøvetagningsvolumen.

Prøvetagningen kan foretages enten med filteret placeret i kanalen (In-Stack) eller uden for kanalen (Out-Stack), placeret i en temperaturkontrolleret ovn.

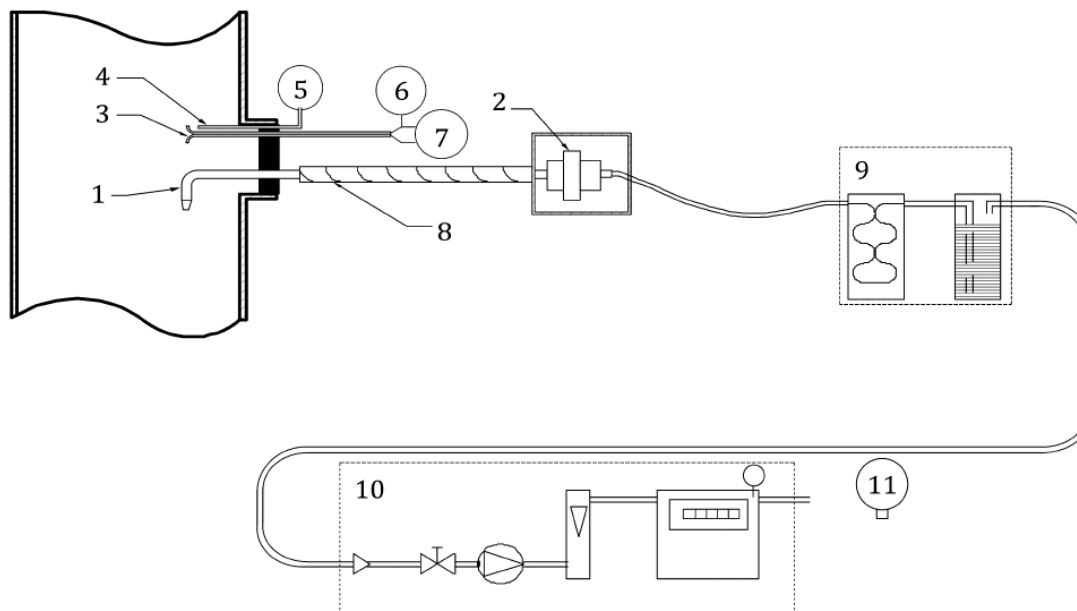
Prøvetagning i vanddampmættede gasser eller gasser indeholdende dråber skal udføres Out-Stack.

Figur 1 **Principskitse for In-Stack måling**



- | | |
|--------------------------|--------------------------------|
| 1 Dyse | 7 Måling af dynamisk tryk |
| 2 Filterholder | 8 Støtterør (In-Stack) |
| 3 Pitotrør | 9 Køle- og tørre system |
| 4 Temperaturføler | 10 Sugeenhed og gasmåle udstyr |
| 5 Temperaturindikator | 11 Trykmåler |
| 6 Måling af statisk tryk | |

Figur 2 **Principskitse for Out-Stack måling**



- | | |
|--------------------------|--------------------------------|
| 1 Dyse | 7 Måling af dynamisk tryk |
| 2 Filterholder | 8 Sonderør (Out-Stack) |
| 3 Pitotrør | 9 Køle- og tørre system |
| 4 Temperaturføler | 10 Sugeenhet og gasmåle udstyr |
| 5 Temperaturindikator | 11 Trykmåler |
| 6 Måling af statisk tryk | |

4.2 Analyse

Gravimetrisk analyse ved differensvejning af tørrede filtre.
Filtrene tørres i en temperaturkontrolleret ovn ($\pm 5^{\circ}\text{C}$).

4.2.1 Før eksponering

Hvis filterhuset vejes sammen med filteret, skal de udvendige overflader renses inden vejning.

Konditionering før eksponering

Filteret tørres til konstant vægt ved en temperatur på 180°C i mindst 1 time, dog mindst 20°C højere end den forventede temperatur i kanalen, hvorefter filteret køles i en eksikkator i mindst 4 timer.

