

DIN EN ISO 25140



Diese Norm ist Bestandteil des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5
ICS 13.040.40 Einsprüche bis 2008-11-01

Entwurf

**Emissionen aus stationären Quellen –
Automatisches Verfahren zur Bestimmung der Methan-Konzentration
mit dem Flammenionisationsdetektor (FID) (ISO/DIS 25140:2008);
Deutsche Fassung prEN ISO 25140:2008**

Stationary source emissions –
Automatic method for the determination of the methane concentration using flame
ionisation detection (FID) (ISO/DIS 25140:2008);
German version prEN ISO 25140:2008

Émissions des sources fixes –
Méthode automatique pour la détermination de la concentration en méthane par détection
à ionisation de flamme (FID) (ISO/DIS 25140:2008);
Version allemande prEN ISO 25140:2008

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2008-09-01 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an info@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL,
40002 Düsseldorf, Postfach 10 11 39 (Hausanschrift: Robert-Stolz-Str. 5, 40470 Düsseldorf).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 35 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL

Nationales Vorwort

Der europäische Norm-Entwurf prEN ISO 25140:2008 wurde vom Unterkomitee SC 1 „Emissionen aus stationären Quellen“ des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet. An der Erstellung dieser Norm waren deutsche Experten des Fachbereichs IV „Umweltmesstechnik“ der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss – beteiligt.

Das Ausgabedatum des europäischen Norm-Entwurfs stand zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses DIN-EN-ISO--Entwurfs noch nicht fest; der prEN ISO wird jedoch vom CMC unter der angegebenen prEN-Nummer demnächst zur CEN-Umfrage verteilt. Um der deutschen Öffentlichkeit eine möglichst lange Einspruchsfrist einzuräumen, wurde dieser Norm-Entwurf bereits vorab veröffentlicht.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

VDI 2466 Blatt 1 (Entwurf), *Messen gasförmiger Emissionen — Messen von Methan — Manuelles gaschromatographisches Verfahren*

VDI 2466 Blatt 2 (Entwurf), *Messen gasförmiger Emissionen — Messen von Methan — Automatisches Verfahren — Flammenionisationsdetektor (FID)*

Emissionen aus stationären Quellen — Automatisches Verfahren zur Bestimmung der Methan-Konzentration mit dem Flammenionisationsdetektor (FID) (ISO/DIS 25140:2008)

Émissions de sources fixes — Méthode automatique pour la détermination de la concentration en méthane par détection à ionisation de flamme (FID) (ISO/DIS 25140:2008)

Stationary source emissions — Automatic method for the determination of the methane concentration using flame ionisation detection (FID) (ISO/DIS 25140:2008)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen.....	3
3 Begriffe	4
4 Symbole und Abkürzungen	7
5 Grundsätze	8
6 Leistungskriterien und Bestimmung der Leistungskenngrößen.....	11
7 Durchführung der Messung.....	14
8 Verfahren zur Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle.....	16
9 Dokumentation.....	20
Anhang A (normativ) Betriebsgase	21
Anhang B (normativ) Bestimmung der Leistungskenngrößen eines FID, die bei der laufenden Qualitätskontrolle (QS/QK-Verfahren) anzuwenden sind	23
Anhang C (informativ) Sicherheitsmaßnahmen	29
Anhang D (informativ) Ergebnisse von Vergleichsmessungen	30
Literaturhinweise	33

Vorwort

Der Text von ISO/DIS 25140 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 25140:2008 durch das Technische Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 25140 wurde vom CEN als prEN ISO 25140:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Methan (CH_4) ist ein klimarelevantes Gas („Treibhausgas“) und trägt direkt zum atmosphärischen Treibhauseffekt bei. Die Emissionen von Methan stammen aus natürlichen und anthropogenen Quellen. Wesentliche Quellen sind zum Beispiel die Tierhaltung, der Reisanbau, die Gewinnung und der Transport von Erdgas und Deponien. Weitere wichtige Quellen, die zur Emission von Methan beitragen, sind zum Beispiel Kompostierungsanlagen, die Nutzung von Biogas und Erdgas und Biomassefeuerungen. Diese Norm legt ein Messverfahren zur Bestimmung von Methanemissionen aus stationären Quellen fest.

