



**KIINTEÄSTI ASENETTUJEN MITTALAITTEIDEN  
LAADUNVARMISTUSSTANDARDI, QUALITY ASSURANCE  
OF AUTOMATED MEASURING SYSTEMS, QA OF AMS  
( EN 14181) JA SEN KANSALLINEN TULKINTA/Yhteinen  
menettelytapa**

Kirjoittajat Pellikka, T., Puustinen, H.

Luottamuksellisuus julkinen



## Alkusanat

Tässä hankkeessa laadittiin yhteinen menettelytapa eurooppalaisen päästömittausten laadunvarmistusstandardin, EN 14181, tulkintaa varten Suomessa. Hankkeen rahoittajina toimivat ympäristöministeriö, Energiateollisuus ry, Metsäteollisuus ry sekä VTT. Johtoryhmään kuuluivat Markku Hietämäki, YM, Miia Wallén, Energiateollisuus ry, Fredrik Blomfelt, Metsäteollisuus ry, Riikka Silmu, UPM-Kymmene ja kesäkuusta 2007 lähtien hänen tilallaan Suvi Nieminen, UPM-Kymmene, Tor Bergman, PVO Kristiinan laitos, Arja Valli, Fortum Power and Heat ja Anna Häyrinen, Helsingin Energia.

Hanke toteutettiin kartoittamalla keväällä 2007 tehtyjen taustaselvitysten avulla niitä tärkeimpiä kohtia standardissa EN 14181, jotka aiheuttavat tulkintaepäselvyyksiä mittaajien, toiminnanharjoittajien, viranomaisten ja mittalaittevalmistajien kesken. Näiden pohjalta laadittiin tämä dokumentti, jossa kuvataan kansallisia yhtenäisiä menettelytapoja standardin tulkitsemiseksi.

Projekti tehtiin VTT:llä ja siitä vastasivat erikoistutkija Tuula Pellikka ja tutkimusinsinööri Harri Puustinen.

Projektiryhmä haluaa kiittää kaikkia taustaselvitykseen osallistuneita osapuolia innokkaasta osallistumisesta ja avoimesta keskustelusta!

# Sisällysluettelo

1	Johdanto	4
2	Tavoite	6
3	Vastuut ja roolit AMS:n laadunvarmistuksessa	7
4	Laitoksen kiinteästi asennettujen mittalaitteiden (AMS) laadunvarmistus	8
4.1	Mittausmenetelmän soveltuvuus käyttökohteeseen (QAL1)	8
4.2	Kiinteästi asennetun mittalaitteen kalibrointi ja validointi referenssimenetelmän avulla (QAL2)	8
4.2.1	QAL2-testien taajuus	9
4.2.2	Toiminnalliset kokeet (Functional tests)	9
4.2.3	Kalibrointi	11
4.2.3.1	Mahdollisuus säätää prosessia	12
4.2.3.2	Kalibrointialueen laajentaminen	13
4.2.3.3	Pienet pitoisuudet	13
4.2.3.4	Tasaiset pitoisuudet (ns.klusteritapaus)	14
4.2.4	Vaihtelevuustestit (Variability tests)	15
4.2.5	Vaatimukset vertailumittajalle ja referenssimenetelmälle	17
4.2.6	Apusuureiden (O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O, lämpötila ja paine) tarkastelutavat	18
4.2.7	Merkittävän muutoksen määrittely	18
4.2.7.1	Muutos prosessissa	18
4.2.7.2	Muutos mittalaitteessa	19
4.2.8	QAL2- ja AST- tarkastelun soveltaminen muille kuin LCP- tai WI-asetuksen alaisille laitoksille	19
4.2.9	Muuta	20
4.3	Käytönaikainen laadunvarmistus (QAL3)	21
4.3.1	Menetelmä	21
4.3.2	Automaattisten kalibrointien salliminen	22
4.3.3	Sallitun keskihajonnan määrittäminen (s <sub>AMS</sub> )	22
4.4	Vuosittainen valvonta (AST)	22
5	Raportin sisältö (QAL2 ja AST)	23
6	Toiminnanharjoittajan dokumentointi	24
7	Standardien status	24
8	Haastatellut osapuolet	25
9	Lähdeviitteet	26
10	Liitteet	27

