

**Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier i strømmende gas**

Parameter	Mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler
Anvendelsesområde	Måling af mineralsk olie og esterolier (olieaerosoler) i luftemissioner fra virksomheder.
Metode	Manuel prøvetagning, isokinetisk opsamling af aerosolfraktion på filter. Efterfølgende analyse ved gaskromatografi med flammeionisations-detektor til bestemmelse af mineralsk olie eller ved differensvejning af filteret til bestemmelse af esterolier
Referencer	Prøvetagning: EN 13284-1, modificeret /2/ Analyse af mineralsk olie: ISO 16200-1 /1/ Analyse af esterolier: EN 13284-1, modificeret /2/
Udgaver	6. udgave: juni 2023 5. udgave: 2021 4 udgave: 2020 3. udgave: 2007 2. udgave: 2003 1. udgave: 2003

Indholdsfortegnelse

1	Indledning	3
2	Metodebladernes status, indhold og form	4
2.1	Samspil mellem standarder, metodeliste og akkreditering	4
2.1.1	Standarder	4
2.1.2	Metodeliste	4
2.1.3	Metodeblade	4
2.1.4	Akkreditering	4
2.2	Generelt	5
3	Anvendelsesområde	6
3.1	Baggrund	6
3.2	Måleområde	6
3.3	Begrænsninger	6
4	Princip	7
4.1	Prøvetagning	7
4.2	Analyse af mineralsk olie	7
4.3	Analyse af esterolier	8
4.4	Analyse af mineralsk olie og esterolier i samme prøve	8
5	Udstyr	8
5.1	Prøveudtagning	8
5.2	Analyse, mineralsk olie	8
5.3	Analyse, esterolier	8
6	Fremgangsmåde, planlægning og prøvetagning	8
6.1	Planlægning	8
6.2	Rensning af udstyr inden måling	8
6.3	Samling af prøvetagningsudstyret og lækagekontrol	9
6.4	Måling	9
6.5	Skylning af udstyret efter måling eller en måleserie	9
6.6	Feltblind, olieprøver og transport til laboratoriet	9
6.7	Prøveopbevaring	9
7	Fremgangsmåde, analyse	9
7.1	Analyse, prøveforberedelse	9
7.1.1	Mineralsk olie	10
7.1.2	Esterolier	10

MEL-14: 06-2023

Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas

7.2	Analyse.....	10
7.2.1	Mineralsk olie	10
7.2.1.1	Kalibrering	10
7.2.1.2	Analyse.....	10
7.2.2	Esterolier	11
8	Beregning	11
9	Kvalitetssikring	12
9.1	Prøvetagning.....	12
9.2	Analyse, mineralsk olie	12
9.2.1	Metodens sporbarhed skal kunne dokumenteres.....	12
9.3	Analyse, esterolier	12
10	Sikkerhed i arbejdet.....	12
11	Usikkerhed.....	12
12	Rapportering	12
13	Modifikationer	13
14	Referencer	13

1 Indledning

Historik for metodebladet:

Udgave	Årstal (evt. måned)	Væsentlige ændringer siden sidste version
1. udgave	2003	Første udgave
2. udgave	2003	-
3. udgave	2007	-
4. udgave	2020	Afsnit om B-værdier er fjernet. Analysemetoden for C ₁₄ -C ₄₀ er opdateret. Der er tilføjet en metode til bestemmelse af vegetabilsk og mineralsk olie.
5. udgave	2021	Diverse præciseringer vedr. håndtering af skylresultat er indført.
6. udgave	2023	Der er indført præciseringer: Analyseresultater angives som totalmængde. Der skal altid skylles – også ved in-stack målinger. Kogning skal undgås ved inddampning af skyllevæske (for at undgå tab af aerosoler) Analyse af esterolier om mineralsk olie kan udføres i samme prøve, idet inddampningsresten fra esterolieanalysen genopløses i toluen før den analyseres for mineralsk olie.

Metodebladet referer til EN 13284-1 /2/ og ISO 16200-1 /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 redegøres der i detaljer for systemets opbygning. Det følgende er en sammenfatning af notatet:

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.