1 Anwendungsbereich

Die vorliegende Internationale Norm legt das Prinzip, die wesentlichen Leistungskriterien und Verfahren zur Qualitätssicherung/Qualitätskontrolle (QS/QK) für ein automatisches Verfahren zur Messung von Methan (CH_4) mit Flammenionisationsdetektion (FID) im Abgas von stationären Quellen fest. Sie ist anwendbar auf die Messung von Methan in trockenen oder feuchten Abgasen. Das Verfahren ermöglicht sowohl die kontinuierliche Überwachung mit fest installierten Messeinrichtungen als auch diskontinuierliche Messungen von Methanemissionen.

ANMERKUNG Andere gleichwertige instrumentelle Verfahren können angewendet werden, vorausgesetzt, die in dieser Internationalen Norm festgelegten Leistungskriterien werden eingehalten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

Das vorliegende Dokument enthält keine normativen Verweisungen (das ist am Ende der DIS-Stufe erneut zu überprüfen und der Abschnitt ist gegebenenfalls zu löschen).

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

automatische Messeinrichtung

AMS

Messeinrichtung, die mit der zu untersuchenden Luft in Wechselwirkung steht und im unbeaufsichtigten Betrieb ein Messsignal liefert, das proportional zur physikalischen Einheit der Messgröße ist

[ISO 9169:2006, 2.1.2]

ANMERKUNG 1 Die zu untersuchende Luft umfasst z. B. Umgebungsluft und Emissionen.

ANMERKUNG 2 Im Sinne dieses Dokumentes ist eine AMS eine Einrichtung, die an einen Abgaskanal zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Messung und Aufzeichnung der Massenkonzentrationen von Methan, das durch den Abgaskanal strömt, angebracht werden kann

3.2

Messgerät

analytisches Bauteil in einer extraktiven oder In-situ-AMS

[ISO 12039:2001, 3.3]

3.3

Messgröße

spezielle Größe, die Gegenstand einer Messung ist

[ISO 9169:2006, 2.1.11]

ANMERKUNG Im Bereich der Luftbeschaffenheit ist die Messgröße z. B. die Massenkonzentration von Methan in Luft.

3.4

Massenkonzentration

Konzentration einer Substanz in einem emittierten Abgas, angegeben als Masse je Volumen

[ISO 12039:2001, 3.10]

ANMERKUNG Die Massenkonzentration wird oft in Milligramm je Kubikmeter (mg/m^3) angegeben.

3.5

unabhängiger Anzeigewert

Anzeigewert, der durch den zeitlichen Abstand zwischen zwei einzelnen Anzeigewerten von mindestens der vierfachen Einstellzeit nicht durch einen vorherigen einzelnen Anzeigewert beeinflusst wird

3.6

einzelner Anzeigewert

Anzeigewert, der über einen Zeitraum gemittelt wird, der gleich der Einstellzeit der AMS ist

3.7

Störkomponente

Bestandteil der zu untersuchenden Luftprobe, mit Ausnahme der Messgröße, der das Messsignal beeinflusst

[ISO 9169:2006, 2.1.12]

3.8

Justierung

(automatische Messeinrichtung) Tätigkeit, die eine automatische Messeinrichtung in einen gebrauchstauglichen Betriebszustand versetzt

[ISO 9169:2006, 2.1.5]

ANMERKUNG Eine Justierung kann automatisch, halbautomatisch oder manuell erfolgen.

3.9

Kalibrierung

Verfahren zur Ermittlung des statistischen Zusammenhangs zwischen den Werten der Messgröße, die von der automatischen Messeinrichtung (AMS) angezeigt werden, und den zugehörigen Werten, die mit einem unabhängigen Messverfahren zeitgleich am selben Messpunkt ermittelt wurden

3.10

Störeinfluss

negativer oder positiver Einfluss auf das Messsignal der Messeinrichtung durch eine Komponente in der Probe, die nicht die Messgröße ist

3.11

Nullgas

Gas oder Gasgemisch, das in einem gegebenen Konzentrationsbereich zur Feststellung des Nullpunktes einer Kalibrierkurve verwendet wird

[ISO 12039:2001, 3.4.2]

3.12

Spangas

Gas oder Gasgemisch, das zur Justierung und Überprüfung eines festgelegten Punktes auf einer Kalibrierkurve verwendet wird

3.13

Referenzgas

Gas von bekannter, zuverlässiger und stabiler Zusammensetzung, das zur Überprüfung des Messsignals einer AMS und zur Kalibrierung der AMS verwendet werden darf

3.14

Nullpunkt

festgelegter Wert der Ausgangsgröße (Messsignal) der AMS, der bei Abwesenheit der Messkomponente den Nulldurchgang der Kalibrierlinie repräsentiert

3.15

Referenzpunkt

zum Zwecke der Kalibrierung, Justierung usw. verwendeter Wert der Ausgangsgröße (Messsignal) der AMS, der einen durch Referenzmaterial erzeugten richtigen Messwert repräsentiert

ANMERKUNG Diese Konzentration wird oft in der Umgebung von 80 % vom oberen Grenzwert des Messbereichs oder in der Umgebung des Grenzwertes der Emission gewählt.