# 1 Johdanto

EU:n yhteisölaainsäädännössä on valmistunut viime vuosina direktiivit suurille polttolaitoksille (large combustion plants, LCP, 2001/80/EC) sekä jätteenpoltolle 2000/76/EC. Nämä direktiivit aiheuttavat muutoksia suomalaisiin päästömittauskäytäntöihin, kuten päästömittauksiin ja niiden laadunvarmistukseen sekä päästörajoihin. Direktiivit on otettu käyttöön Suomessa valtioneuvoston asetuksina N:o 362/2003 (jätteenpolto) sekä N:o 1017/2002 (LCP-asetus).

Yhteistä molemmille edellä mainituille asetuksille on se, että niissä esitetään *vaatimuksia päästöjen jatkuvatoimiselle mittaukselle ja mittausten laadunvarmistukselle*. Ensimmäisenä nämä uudet mittausvelvoitteet astuivat voimaan 27.11.2004 alkaen yli 100 MW:n voimalaitoksilla, joissa vaaditaan jatkuvatoimisia mittauksia (tiettyjä poikkeuksia lukuun ottamatta) rikkidioksidi-, typenoksidi- ja hiukkaspitoisuudelle.

EU:n jäsenmaiden tulee tehdä päästöinventaarioita IPPC-direktiivin mukaisista laitoksista ja raportoida ne EU:n komissiolle. Maiden ilmoittamat tiedot kootaan julkiseen EPER-rekisteriin (European Pollutant Emissions Register). EPER-rekisteri sisältää noin 20 000 eurooppalaisen suuren teollisuuslaitoksen päästötietoja noin 50 aineen päästöistä ilmaan ja veteen. Ensimmäinen raportointi tehtiin vuonna 2003. Seuraava raportointi oli vuonna 2006, ja sen jälkeen raportointi tehdään vuodesta 2007 alkaen vuosittain, ja EPER muuttuu Euroopan PRTR-rekisteriksi (E-PRTR, European Pollutant Release and Transfer Register). Raportoinnin myötä tietojen luotettavuus ja vertailukelpoisuus korostuvat entisestään.

Päästömittausten epävarmuuden toteamiseksi on valmistunut kesällä 2004 standardi ”Kiinteästi asennettujen mittalaitteiden laadunvarmistus”, Quality assurance of automated measuring systems, EN14181, joka on otettu Suomessa käyttöön elokuussa 2004 SFS-standardina SFS-EN 14181.

Standardissa esitetään laaduntarkkailun tavat:

- Ø miten vertailumittauksin osoitetaan laitoksen päästömittalaitteiden toimivan direktiivin/asetusten esittämien vaatimusten mukaisesti sekä
- Ø kuinka mittausten laatu varmistetaan myös vertailumittausten välillä.

Laadunvarmistus on standardissa jaettu neljään osaan:

- Ø QAL 1: Quality check of the measuring procedure = mittausmenetelmän soveltuvuus käyttökohteeseen (EN-ISO14956)
- Ø QAL 2: Quality assurance of installation = kiinteästi asennetun mittalaitteen (automated measuring system, AMS) kalibrointi ja validointi referenssimenetelmän (standard reference method, SRM) avulla
- Ø QAL 3: Ongoing quality assurance during operation = käytönaikainen laadunvarmistus
- Ø Lisäksi vuosittainen valvonta eli Annual Surveillance Test, AST

Toukokuussa 2006 järjestettiin Pariisissa eurooppalaisen standardisointijärjestön, CEN, kokoonkutsumana seminaari (*CEN Workshop on the use of EN 14181 22.-23.5.2006*), jossa eri jäsenmaat kertoivat käyttökokemuksistaan standardin EN 14181 suhteen. Suurimmat ongelmat kaikissa kokouksessa mukana olleilla jäsenmailla olivat QAL2-testauksessa ja erityisesti siinä, miten kalibroitimittaukset tehdään, silloin, kun pitoisuudet ovat alhaisia. Pitoisuuksia ei useinkaan voida modifioida tai sitten viranomaiset eivät anna lupaa niiden modifiointiin. Referenssimittausten laatu herätti paljon keskustelua, sillä se vaikuttaa niihin mittaustuloksiin, joita verrataan ympäristöluvan raja-arvoihin.