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 /3/ 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.

MEL-14: 06-2023

Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas

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 /4/ 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. Modifikationer i forhold til standarden i metodebladet bør implementeres i det omfang, de giver mening i relation til den alternative reference. Hvis laboratoriet ikke er akkrediteret til parameteren, må laboratoriet vente, til standarden udkommer, før laboratoriet kan opnå en akkreditering. Metodebladet og den teknisk færdige standard kan dog bruges til at forberede akkrediteringsprocessen. Så snart, der foreligger en prEN eller en ISO/DIS-version af en standard, kan der søges akkreditering til den.

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 inklusiv 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 / Supplementer / Eksempler:

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 /5/.

3 Anvendelsesområde

Mineralske olier og esterolier (vegetabiliske og animalske olier) anvendes bl.a. som køle/smøremiddel i metalindustrien, hvor olien kan forekomme som en emulsion af olie og vand samtidig med, at olien indeholder diverse tilsætningsstoffer (additiver).

I det følgende vil der ikke blive skelnet mellem vegetabiliske og animalske olier, idet de alle er omfattet af begrebet esterolier. Esterolier er forestrede langkædede fedtsyrer, og i princippet kan de være ens uanset om fedtsyrerne kommer fra en vegetabilisk eller animalsk kilde. Der er dog altid forskelle, men forskellene har ikke relation til miljømæssige forhold.

Der er sket en stigende anvendelse af syntetiske olier på råoliebasis, primært fordi de kan fremstilles til at tilgodese særlige krav til funktionalitet. Disse olier er fremstillet enten ud fra højraffineret og hydrokrakket olie eller ved polymerisering af decen (C_{10} -alken). Analysemæssigt er de at sammenligne med traditionel mineralsk olie, hvorfor der ikke skelnes mellem disse i dette metodeblad.

Dette metodeblad beskriver måling af emissioner af mineralske olier og esterolier 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.

- Prøvetagningsmetoden er med få modifikationer identisk med målemetoden til partikelmålinger, EN-13284-1 /2/, som også er beskrevet i metodebladet MEL-02 /9/.
 - Det understreges at der skal skylles ved både out-stack og in-stack prøvetagning, selvom MEL-02 tillader at skylning undlades ved in-stack prøvetagning.
- Analysemetoden for mineralsk olie er udviklet af Eurofins med udgangspunkt i principperne i ISO 16200-1 /1/.
- Analysemetoden for esterolier er med få modifikationer identisk med målemetoden til partikelmålinger, EN-13284-1 /2/, som også er beskrevet i metodebladet MEL-02 /9/.

3.1 Baggrund

Der findes B-værdier og emissionsgrænseværdier for mineralske og vegetabiliske olieaerosoler. For dokumentation af overholdelse af disse er der udviklet prøvetagnings- og analysemetoder, som beskrives i dette metodeblad.

3.2 Måleområde

For mineralsk olietåge er måleområdet $0,1-50 \text{ mg/m}^3(n,t)$ ved et prøvevolumen på 1 m^3 (kan dog også afhænge af prøvetagnings- og analysebetingelserne). Måleområdet kan ændres ved at ændre på prøvetagningstiden.

For esterolier er måleområdet ca. $0,15 - 50 \text{ mg/m}^3(n,t)$ for planfiltre og ca. $0,5 - 700 \text{ mg/m}^3(n,t)$ for dybdefiltre ved et prøvevolumen på 1 m^3 (kan dog også afhænge af prøvetagnings- og analysebetingelserne). Måleområdet kan ændres ved at ændre på prøvetagningstiden.

3.3 Begrænsninger

Mineralsk olie:

MEL-14: 06-2023

Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas

Andre organiske stoffer i det pågældende kogepunktinterval kan give anledning til positiv interferens, idet en FID-detektor ikke kan skelne disse fra mineraloliekomponenter (fx. vegetabiliske olier). Disse kan normalt frasepareres ved at oprense ekstraktet på en aluminiumsoxid kolonne i henhold til DS 209 /8/.