Vejning før eksponering

Filteret vejes efter maksimum 3 minutter fra udtagning fra eksikkator, når vægten er stabiliseret.

Ved hver filtertype bør der udføres en kontrol på minimum ét filter, hvor vejningen udføres over en periode på 3 minutter med aflæsning af vægten efter 1, 2 og 3 minutter. Hvis der observeres en signifikant vægtstigning på denne filtertype, skal alle filtre af samme type vejes efter ovenstående procedure (3 aflæsninger), og vejresultatet findes ved ekstrapolering til tid 0 minutter.

4.2.2 Efter eksponering

Konditionering efter eksponering

Filteret tørres til konstant vægt ved den valgte tørringstemperatur, se ~~Tabel 1~~~~Tabel 1~~ (normalt 160°C) i mindst 1 time, hvorefter det køles i en ekssikkator i mindst 4 timer.

Vejning efter eksponering

Filteret vejes efter maksimum 3 minutter fra udtagning fra ekssikkator, når vægten er stabiliseret.

Det første filter fra samme anlæg eller proces bør kontrolleres for vægtændringer ved følgende procedure⁹: Vejningen udføres over en periode på 3 minutter med aflæsning af vægten efter 1, 2 og 3 minutter. Hvis der observeres en signifikant vægtstigning, skal alle filtrene lægges tilbage i ekssikkator i minimum 4 timer og vejeproceduren skal gentages, og vejeresultatet findes ved ekstrapolering til tid 0 minutter.

Skyllevæske

Der udtages en blindprøve af ubrugt skyllevæske med et volumen svarende til det volumen der benyttes ved skylning.

Den opsamlede skyllevæske samt blindprøve inddampes og tørres efter følgende procedure:

Inddampning:

Væsken overføres omhyggeligt til tørrede og forvejede beholdere. Væsken inddampes forsigtigt (dvs. uden kogning). Da vejenøjagtigheden afhænger af vægten af beholderen, er det tilladt at skifte til lettere beholder undervejs i inddampningsprocessen. Vær opmærksom på ikke at miste faststof ved overførslerne.

Følgende metoder har vist deres egnethed til inddampning:

- Inddampning ved 120°C ved omgivende tryk¹⁰.
- Inddampning i et lukket system. Starttemperaturen er 90°C og trykket reduceret til 40 kPa (absolut). Temperaturen kan derefter gradvist øges og trykket gradvist reduceres yderligere til sluttemperaturen 140°C og 20 kPa (absolut).

Tørring:

Efter inddampning tørres beholderen til konstant vægt ved den valgte tørringstemperatur, se ~~Tabel 1~~~~Tabel 1~~ (normalt 160°C) i mindst 1 time, hvorefter beholderen køles i en ekssikkator i mindst 4 timer.

Da beholderen til skyllevæsken har en betydelig egenvægt, vil detektionsgrænsen (og usikkerheden) ofte være uhensigtsmæssig høj, og i mange tilfælde højere end den partikelmængde der forventes på det tilhørende planfilter. Det anbefales derfor at bruge resultatet fra skyllevæsken uden hensyntagen til den aktuelle detektionsgrænse for skyllevæskevejningen:

⁹ Ved kendte anlæg eller processer er det ikke nødvendigt at gennemføre kontrollen hver gang der udføres målinger.

¹⁰ Det anbefales at ventilere ovnen med luft eller nitrogen for at fortynde acetonedampene til et sikkert niveau.