Käytön aikaisen laadunvarmistuksen (QAL3) kokemukset tuntuivat olevan vielä vähäisiä Euroopassa.

Yhteenvedona seminaarista voidaan sanoa, että kentällä tuntuu olevan vielä paljon epäselvyyksiä standardin suhteen kaikkialla Euroopassa. Standardin soveltamisesta on eniten kokemusta Saksassa, Tanskassa ja UK:ssa. Kaikilla on ollut samanlaisia ongelmia tulkintojen suhteen ja osa maista kokee löytäneensä itselleen sopivan tulkinnan, jolla ne ratkaistaan. Osa taas kokee (mm. Ranska), että koko standardin periaatteita on muutettava, jotta ratkaisu löytyisi. Työryhmä päätyi ehdottamaan TC264:lle, että standardin tulkintaa varten laaditaan ohjeistus, joka julkaistaan teknisen raportin muodossa (TR). Kyseinen TR- dokumentti on vielä valmisteluvaiheessa ja siitä on ilmestynyt syksyllä 2007 ensimmäinen luonnos.

Suomessa järjestettiin syksyllä 2005 ensimmäisenä maana Euroopassa *kansalliset vertailumittaukset, joissa testattiin yhdeksän päästömittaustalaitteiden toimintaa SFS-EN 14181-standardin toimivuutta*. Mittaukset järjestettiin Kymin Voima Oy:n Kuusankosken, biomassaa polttoaineenaan käyttävässä, voimalaitoksessa. Mittausten kohteena olivat voimalaitoksen leijupetikattilan savukaasut.

Vertailumittaukset jakautuivat kahteen osaan:

1. vertailumittauksiin päästömittaajien kesken sekä
2. vertailumittauksiin mittaajien ja laitoksen kiinteästi asennettujen päästömittalaitteiden välillä standardin SFS-EN14181 QAL2-laskennan mukaisesti

Vertailumittausten tarkoituksena oli selvittää päästömittausten laadullinen taso sekä mittaustulosten perusteella tehtyjen QAL 2-laskentojen taso. QAL 2-laskennoilla validoidaan LCP-laitosten kiinteiden päästömittalaitteiden laatu valtioneuvoston LCP-asetuksen N:o 1017/2002 vaatimusten mukaisesti.

Tulokset osoittivat, että savukaasujen mittaustulokset eroavat toisistaan joissakin tapauksissa merkittävästi. Lisäksi standardin SFS-EN 14181 soveltamisessa usealla laboratoriolla on puutteita ja laboratoriodien määrittelemät laitoksen kiinteiden mittalaitteiden (AMS) kalibroidut mittausravot ovat virheellisiä. Tämä johtaa mm. siihen, että toiminnanharjoittajan viranomaisille ilmoittamat pitoisuustiedot ja niiden vertailu päästöarvoihin voivat olla merkittävästi virheellisiä.

Standardin käyttökokemuksia on Suomessa, kuten myös muualla Euroopassa, alkanut kertyä viimeisen parin vuoden aikana ja nämä kokemukset ovat olleet vaihtelevia. Standardin selkeänä tavoitteena on osoittaa mittalaitteiden laadukas

toiminta, mutta useat kohdat standardissa ovat tulkinnanvaraisia, jolloin standardista saatava hyöty jää puutteelliseksi ja tulokset eivät ole vertailukelpoisia.

Kansainvälisen seminaarin sekä useiden kansallisella tasolla käytyjen keskustelujen ja edellä mainittujen vertailumittausten pohjalta ehdotettiin, että *Suomessa laaditaan oma kansallinen yhteinen menettelytapa standardin SFS- EN 14181-tulkinnosta.*

On tärkeää, että tämä implementointidokumentti on tehty yhteistyössä eri toimijoiden (viranomaiset, teollisuus, mittaajat, mittalaitevalmistajat, akkreditointi-viranomaiset) kesken. Näin eri osapuolten näkemykset on saatu esille ja menettelytavasta tulee mahdollisimman kattava ja ymmärrettävä ja näin voidaan varmistautua siitä, että Suomessa on käytössä harmonisoitu ja yhtenäinen tapa laatustandardin soveltamiseen kaikkien osapuolten kesken.