Esterolier:

Alle stoffer som ikke er esterolier og som opsamles på filteret, giver anledning til positiv interferens.

4 Princip

4.1 Prøvetagning

Prøvetagning udføres som beskrevet for støvmålinger i MEL-02 /9/:

En delgasstrøm udsuges isokinetisk gennem et konditioneret og forvejet filter. For mineralsk olie er konditionering og forvejning ikke nødvendig. For esterolier skal filteret konditioneres ved lavere temperatur end angivet i MEL-02 /9/ Filteret kan placeres i kanalen eller uden for efter behov. Ved risiko for kondensation skal prøvetagningssystemet (filter og sonde) under målingen være opvarmet til 20°C over kanaltemperaturen.

Efter hver måleserie skylles den del af sonden, der er placeret før gassen når filteret, med toluen^{Modifikation 1}. Skyllevæsken opsamles, mærkes og analyseres.

Modifikation 1

Støvstandarden /2/ foreskriver skylning med vand efterfulgt af acetone. Af hensyn til den efterfølgende analyse benyttes toluen som skyllevæske i stedet.

Gasprøven udsuges isokinetisk 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.

4.2 Analyse af mineralsk olie

Filter og skyllevæske behandles hver for sig.

Filteret ekstraheres med toluen med intern standard, og ekstraktet herfra analyseres ved gaskromatografi med flammeionisationsdetektor (GC-FID).

Skyllevæsken fortyndes med toluen med intern standard og analyseres ved gaskromatografi med flammeionisationsdetektor (GC-FID).

Mineralolien bestemmes som summen af samtlige komponenter imellem n-C₁₄ og n-C₄₀ på filter og i skyllevæske. Kalibrering sker i forhold til standarder indeholdende n-hexadecan (n-C₁₆) og med n-C₁₄ som intern standard.

MEL-14: 06-2023

Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas

4.3 Analyse af esterolier

Filter:

Foretages ved differensvejning af filteret som beskrevet i MEL-02 /9/, idet konditioneringen af filteret er modificeret til en lavere temperatur af hensyn til risikoen for tab af olier ved høj konditioneringstemperatur. Se afsnit 7.2.2.

4.4 Analyse af mineralsk olie og esterolier i samme prøve

Ønskes analyse af begge olietyper kan esterolier analyseres først og dernæst mineralsk olie. Den inddampede skyllevæske skal dermed genopløses i toluen før prøven analyseres for mineralsk olie.

5 Udstyr

5.1 Prøveudtagning

Der henvises til MEL-02 /9/.

5.2 Analyse, mineralsk olie

- Gaschromatograf forsynet med flammeionisationsdetektor (GC-FID).
- Kapillarkolonne – fx af typen RTX-5, HP-5 eller lignende
- GC-vials til samme.
- Toluen, HPLC kvalitet
- Intern standard: n-C₁₄ og n-C₄₀ i forholdet 1:1.
- Desorptionsvæske: Toluen indeholdende ca. 50 mg/L intern standard. Bemærk at n-C₄₀ er sværtopløselig i toluen (brug ultralyd) og desorptionsvæsken bør opbevares ved stuetemperatur for at forhindre udfældning.
- Natriumsulfat, vandfri – analysekvalitet
- Kalibreringsstandard – stamopløsning af n-C₁₆ i desorptionsvæske.

5.3 Analyse, esterolier

Der henvises til MEL-02 /9/.

6 Fremgangsmåde, planlægning og prøvetagning

6.1 Planlægning

Prøvetagningen skal planlægges i henhold til DS/EN 15259 /10/ og MEL-22 /5/, med henblik på at sikre at målingen bliver repræsentativ.

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 /3/. Der kan i øvrigt være forhold i processen, som berettiger til kortere eller længere prøvetagningstider.

6.2 Rensning af udstyr inden måling

Dyse, filterholder og sonde skylles med toluen og tørres inden måling.

6.3 Samling af prøvetagningsudstyret og lækagekontrol

Der henvises til MEL-02 /9/.

6.4 Måling

Der henvises til MEL-02 /9/.