| nr. | Vejerresultat for tilhørende filtre (til skyllevæsken) | Skyllerresultatet ^{a)} | Skyllerresultat bruges til |
|-----|---|--|---|
| 1 | Mindre end (<) detektionsgrænsen | Overstiger detektionsgrænsen for filteret | Skyllerresultatet benyttes alene (dvs. filtervægten sættes til nul) til beregning af koncentration. Rapporteres som detekteret. |
| | | Overstiger IKKE detektionsgrænsen for filteret | Skyllerresultatet benyttes ikke. |
| 2 | Større end (>) detektionsgrænsen | <u>Positivt-</u> | Skyllerresultatet adderes til filtervægten, og summen af disse benyttes til beregninger af koncentration. |
| 3 | <u>Mindre end (<) eller større end (>) detektionsgrænsen</u> <u>Alle</u> | Negativt | Skyllerresultatet sættes til værdien nul (0) når resultatet er negativt. |
| 4 | Nogle filtre er mindre end (<) detektionsgrænsen og andre er større (>) i en skylleserie. | <u>Positivt-</u> | Skyllerresultatet fordeles på de enkelte filtre, som beskrevet i afsnit 8. Herefter følges ovenstående regler (1-2). |
| a) | Hvis der skylles efter en måleserie, fordeles skyllerresultatet på den enkelte prøve (filter) som beskrevet i afsnit 8 inden reglerne anvendes. | | |

Tabel 2 Anvendelse af skyllerresultat i beregninger

5 Fremgangsmåde

Prøvetagningen gennemføres efter nedenstående procedure:

Indledende målinger:

Målinger med hastighedsmåler indbygget i partikelsonden og som separat udstyr er tilladt. Hastighedsmåleudstyr som separat udstyr kræver et stabilt flow i kanalen, da det er nødvendigt at måle hastighederne før selve målingen gennemføres.

Følgende punkter skal udføres inden selve prøvetagningen af partikler påbegyndes:

1. Bestem gassens densitet (O₂, CO₂ og H₂O).
2. Bestem antal og placering af målepunkter i henhold MEL-25 /11/ og EN 15259 /12/.
3. Ved anvendelse af separat hastighedsmåleudstyr, installeres en hastighedsmåler i et fast punkt i kanalen. Benyt data fra denne til at bevise at der er stabilt flow (mindre end 10 % variation¹¹)
4. Mål hastighed og temperatur i de udvalgte punkter i kanalen i henhold til MEL-25 /11/.
 - a. Standarden kræver at der skal udføres en flowmåling inklusive test for swirl før selve partikelmålingen gennemføres, hvilket også kræves for udstyr med indbygget hastighedsmåler eller nulpunktssonde¹².
- 4.5. Vælg en dysestørrelse som passer til højeste og laveste målte hastighed i kanalen.

¹¹ Standarden foreskriver ikke hvordan variationen beregnes, men følgende metode kan anvendes: Benyt minuttværdier og mål i minimum 10 minutter eller så mange minutter som der er traverseringspunkter (vælg største værdi). Testen udføres således: $(v_{max} - v_{min}) \cdot 0,5 < v_{middel} \cdot 10\%$ Maksimal variation som procent af middelværdien i måleperioden for punkt.

¹² En nulpunktssonde måler trykket i dyseåbningen og i kanalen. Når trykdifferencen er nul, vil der være isokinetisk udsugning.

MEL-02: 201721
Total partikulært stof (støv)

-
- ~~5.6.~~ Hvis flowet i kanalen ikke er stabilt, skal der anvendes en sonde med indbygget hastighedsmåler¹³, og beregn det udsugede flow og indstil pumpeflow efter den aktuelle måling i hvert punkt.
- ~~6.7.~~ Hvis flowet i kanalen er stabilt, kan det udsugede flow beregnes på baggrund af den hastighedsmåling der blev udført under punkt 4.

¹³ En nulpunktssonde, som måler trykket i dyseåbningen og i kanalen kan også anvendes. Når trykdifferencen er nul, vil der være isokinetisk udsugning.