3.16

Leistungskenngröße

eine der Größen, die der Ausrüstung zur Festlegung ihres Leistungsverhaltens zugeordnet wird

ANMERKUNG Leistungskenngrößen werden z. B. durch Werte, zulässige Abweichungen oder Bereiche beschrieben.

3.17

Einstellzeit

Zeitspanne zwischen dem Moment, wenn eine festgelegte abrupte Änderung ausgelöst wird, und dem Moment, wenn das Messsignal seinen endgültigen stabilen Wert innerhalb festgelegter Grenzen um diesen Wert erreicht und beibehält, wobei die Zeitspanne beim Signalanstieg als Summe von Totzeit und Anstiegszeit und beim Signalabfall als Summe von Totzeit und Abfallzeit berechnet wird

[ISO 9169:2006, 2.2.4]

3.18

Totzeit

vereinbarungsgemäß diejenige Zeitspanne, die das Messsignal bei Anwendung einer Stufenfunktion benötigt, um 10 % von der Gesamtänderung des Messsignals zu erreichen, wobei die Stufenfunktion dadurch realisiert wird, dass sich die automatische Messeinrichtung zunächst im Grundzustand befindet und dann ein Referenzmaterial aufgegeben wird

[ISO 9169:2006, 2.2.2]

3.19

Anstiegszeit

vereinbarungsgemäß diejenige Zeitspanne, die das Messsignal für den Übergang von 10 % nach 90 % von der Gesamtänderung des Messsignals benötigt, wenn ein Referenzmaterial plötzlich auf eine automatische Messeinrichtung aufgegeben wird, die sich anfänglich im Grundzustand befindet

[ISO 9169:2006, 2.2.3]

ANMERKUNG Bei Messgeräten, bei denen bei der Annäherung an den endgültigen Messsignalwert Oszillationen auftreten, ist der 90-%-Wert der Gesamtänderung des Messsignals erreicht, wenn die Oszillationen kleiner als 10 % der Gesamtänderung des Messsignals werden.

3.20

Abfallzeit

vereinbarungsgemäß diejenige Zeitspanne, die das Messsignal für den Übergang von 90 % nach 10 % des ursprünglichen, durch ein Referenzmaterial, das auf die automatische Messeinrichtung aufgegeben wird, erzeugten Messsignals benötigt, wenn die Aufgabe dieses Referenzmaterials plötzlich beendet wird und die automatische Messeinrichtung so in den Grundzustand zurückkehrt

[ISO 9169:2006, 2.2.1]

ANMERKUNG Bei Messgeräten, bei denen bei der Annäherung an den endgültigen Messsignalwert Oszillationen auftreten, ist der 10-%-Wert der Gesamtänderung des Messsignals erreicht, wenn die Oszillationen in der Umgebung des endgültigen Messsignalwertes kleiner als 10 % des ursprünglichen Messsignals werden.

3.21

Linearität

maximale Abweichung zwischen einer geradlinigen Kalibrierkurve und dem wahren Wert der Messgröße, die in der Praxis als größter Lack-of-fit innerhalb des Messbereiches ermittelt wird

[ISO 9169:2006, 2.1.20]

3.22

Lack-of-fit

systematische Abweichung innerhalb des Anwendungsbereiches der Messeinrichtung zwischen dem anerkannten Wert eines Referenzmaterials, das auf die Messeinrichtung aufgegeben wird, und dem entsprechenden Messergebnis, das von der Messeinrichtung geliefert wird

[ISO 9169:2006, 2.2.9]

3.23

Verweilzeit

Zeitdauer, in der das entnommene Gas vom Eingang der Sonde bis zum Eingang der Messzelle transportiert wird

3.24

Dauer des unbeaufsichtigten Betriebs

Wartungsintervall

maximale Zeitspanne, in der die Werte der Leistungskenngrößen innerhalb eines vorgegebenen Bereiches bleiben, ohne dass es einer externen Wartung bedarf, beispielsweise Nachfüllung oder Justierung

[ISO 9169:2006, 2.2.11]

ANMERKUNG Die Dauer des unbeaufsichtigten Betriebs wird oft als Wartungsintervall bezeichnet.