Anvend generelt uopvarmet udstyr til prøvetagningen, således, at fordampning af olie undgås. Hvis der måles i røggas, anbefales opvarmning af sonde og filter til røggastemperaturen. Hvis der er risiko for, at filteret stopper pga. udkondenseret vand, kan filter og sonde opvarmes til ca. 20°C over kanaltemperaturen.

6.5 Skylning af udstyret efter måling eller en måleserie

Skylning kan udføres efter hver enkeltprøve eller efter endt måleserie.

Umiddelbart efter at det eksponerede filter er taget ud af filterholderen:

- Den tomme filterholder monteres på sonde og dyse.
- Dyse, filterholder og sonde skylles med toluen.
- Skyllvæsken opsamles i en ren beholder af glas.
- Resterende skyllvæske fordampes, ved at der blæses ren luft igennem dyse, filterholder og sonde.

Af sikkerhedsmæssige grunde udføres skylningen under ventilerede forhold eller i det fri.

6.6 Feltblind, olieprøver og transport til laboratoriet.

Der udtages en feltblindprøve, idet filteret monteres i udstyret, uden at der suges gas igennem. Herefter skylles udstyret som beskrevet i 6.5, og skyllvæsken sendes til analyse sammen med filteret. Det hele mærkes entydigt som feltblindprøve.

Mineralsk olie:

Så vidt muligt udtages der en prøve af den i produktionen anvendte olie / olieemulsion, som mærkes entydigt og medsendes til laboratoriet. Den anvendes ikke til kalibrering, men kan være nyttig, hvis der på et senere tidspunkt opstår usikkerhed om olietypen.

Esterolier:

Der udtages ikke en olieprøve.

Prøverne opbevares ved max. 25°C og transporteres til laboratoriet så hurtigt som muligt.

6.7 Prøveopbevaring

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

7 Fremgangsmåde, analyse

7.1 Analyse, prøveforberedelse

Filter og skyllvæske behandles hver for sig. Feltblindprøve behandles på samme måde som de eksponerede prøver.

MEL-14: 06-2023

Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas

7.1.1 Mineralsk olie

Skyllevæsker:

1. Volumen af skyllevæsken måles.
2. Der overføres en kendt mængde skyllevæske til fx. et dramglas.
3. Derefter tilsættes lige så meget desorptionsvæske.
4. Glasset rystes mekanisk i 30 min og henstår til næste dag.
5. Ekstraktet injiceres direkte på gaskromatografi med flammeionisationsdetektor (GC-FID).

Filter:

1. Filteret overføres til et dramglas og tilsættes 5 ml desorptionsvæske.
2. Glasset rystes mekanisk i 30 min og henstår til næste dag.
3. Ekstraktet injiceres direkte på gaskromatografi med flammeionisationsdetektor (GC-FID). Om nødvendigt kan ekstraktet filtreres igennem et inert papirfilter.
4. Ved måleresultater over øvre måleområde fortyndes prøven med desorptionsvæsken.

Resultater angives som totalmængde i prøven.

7.1.2 Esterolier

Ingen prøveforberedelse.

7.2 Analyse

7.2.1 Mineralsk olie

7.2.1.1 Kalibrering

Der kalibreres i forhold til n-hexadecan (n-C₁₆). Der fremstilles en stamopløsning ved afvejning af n-hexadecan (n-C₁₆) i en målekolbe, og opfyldes med desorptionsvæske. Kvaliteten af n-hexadecan skal kunne dokumenteres og proceduren for fremstilling af stamopløsningen skal være kendt og beskrevet.

Fra stamopløsningen laves tre standarder indeholdende filter og tre standarder uden filter. Standarderne fremstilles ved at fortynde stamopløsningen med desorptionsvæske.

De fremstillede standarder behandles på samme måde som prøverne med rystning og henstand.

Som kvalitetskontrol anvendes en kulbrinteblending (kommercielle CRM-opløsninger med forskellige alkan-sammensætninger er let tilgængelige). Denne fortyndes med desorptionsvæsken til det ønskede niveau. Kontrol laves både med og uden filter lige som standarderne.