Prøvetagningsprocedure:

1. Udstyret samles som angivet i standarden
2. Start opvarmningen af sonderør, filterholder m.v. Indstil temperaturregulatoren således den udsugede gas opvarmes til den anbefalede temperatur (se ~~Tabel 1~~~~Tabel 1~~). Ved målinger i kolde gasser under 100°C skal filteret opvarmes til over gassens dugpunkt for at forhindre tilstopning af filteret og udvaskning af partikler ved kondensering af vand på filterets overflade. Ved in-stackmåling forvarmes filterholderen enten i en ekstern varmekasse eller ved hjælp af gassens temperatur i kanalen. Når filteret opvarmes ved hjælp af gassens temperatur, vil der ofte være en opvarmningstid på 5-15 minutter afhængig af gastemperaturen. Det er yderst vigtigt, at også in-stackfilteret er over gassens dugpunkt eller over 100°C ved start af målingen.
3. Der udføres læktest før hver prøve i henhold til beskrivelsen i MEL-22 /10/.
4. Gasmålerens visning aflæses og noteres.
5. Udstyret placeres i kanalen/skorstenen. Når opvarmningen er slut, startes pumpen og udsugningsflowet justeres til det ønskede. Tidspunktet noteres. Hver prøve er indledt med en lufthastighedsmåling i hvert af de udmålte traverspunkter. Støvmålingen udføres ved traversering i ligeligt fordelte tidsintervaller, og ved regulering til isokinetik i hvert traverspunkt. Hastighedsmålingen kan også foregå parallelt med støvmålingen.
6. Mindst hvert femte minut under prøvetagningen aflæses gasmålertemperaturen, og prøvetagningsflowet kontrolleres (og justeres) til isokinetisk prøvetagningsflow.
7. Efter endt prøvetagning stoppes pumpen, udstyret demonteres fra kanalen/skorstenen, og gasmålerens visning aflæses og noteres.
8. Prøvetagningsfilteret eller filterholderen inklusive filter overføres til en entydigt mærket transportbeholder.
9. Ved flere prøver startes ved punkt 1 igen.
10. Der udtages feltblindfiltre: Feltblindfiltre skal følge de øvrige filtre under transport og monteres/demonteres i filterholder under de aktuelle feltforhold. Der skylles hvis det er krævet, dog skal der ikke suges gas gennem udstyret og det er ikke nødvendigt at placere sonden i kanalen. Se endvidere MEL-22/10/ for yderligere beskrivelser.
11. Efter hver måleserie skylles den del af sonden, der er placeret før gassen når filteret, med vand. Afhængig af partiklernes egenskaber gentages skylningen med acetone. Skyllevæsken opsamles, mærkes og analyseres.
12. Ved manuel prøvetagning, skal der før beregning af isokinetisk flow, udføres hastighedsmåling i hvert traverspunkt, samt foretages måling eller estimering af vanddampindhold. Hvis vanddampindholdet estimeres, foretages en kontrolberegning af vanddampindholdet efter første prøve, og eventuelt korrigeres det isokinetiske flow for de efterfølgende prøver.

Filterhåndtering

For at undgå kontaminering eller tab af materiale skal filtre så vidt muligt monteres i filterholder på laboratoriet inden transport til målestedet, og demonteres på laboratoriet efter hjemtransport. Filterholderen skal placeres i en individuel transportbeholder. En filterholder kan være hele filterhuset eller blot en holder, som kan monteres i filterhuset. Et filterhus behøver ikke en individuel transportbeholder.

En filterholder kan vejes med som en del af filteret, hvorved man undgår risikoen for at miste filtermateriale ved de-montage fra filterholderen, men til gengæld øger usikkerheden på vejningen pga. af den øgede egenvægt.

Det er tilladt, at anvende løse filtre, som monteres i filterholderen på stedet. Når der anvendes løse filtre, skal der udvises ekstra omhu for at undgå kontaminering eller tab af materiale.

Det er velkendt at filtre kan miste vægt (tab af filtermateriale) ved eksponering. Denne effekt kan mindskes ved at suge ren luft gennem filtrene inden præ-vejning. Ved eksponering skal røggassen suges samme vej gennem filteret.