3.25

Messunsicherheit

dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden könnte

[ISO 20988:2007, 3.1]

3.26

Standardunsicherheit

als Standardabweichung ausgedrückte Unsicherheit des Ergebnisses einer Messung

[ISO 20988:2007, 3.2]

4 Symbole und Abkürzungen

AMS	automatische Messeinrichtung
c_i	Konzentration des Prüfgases bei dem Niveau i
$c_{m,s}$	Massenkonzentration von Methan unter Normbedingungen hinsichtlich Temperatur und Druck
$c_{m,s,o}$	Massenkonzentration von Methan unter Referenzbedingungen bezogen auf Sauerstoff
$c_{m,s,r}$	Massenkonzentration von Methan unter Referenzbedingungen bezogen auf Wasserdampf (trockenes Gas)
c_v	Volumenkonzentration von Methan unter Betriebsbedingungen
CH ₄	Methan
CO	Kohlenmonoxid
CO ₂	Kohlendioxid
e_i	Residuum (Lack-of-fit) bei dem Niveau i
FID	Flammenionisationsdetektor
h	gemessener Volumengehalt an Wasserdampf im Abgas
H ₂ O	Wasser
m_{H_2O}	Masse des Wasserdampfes
M_r	Molmasse von Methan (16 g/mol)
n	Anzahl der Messungen
n_{pos}	Anzahl der Störkomponenten mit einem positiven Einfluss auf das Messsignal
n_{neg}	Anzahl der Störkomponenten mit einem negativen Einfluss auf das Messsignal
NO	Stickstoffmonoxid

o_m	gemessener Volumengehalt an Sauerstoff im Abgas
o_{ref}	Bezugsvolumengehalt an Sauerstoff
O_2	Sauerstoff
QS/QK	Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle
s_r	Wiederholstandardabweichung
S_{pos}	Summe der positiven Störeinflüsse
S_{neg}	Summe der negativen Störeinflüsse
V_0	Volumen des entnommenen trockenen Gases
x_i	i -ter Messwert
$x_{i, pos}$	positive Abweichung in Einheiten der Messgröße (Massenkonzentration), bedingt durch eine Störkomponente mit einem positiven Einfluss auf das Messsignal
$x_{i, neg}$	negative Abweichung in Einheiten der Messgröße (Massenkonzentration), bedingt durch eine Störkomponente mit einem negativen Einfluss auf das Messsignal
$\bar{x}_i$	Mittelwert der Messwerte bei dem Niveau i
$\bar{x}$	Mittelwert der Messwerte x_i
ρ_{H_2O}	Dichte von Wasserdampf, $\rho_{H_2O} = \frac{18 \text{ g/mol}}{22,4 \text{ l/mol}} = 0,8 \text{ g/l} = 0,8 \text{ kg/m}^3$

5 Grundsätze

5.1 Messverfahren

5.1.1 Messgerät

Die in diesem Dokument beschriebene extraktive Analyseneinrichtung besteht aus zwei Elementen, dem Flammenionisationsdetektor (FID) und der zugehörigen Probenahmeeinrichtung.

Die Messung mittels FID beruht auf der Ionisation organisch gebundener Kohlenstoffatome in einer Wasserstoffflamme. Der durch den FID gemessene Ionisationsstrom hängt von der Anzahl der aufgespaltenen Kohlenstoff-Wasserstoff-Bindungen der in der Brenngasflamme verbrennenden organischen Verbindungen, der Form der Bindung (gerade Kette oder verzweigte Kette) und der Bindungspartner ab.

ANMERKUNG 1 Der Messbereich wird vom Hersteller festgelegt.