7.2.1.2 Analyse

Standardrække, kontrol, laboratorieblind, feltblind og prøver analyseres i nævnte rækkefølge.

Eksempel på kromatografiske betingelser er vist nedenfor:

Kolonne:	Fused silica, 0,2 mm id, 25 meter, 0,5µm
Kolonnetemperatur:	40°C i 2 min - derefter 10°C/min til 300°C - 300°C i 5 min
Injektør	Splitless, 280°C, 1 µl
Detektor	FID, 300°C

MEL-14: 06-2023

Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas

Bæregas	Hydrogen, 2 ml/min
Makeup gas	Nitrogen, 30 ml/min

Indholdet af mineralsk olie bestemmes ved addition af samtlige peaks imellem n-C₁₄ og n-C₄₀, og kvantificering i forhold til n-hexadecan (n-C₁₆) for både skyllevæske og filter.

Der korrigeres for intern standard.

Der korrigeres for laboratorieblindprøven.

7.2.2 Esterolier

Før eksponering:

Filteret konditioneres (før vejning) i en eksikator eller i fugtstyrede omgivelser ved 22°C (±2°C) i et døgn^{Modifikation 2}.

Efter eksponering:

Filteret konditioneres (før vejning) i en eksikator eller i fugtstyrede omgivelser ved 22°C (±2°C) i et døgn^{Modifikation 2}. Filteret vejes og tilvæksten beregnes. Herved bestemmes den totale mængde af opsamlet materiale, som konservativt antages at være olie.

Skylløvæsken (toluen) inddampes forsigtigt ved lav temperatur, til al toluen (og evt. vand) er fordampet. Inddampningstemperaturen holdes et stykke under kogepunkterne for toluen (110°C) og vand (100°C) for at undgå kogning med risiko for tab af aerosoler. Det resterende materiale konditioneres i en eksikator eller i fugtstyrede omgivelser ved 22°C (±2°C) i et døgn og vejes. Vægten af materialet benyttes som resultat for skyllevæskens indhold af esterolier.

Modifikation 2

Standarden /2/ kræver at filter og skyllevæske efter eksponering tørres eller inddampes ved høj temperatur (fx 160°C). Pga. risikoen for tab af olie, skal konditionering af filteret og inddampningen af skyllevæske ske ved lav temperatur. Pga. den lave temperatur kan konditionering ske i en eksikator eller i fugtstyrede omgivelser.

8 Beregning

Der henvises til MEL-02 /9/, med følgende kommentar:

Mineralsk olie: Analyseresultatet af mineralsk olie i mg benyttes i beregningerne i stedet for analyseresultatet for partikler i mg.

Esterolier: Vejetallet benyttes som i MEL-02.

Analyseresultatet (mineralsk olie) henholdsvis vejetallet (esterolier) er summen af filterresultatet og skylleresultatet. Når skylleresultatet repræsenterer flere målinger i en serie, fordeles skylleresultatet for serien på de enkelte målinger. Skylleresultatet anvendes på samme måde som beskrevet i MEL-02, dvs. uden brug af detektionsgrænse for skylleresultatet og usikkerheden på skylleresultatet indgår ikke i den samlede usikkerhed på en olieaerosolbestemmelse.

Der korrigeres ikke for feltblind.

MEL-14: 06-2023

Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas

9 Kvalitetssikring

9.1 Prøvetagning

Der henvises til MEL-02 /9/.

9.2 Analyse, mineralsk olie

- Der anvendes intern standard for at sikre korrektion for afdampning eller injektions-volumen
- Laboratorieblindprøver medtages for at kontrollere evt. kontaminering under oplagring eller analyse.
- Der udføres dobbeltbestemmelse – dvs. alle ekstrakter 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.

9.2.1 Metodens sporbarhed skal kunne dokumenteres.

- Laboratoriet bør regelmæssigt deltage i præstationsprøvninger omfattende bestemmelse af alifatiske kulbrinter ved gaskromatografi – evt. i andre matricer.