Skylning

Skylning og analyse af skyllevæske bør gennemføres som anført i Tabel 3:

| Opgave/situation: | Skylning? | Hyppighed |
|--|---|---|
| Ved udformning af måleudstyret, hvor filteret er placeret in-stack og uden bøjninger mellem dyse og filterholder | Skylning kan undlades i alle situationer. | - |
| Præstationskontrolmålinger, hvor den forventede støvkonzentration er mindre end halvdelen af emissionsgrænseværdien. | Skylning kan undlades. | - |
| Præstationskontrolmålinger, hvor den forventede støvkonzentration er større end halvdelen af emissionsgrænseværdien. | Skylning skal gennemføres. | Som minimum efter hver måleserie. |
| QAL2/AST. | Skylning skal gennemføres. | Som minimum efter hver måleserie og mindst en gang pr. dag. |
| QAL2/AST (metode c). | Skylning kan undlades. | - |
| Opgaver med andre formål. | Når det vurderes kritisk for resultatet. | Som minimum efter hver måleserie. |
| <p>Måleserie: en måleserie omfatter en serie målinger, hvor driften af anlægget er nogenlunde konstant.</p> <p>Kritisk for resultatet: Hvis resultatet skal benyttes som en absolut værdi til kalibrering, beregning af afgift eller lign. bør der skylles. Hvis formålet er at vurdere størrelsen af emissionen kan skylning undlades. Hvis der er tvivl bør der skylles.</p> | | |

Tabel 3 Skylning

Hastighedsmåling udføres efter EN 16911-1 /6/ og MEL-25 /11/ og vandbestemmelse i henhold til EN 14790 /7/.

6 Planlægning

Hvis intet andet er angivet eller forlangt, tilstræbes det, at der ved præstationskontrol udtages i alt 3 prøver, hvor hver prøve har en varighed på ca. 1 time, som angivet i Luftvejledningen¹⁴/2/. Ved QAL2 og AST følges reglerne i EN 14181 og EN 13284-2. Der kan i øvrigt være forhold i processen, og hensyn til øvre og nedre detektionsgrænser o.lign., som berettiger til kortere eller længere prøvetagningstider.

¹⁴ Standarden foreskriver ved præstationskontrol 3 prøver, hvor hver prøve har en varighed på ca. 0,5 time.

Inden målingen skal det vurderes hvor stor en mængde gas, det er nødvendigt at suge ud, for at den opsamlede mængde partikulært materiale ligger på et niveau som tilgodeser både detektionsgrænsen for vejningen samt den øvre grænse for hvor meget materiale planfilteret kan opfange.

Se desuden MEL-22 /10/.

7 Udstyr til prøvetagning

1. Dyse. Dysen skal have et indløb med konstant intern diameter på minimum en gange den interne diameter eller 10 mm (største værdi vælges). Kanten på dysen skal være skarp, for at undgå flowforstyrrelser. Annex C i standarden anviser anbefalede dysedesign. Usikkerheden ($k=2$)¹⁵ på arealbestemmelsen af dysen skal være $< 5\%$ ¹⁶.
2. Opvarmet eller uopvarmet sonderør af inert materiale (fx rustfrit stål, titan, kvarts eller glas). Opvarmet filterholder i direkte forlængelse af sonderøret, placeret uden for kanalen (out-stack) eller uopvarmet filterholder placeret i kanalen (in-stack). Sonde og indløb i filterholder skal være udformet som angivet i standarden, idet det sikres at indersiden er glat uden skarpe kanter og med få samlinger. Ved ændringer i indre diameter skal overgangen være konisk. Første bøjning skal være minimum 30 mm efter dyseåbningen og bøjningsradius må maksimalt være 1,5 gange den indre diameter målt fra midten af røret (se endvidere annex C i standarden).
3. Filteret skal være planfilter af fx kvartsfiber, men andre filtermaterialer kan anvendes, se [Tabel 4](#). Filteret skal have en minimum effektivitet på 99,5 % for 0,3 µm aerosoler eller 99,9 % for 0,6 µm aerosoler. Til hver måleserie skal der anvendes filtre fra samme produktionsbatch.
4. Filterhus som ved out-stack måling placeres i en temperaturkontrolleret ovn. Et filterhus med konisk indløb mindre end 30° minimerer risikoen for aflejring af partikler i selve filterhuset. Der må ikke være risiko for turbulens inde i filterhuset.
5. Tørreenhed¹⁷ der fjerner vanddamp, inden gassen ledes til pumpe mv.
6. Gastæt pumpe med aflukningsventil.
7. Flowmeter/rotameter til kontrol af udsugningshastigheden.
8. Reguleringsventil (nåleventil, by-pass ventil eller lign.) der kan justere udsugningshastigheden til isokinetisk prøvetagning.
9. Gasmåler, til tør gas, der kan bestemme den nødvendige udsugede gasmængde, med maksimal usikkerhed ($k=2$) på $\pm 5,0\%$ af den målte værdi¹⁸.
 - a. Gassens temperatur og tryk i gasmåleren skal begge bestemmes med en maksimal usikkerhed ($k=2$) på 2 % af den målte værdi.
10. Udstyr til hastighedsmåling jf. MEL-25 /11/..
 - a. Hastighedsmåleudstyret kan være indbygget i partikelsonden, eller som separat udstyr.
11. Barometer¹⁹.
12. Væsker til skylning:
 - a. deioniseret og filtreret vand med en inddampningsrest mindre end 1,0 mg/L.
 - b. acetone, pA grad med en inddampningsrest mindre end 1,0 mg/L.