## 2 Tavoite

Hankkeessa keskityttiin standardin tulkinnanvaraisiin kohtiin, jotka vaativat yhteisesti sovitut toimintatavat kansallisella tasolla.

Projektin ohjausryhmä on sopinut keskenään ohjeistukseen kirjattavat seikat. Ohjeistuksessa on huomioitu myös EU-tasolla valmisteilla olevan Technical Reportin näkemyksiä. Kyseinen ohjeistus valmistunee vuonna 2008. Hanke toteutettiin seuraavasti:

1. Taustaselvitykset keväällä 2007 (viranomaiset, toiminnanharjoittajat, mittalaitevalmistajat, päästömittauslaboratoriot)
2. Selvityksen yhteenveto
3. Yhteisen kansallisen menettelytavan laatiminen
4. Julkaisuseminaari syksyllä 2007

Yhteinen menettelytapa pohjautuu niihin kansallisiin tarpeisiin, joita Suomessa standardin SFS-EN 14181 soveltamisessa eniten tarvitaan. Tämä menettelytapa keskittyy pääasiassa tulkinnanvaraisiin standardin SFS-EN 14181 laadunvarmistustoimiin eikä siten pyri korvaamaan tätä standardia. Raportissa esitetyt tulkinnat ovat suosituksia eivätkä sinällään sitovia.

Kansalliset tulkinnat on joko kursivoitu tai pyritty jollain muulla tavalla korostamaan tekstissä.

### 3 Vastuut ja roolit AMS:n laadunvarmistuksessa

*Toiminnanharjoittajalla on kokonaisvastuu siitä, että heidän päästömittalaitteensa toimivat laadukkaasti ja tämä voidaan myös osoittaa viranomaisille.*

Muut roolit ja tehtävät mittalaittevalmistajan, mittaajan, toiminnanharjoittajan ja viranomaisten välillä on esitetty Taulukossa 1.

**Taulukko 1. SFS- EN 14181-mukaiset roolit ja tehtävät kiinteästi asennetun mittalaitteen laadunvarmistuksessa.**

<i>Organisaatio</i>	<i>Rooli / Tehtävä</i>
Mittalaittevalmistaja	<ul style="list-style-type: none"> <li>Ø Mittalaitteen asianmukainen asennus mittauspaikalle</li> <li>Ø Yhteistyö toiminnanharjoittajan kanssa ennen vertailumittauksia, tarvittaessa myös niiden aikana</li> <li>Ø Tarvittaessa toiminnallisten testien suoritus (joko kokonaan tai osittain)</li> </ul>
Päästömittauslaboratorio	<ul style="list-style-type: none"> <li>Ø Akkreditoitujen mittausmenetelmien ylläpito vertailumittauksia varten</li> <li>Ø Vertailumittauksen tekeminen QAL2- ja AST-testeissä</li> <li>Ø Toiminnalliset testit (QAL2 ja AST), joko:               <ul style="list-style-type: none"> <li>- toiminnallisten testien suoritus tai</li> <li>- muiden osapuolten tekemien toiminnallisten testien raporttien auditointi</li> </ul> </li> </ul>
Toiminnanharjoittaja	<ul style="list-style-type: none"> <li>Ø QAL2, QAL3 ja AST-raporttien toimittaminen viranomaisille</li> <li>Ø QAL3- tarkastelun toteuttaminen</li> </ul>
Viranomainen	<ul style="list-style-type: none"> <li>Ø Toiminnanharjoittajan esittämän päästöjen seurannan ja raportointiohjelman hyväksyminen, ohjelmatoimien toteuttamisen valvonta laitoksella sekä raporttien tarkastus ja mahdollisiin toimenpiteisiin ryhtyminen</li> </ul>