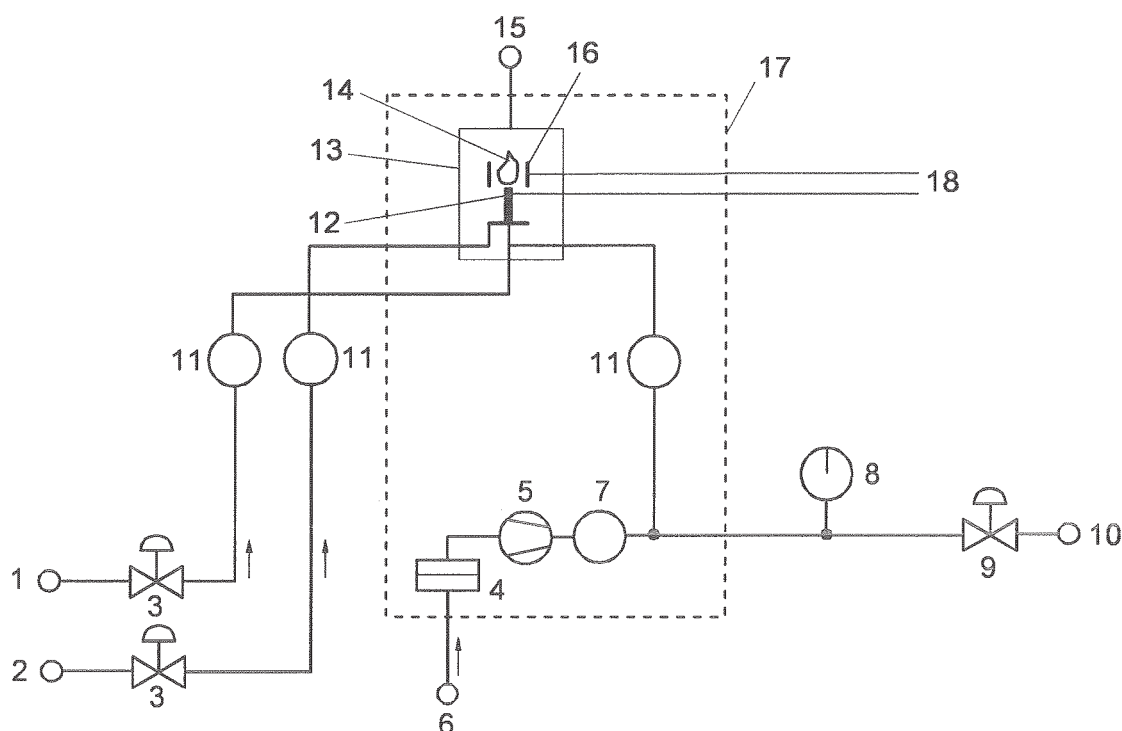
Der wichtigste Vorteil des FID ist, dass er stark auf Verbindungen anspricht, die organisch gebundenen Kohlenstoff enthalten, und weniger auf andere anorganische Abgasbestandteile, wie z. B. CO, CO₂, NO oder H₂O.

Um nur Methan zu bestimmen, ist der FID mit einem katalytischen Konverter ausgestattet, der sämtliche organischen Verbindungen im Proben gas, außer Methan, oxidiert. Es ist darauf zu achten, dass eine Vergiftung oder Kontaminierung des Konverters durch schwefel-, stickstoff- oder chlorhaltige Verbindungen vermieden wird. Zur Vermeidung von Memory-Effekten (Signalversatz aufgrund einer Kontamination des Leitungssystems im Messgerät) und Ansprechverzögerungen im System sollte sich der katalytische Konverter in der Nähe des FID befinden und beheizt werden.

ANMERKUNG 2 Der katalytische Konverter besteht üblicherweise aus einem beheizbaren Rohr aus nichtrostendem Stahl, das mit katalytischem Material befüllt ist.

ANMERKUNG 3 Verschiedene Hersteller produzieren spezielle „Methan-FID“-Messgeräte mit einem integrierten Konverter.

In Bild 1 ist ein Beispiel für das FID-Messprinzip dargestellt.



Legende

- | | |
|-------------------|-------------------------|
| 1 Brenngas | 10 Bypass |
| 2 Brennluft | 11 Durchflussmessgeräte |
| 3 Druckregler | 12 Düse |
| 4 Feinstaubfilter | 13 Brennkammer |
| 5 Pumpe | 14 Flamme |
| 6 Proben gas | 15 Gasausgang |
| 7 Konverter | 16 Elektrode |
| 8 Druckmessgerät | 17 beheiztes Gehäuse |
| 9 Rückdruckregler | 18 Gleichspannung |

Bild 1 — Schematische Darstellung des FID-Messprinzips (Beispiel)