¹⁵ Standarden er uklar vedr. sikkerhedsfaktor for usikkerhedsangivelsen, men det antages at der er tale om $k=2$.

¹⁶ Standarden anbefaler en dysestørrelse på minimum 8 mm. Jo større dysen er, jo nemmere er det at overholde kravet om 5 % på arealbestemmelsen.

¹⁷ Prøveuftmængden kan også bestemmes vådt. Se beskrivelse af dette system i standarden.

¹⁸ Hvis volumen korrigeres med en kalibreringsfaktor ved beregning, kan større usikkerheder accepteres.

¹⁹ En barometerstand, som kan hentes på DMI's hjemmeside kan være tilstrækkelig nøjagtig.

| Materiale | Styrker | Begrænsninger |
|-------------------|---|---|
| Cellulosenitrat | | -maksimum 125°C -lav kapacitet for partikler |
| PTFE ^a | -dokumenteret effektivitet -ikke tilbøjeligt til fibertab | -maksimum 230°C -mekanisk svag -har tilbøjelighed for at krølle ved tørring i ovn -risiko for elektrostatiske effekter ved vejning |
| Glasfiber | -mekanisk stærkt | -kan reagere med sure forbindelser, fx SO ₃ -maksimum 200°C |
| Kvartsfiber | -termisk stabil -reagerer ikke kemisk med fx HF, HCl, SO ₂ , SO ₃ , H ₂ SO ₄ , NO og NO ₂ | -tab af fibre kan forekomme -mekanisk svag maksimum 700°C |

^a PTFE kan udsættes for temperaturer op til 230°C, men filterleverandører kan have lavere grænser, fx 120°C.

Tabel 4 Oversigt over filtermaterialer og deres styrker og begrænsninger.

8 Beregninger

Generelle beregninger af koncentration og isokinetik mv. er beskrevet i standarden og gennemgås ikke her.

Partikelindholdet i skyllevæsken fordeles beregningsmæssigt på filtrene i måleserien, i henhold til den opsamlede masse på de enkelte filtre. Hvis massen på et af filtrene er mindre end detektionsgrænsen medregnes denne masse med værdien for detektionsgrænsen.

Resultater fra feltblind beregnes ud fra middelprøvevolumen for de prøver som feltblindprøven repræsenterer.

9 Kvalitetssikring

En væsentlig del af kvalitetssikringen foregår under prøvetagningen som beskrevet under afsnit 5. Se endvidere Annex D i standarden, der indeholder en oversigt over samtlige krav til udformning af udstyr, kalibrering af udstyr og selve målingen.

Der udføres læktest før hver prøve i henhold til beskrivelsen i MEL-22 /10/. Hvis der anvendes flowmeter til læktesten skal lækagen være mindre end 2,0 % af det forventede prøvetagningsflow.