## 4 Laitoksen kiinteästi asennettujen mittalaitteiden (AMS) laadunvarmistus

### 4.1 Mittausmenetelmän soveltuvuus käyttökohteeseen (QAL1)

Laitokselle valittavan mittalaitteen on sovellettava mittauskohteeseen ja sen kokonaisepävarmuuden (total expanded uncertainty) on oltava pienempi kuin viranomaisten esittämissä vaatimuksissa (esimerkiksi jätteenpoltto- tai LCP-direktiiveissä esitetyt vaatimukset). Kokonaisepävarmuus määritetään yksittäisten epävarmuuskomponenttien avulla joko EN-ISO14956 -standardin tai uuden EN 15267-3 standardin mukaisesti. (Standardi EN 15267-3 julkistettaneen keväällä 2008).

QAL 1- vaatimusten toteutumisen osoittaminen kuuluu laitevalmistajan tehtäviin ja usein tämä osoitetaan tyyppihyväksyntätestien (esim. MCERTS tai TÜV) avulla. *Kyseessä on toiminnanharjoittajan etu, jolla taataan, että he saavat tarpeisiinsa soveltuvan mittalaitteen. Mikäli kyseessä on ns. olemassa oleva (vanha) mittalaite, joka läpäisee QAL2-testit sekä QAL3-tarkastelun, ei sille tarvitse tehdä QAL1-tarkastelua.*

Mittalaitteen sijainnin valinnassa ja mittaustason valmistelussa on huomioitava asianmukaisten standardien asettamat vaatimukset. (Esimerkiksi EN 15259-standardissa on kuvattu muun muassa mittaustaikoiille sekä mittausten suunnittelulle asetettavia vaatimuksia). AMS-mittalaite tulee sijoittaa siten, että mittaustulokset ovat edustavia. Lisäksi asennuksessa on huomioitava:

- Ø Helppo ja turvallinen kulkureitti mittalaitteen luo
- Ø Mittalaitteen huollon ympäröivälle tilalle asettamat vaatimukset
- Ø Vertailumittauksen asettamat vaatimukset mittaustaikalle (erityisesti hiukkasmittauksen ollessa kyseessä)

Mittalaitteen asentaminen on pääsääntöisesti laitevalmistajan vastuulla, mutta toiminnanharjoittajan tulee osoittaa mittalaitteelle sellainen sijoituspaikka ja mittaustaso, että asennuksella on edellytykset täyttää yllä olevat vaatimukset. On suositeltavaa, että toiminnanharjoittaja ja laitevalmistaja käyvät yhdessä läpi valitusta mittaustekniikasta johtuvat erityisvaatimukset hyvissä ajoin ennen asennusta. On myös huomioitava, että QAL1-osiossa korostetaan työsuojelullisia asioita, joiden toteuttaminen on toiminnanharjoittajan vastuulla ja joihin päästämittaustulosten on otettava kantaa raportissaan ja todettava, täyttäväkö mittaustaikka myös työsuojelun asettamat vaatimukset.

### 4.2 Kiinteästi asennetun mittalaitteen kalibrointi ja validointi referenssimenetelmän avulla (QAL2)

Tähän osioon kuuluvat:

- Ø Kiinteästi asennetun mittalaitteen toiminnan tarkastus (functional test) (kpl 4.2.2)



- Ø Vertailumittausten avulla tapahtuva mittalaitteen kalibrointifunktion määrittäminen (kpl 4.2.3)
- Ø Mittalaitteen testaus asetuksen vaatimusten suhteen (variability) (kpl 4.2.4)

#### 4.2.1 QAL2-testien taajuus

QAL 2-vertailumittaukset pitää tehdä:

- Ø Vähintään viiden vuoden välein tai useammin, jos määräykset tai viranomaiset niin vaativat, esimerkiksi:
  - jätteenpolttolaitokset (WI): kolmen vuoden välein.
  - suuret voimalaitokset (LCP): viiden vuoden välein
- Ø Aina, kun laitoksen toiminnassa tapahtuu merkittäviä muutoksia, esimerkiksi polttoaineen vaihto, uuden puhdistinlaitteen asennus jne. ( kpl 4.2.7.1)
- Ø Aina, kun mittalaitetta korjataan siten, että sillä on merkittävä vaikutus mitattuihin tuloksiin (kpl 4.2.7.2)