9.3 Analyse, esterolier

Der henvises til MEL-02 /9/.

10 Sikkerhed i arbejdet

Toluen er et opløsningsmiddel, der er både sundhedsskadeligt (mærkningskode Xn) og brandfarligt (mærkningskode F). Sikkerhedsbriller og engangshandsker skal benyttes. Laboratoriarbejde med toluen med risiko for spredning til omgivelserne bør ske i et stinkskab. Skylning og rensning af udstyret i felten bør foregå udendørs, eller i et velventileret lokale - der kan evt. suppleres med anvendelse af en kulfiltermaske.

11 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 /7/ eller GUM /6/ for beregning af målingens usikkerhed¹.

Det vurderes, at der ved at følge metodebladets anvisninger bør kunne opnås en samlet usikkerhed ($k=2$), der er mindre end $\pm 20\%$ relativt for begge olietyper (dog eksklusive usikkerheden på inddampningsresten).

12 Rapportering

Rapporten udformes som beskrevet i ISO 17025 /4/, EN 15259 /10/ og i afsnit om rapportering i MEL-22 /5/.

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

¹ Usikkerheden på skyllerresultatet indgår ikke i den samlede usikkerhedsberegning.

MEL-14: 06-2023**Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas**

Den målte koncentration af mineralsk olie eller esterolier rapporteres i enheden mg/m³(n,t), hvilket betyder mg olietåge pr. m³ tør gas ved 0°C og 101,3 kPa.

Anvendelsen af DS 209 /8/ til at oprense ekstraktet skal kommenteres i analyserapporten fra laboratoriet (fra separation af polære forbindelser). Se afsnit 3.3.

Feltblindværdi skal angives i rapporten.

13 Modifikationer

Dette metodeblad er udarbejdet med udgangspunkt i EN 13284-1 /2/ og ISO 16200-1 /1/. Der er foretaget modifikationer på følgende punkter:

nr.	Modifikation	Afsnit i dette metodeblad
1	Standarden /2/ foreskriver skylning med vand efterfulgt af acetone. Af hensyn til den efterfølgende analyse benyttes toluen som skyllevæske i stedet.	4.1
2	Standarden /2/ kræver at filter og skyllevæske efter eksponering tørres eller indampes ved høj temperatur (fx 160°C). Pga. risikoen for tab af olie skal konditionering af filteret ske i en eksikkator og inddampningen af skyllevæske skal ske ved lav temperatur og konditionering i en eksikkator.	7.2.2

14 Referencer

- /1/ ISO 16200-1:2001. Workplace air quality – Sampling and analysis of volatile organic compounds by solvent desorption/gas chromatography – Part 1: Pumped sampling method.
- /2/ DS/EN 13284-1-2017: Emissioner fra stationære kilder – Bestemmelse af massekoncentration af støv i små mængder – Del 1: Manuel gravimetrisk metode. Dansk Standard 2017-11-13.
- /3/ Miljøstyrelsens vejledning nr. 2, 2001: Luftvejledningen. Begrænsning af luftforurening fra virksomheder.
- /4/ DS/EN ISO/IEC 17025: Generelle krav til prøvetagnings- og kalibreringslaboratoriets kompetence.
- /5/ Miljøstyrelsens anbefalede metoder, metodeblad MEL-22 Kvalitet i emissionsmålinger (www.ref-lab.dk).
- /6/ DS/ISO/CEN: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). 2000.
- /7/ ISO/DIS 14.956: Air Quality - Evaluation of the suitability of a measurement method by comparison with a stated measurement uncertainty, 1998.
- /8/ DS/R 209 Vandundersøgelse: Bestemmelse af mineralolie. Infrarødspektrofotometrisk metode, 1980.

MEL-14: 06-2023**Bestemmelse af koncentrationer af mineralsk olie og esterolier - olieaerosoler i strømmende gas**

- /9/ Miljøstyrelsens anbefalede metoder, metodeblad MEL-02: Bestemmelse af koncentrationen af totalt partikulært materiale i strømmende gas (www.ref-lab.dk).
- /10/ 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.