Gasmåler, flowmeter, temperaturmåling, laboratorievægt og andre nødvendige hjælpeparametre, kalibreres periodevist i laboratoriet i henhold til laboratoriets akkreditering.

Kvaliteten på målingen bestemmes ved kontrol af den isokinetiske udsugning, som skal ligge i området 95-115 % af korrekt isokinetisk flow. Overskrides disse grænser, kasseres målingen.

Isokinetisk udsugning bestemmes efter følgende formel:

$$\frac{V_s}{V_k} \cdot 100, \text{ hvor}$$

V_s er beregnet middelhastighed i sonden

V_k er målt hastighed i kanalen

Feltblindprøver

Der udtages mindst 1 feltblindprøve pr. prøveserie og mindst 1 om dagen. Ved QAL2 er det tilstrækkeligt med en feltblindprøve pr. tre dage.

Feltblindværdien må ikke overskride 10 % af emissionsgrænseværdien eller 0,5 mg/m³ (største værdi vælges).

Måleresultater under feltblindprøvens værdi skal rapporteres som værende mindre end feltblindværdien.

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 /4/ for beregning af målingens usikkerhed. Annex G i standarden indeholder et eksempel på en usikkerhedsberegning for en partikelmåling²⁰.

Ved præstationsmålinger og parallelmålinger ved QAL2/AST skal usikkerheden²¹ (k=2) (ved grænseværditilstanden) på den samlede måling (middelværdi af en måleserie (ved QAL2/AST måledag)) være mindre end eller lig med 20 % af emissionsgrænseværdien (døgngrenseværdien for QAL2/AST). Ved måleresultater der overskrider emissionsgrænseværdien med en faktor 1,2 eller mere kan større usikkerheder accepteres. Ved målinger med andre formål: 20 % af den målte værdi.

Alle usikkerhedsangivelser i dette metodeblad er som ekspanderet usikkerhed²².

11 Rapportering

Rapporten udformes som beskrevet i i ISO 17025 /3/.

I rapporten skal der refereres til EN 13284-1 /1/ og dette metodeblad. Enhver afvigelse herfra, eller valgfri operationer, skal angives i rapporten.

Afvigelse fra isokinetik jf. afsnit 9 skal angives i rapporten.

²⁰ [Annex G medtager ikke usikkerheden på skylleresultatet i usikkerhedsberegningen. Samme fremgangsmåde anbefales i dette metodeblad.](#)

²¹ Usikkerheden på middelværdien af en måleserie må deles med \sqrt{n} , hvor n er antallet af enkeltmålinger i måleserien. En måleserie bør omfatte ens konditioner fx konstant drift på anlægget i hele måleserien, hvis der deles med \sqrt{n} .

²² k=2 eller 95 % konfidensinterval.

Rapporten skal indeholde oplysning om værdi af blindfiltre og evt. indhold af partikler i skyllevæsken. Feltblind skal rapporteres individuelt.

Tørringstemperatur (filterkonditioneringstemperatur) skal rapporteres (se afsnit 3.4.5).

Kanaldimensioner, placering af målelinier og målepunkter samt temperatur og hastighed i hvert målepunkt skal rapporteres.

Se endvidere afsnittet om rapportering i MEL-22 /10/.

12 Modifikationer

- Ved pulserende gasstrøm kan der ikke foretages isokinetisk prøveudtag. Det tilstræbes at foretage isokinetisk udsugning ved den højeste forekommende hastighed (under pulseringen) i hvert punkt ved traversering.
- I afkast fra ikke vandafgivende processer med vandindhold på mindre end 3-4 % v/v kan der ses bort fra vandbestemmelse. Vanddampindholdet estimeres, og estimatet benyttes ved beregninger.
- Ved måling i røggasser efter forbrænding af et kendt veldefineret brændsel kan vanddampindholdet beregnes med udgangspunkt i en brændselsanalyse og målt luftoverskud.
- Ved måling efter skrubber kan vanddampindholdet estimeres som værende mættet ved den aktuelle skrubbertemperatur.
- Skylning af udstyret i felten og analyse af skyllevæsken kan undlades i visse situationer.
- Kravet om kontrol for vægtstigning ved vejning af filtre er modificeret til kun at være stikprøvekontrol.
- Standarden dækker udelukkende planfiltre, men metoden kan anvendes til dybdefiltre ved fx meget høje koncentrationer ved henvisning til VDI 2066 Blatt 1.

13 Kravoversigt

| Udstyr | Værdi |
|---|--|
| Dyse – usikkerhed af dyseareal – længde med konstant indre diameter – ændringer i diameter – radius af bøjning – lige strækning før første bøjning – lige strækning til obstruktioner | ≤ 5 % ≥ 10 mm ≤ 30° konisk, maksimal vinkel ≥ 1,5 gange den indre diameter af bøjningen ≥ 30 mm ≥ 50 mm |
| Filter – effektivitet for test aerosol på 0,3 µm – effektivitet for test aerosol på 0,6 µm – materiale | > 99,5 % > 99,9 % ingen reaktion og ingen absorption af komponenter |
| – maksimal ekspanderet usikkerhed (k=2) af gasvolumen | ≤ 5,0 % af målt værdi ²³ |
| – maksimal ekspanderet usikkerhed (k=2) af absolut tryk | ≤ 2,0 % af målt værdi |
| – maksimal ekspanderet usikkerhed (k=2) af absolut temperatur | ≤ 2,0 % af målt værdi |
| Dysevinkel i forhold til flowretning | ≤ 10° |
| Isokinetik | 95 % til 115 % |
| Lækflow | ≤ 2,0 % af forventet prøvetagningsflow |
| Vægt: opløsning | 0,01 mg til 0,1 mg |
| Før- og efter-behandling af filter i eksikkator: varighed til temperatur ligevægt | 4 tim. til 12 tim. |
| Feltblindværdi | ≤ 10 % af emissionsgrænseværdien eller 0,5 mg/m ³ (største værdi vælges) |
| Ekspanderet usikkerhed (k=2) | ≤ 20 % af emissionsgrænseværdien |

Tabel 5 Kravoversigt (tabel D.1 i standarden).

14 Referencer

- /1/ EN 13284-1:2017 Stationary source emissions - Determination of low range mass concentration of dust - Part 1: manual gravimetric method
- /2/ Miljøstyrelsens vejledning nr. 2, 2001 Luftvejledningen, Begrænsning af luftforurening fra virksomheder.
- /3/ DS/EN ISO/IEC 17025 Generelle krav til prøvetagnings- og kalibreringslaboratoriernes kompetence.
- /4/ DS/EN ISO 14956 Air Quality - Evaluation of the suitability of a measurement method by comparison with a stated measurement uncertainty.
- /5/ EN 13284-2 Stationary source emissions — Determination of low range mass concentration of dust - Part 2: Automated measuring systems

²³ Hvis volumen korrigeres med en kalibreringsfaktor ved beregning, kan større usikkerheder accepteres.

MEL-02: 201721
Total partikulært stof (støv)

-
- /6/ EN ISO 16911-1:2013 Stationary source emissions - Manual and automatic determination of velocity and volume flow rate in ducts - Part 1: Manual reference method
 - /7/ EN 14790:2005 Stationary source emissions - Determination of the water vapour in ducts.
 - /8/ EN 23210: 2009 Stationary source emissions. Determination of PM₁₀/PM_{2.5} mass concentration in flue gas. Measurement at low concentrations by use of impactors
 - /9/ ISO 25597:2013 Stationary source emissions - Test method for determining PM_{2.5} and PM₁₀ mass in stack gases using cyclone samplers and sample dilution
 - /10/ MEL-22 Kvalitet i emissionsmåling (www.ref-lab.dk)
 - /11/ MEL-25 Bestemmelse af volumenstrøm i kanaler (www.ref-lab.dk)
 - /12/ EN 15259 Air quality - Measurement of stationary source emissions - Requirements for measurement sections and sites and for the measurement objective, plan and report.