Vertailumittausten tulokset on raportoitava kuuden kuukauden sisällä mittauksista. Ennen uuden kalibrointifunktion valmistumista käytetään edellisiin vertailumittauksiin pohjautuvaa kalibrointifunktiota (mikäli sellainen on aiemmin tehty). QAL2-testit on tehtävä mahdollisimman pian laitteen asentamisen jälkeen.

Referenssimittauksen yhteet on asennettava niin lähelle AMS-yhteitä kuin se on mahdollista ilman, että mittauksiin syntyy häiriöitä.

*Toiminnanharjoittajan vastuulla on tiedottaa eri osapuolia (mittalaittevalmistajat, viranomaiset) riittävän aikaisin ennen mittauksia, jotta ne voivat varautua tapahtumaan. (Ennen mittauksia voi olla tarvetta tehdä esimerkiksi laitteen perusteellinen huolto tai tarkentaa viranomaisten toimesta mittausohjelmaa). Yhteistyön merkitys eri osapuolten välillä ennen vertailumittauksia on näin ollen erityisen tärkeää!*

#### 4.2.2 Toiminnalliset kokeet (Functional tests)

Ennen vertailumittauksia tehdään mittalaitteen toiminnan tarkastus (ns. functional test), jossa käydään läpi muun muassa seuraavat taulukossa 2 esitetyt seikat.

*Mittalaitteelle on suositeltavaa tehdä valmistajan ohjeiden mukaiset vuosihuollot ennen QAL2- ja AST-testejä.*

**Taulukko 2. Kiinteästi asennetun mittalaitteen toiminnalliset testit (QAL 2 ja AST).**

Toiminta	QAL 2		AST	
	Ekstraktiivinen AMS	Ei-Ekstraktiivinen AMS	Ekstraktiivinen AMS	Ei-Ekstraktiivinen AMS
Mittalaitteen puhtaus ja suuntaus		X		X
Näytteenkäsittely	X		X	
Dokumentointi	X	X	X	X
Huollettavuus	X	X	X	X
Tiiveystestit	X		X	
Nolla- ja kalibrointipisteen tarkistus	X	X	X	X
Lineaarisuus			X	X
Häiriövaikutukset			X	X
Nolla- ja kalibrointipisteen ryöminän audit			X	X
Vasteaika	X	X	X	X
Raportointi	X	X	X	X

Standardin mukaan toiminnallisten testien tekeminen kuuluu päästömittauslaboratoriolle. Useissa tapauksissa, muun muassa in-situ-mittalaitteiden ollessa kyseessä, mittalaittevalmistajalla on paras tietämys ja työkalut kyseisten testien tekemiseen. Toisaalta joissakin tilanteissa myös toiminnanharjoittajan oma mittauslaboratorio voi tehdä nämä testit.

*Lineaarisuustestien tekeminen kuivilla HCl- ja HF- kaasuseoksilla voi kestää kauan. Tällöin suositellaan, että testit tehdään kosteilla kaasuseoksilla. Häiriövaikutustestit analysaattorille tehdään niillä komponenteilla, mitkä on identifioitu QAL1-testeissä mittausta mahdollisesti häiritseviksi kaasuiksi. (Jos vanhalle mittalaitteelle ei ole tehty QAL1-testejä, voidaan tämä tieto pyytää suoraan laitevalmistajalta).*

*Päästömittauslaboratorio voi tehdä toiminnalliset testit ja kirjoittaa niistä raportin. Myös mittalaittevalmistaja tai toiminnanharjoittajan oma laboratorio voi tehdä kyseiset testit ja tällöin päästömittauslaboratorion vastuulla on lopullisten dokumenttien auditointi ja niiden kommentointi QAL2- ja AST-raportoinnin yhteydessä. Sille, kuinka aikaisessa vaiheessa toiminnalliset testit tehdään verrattuna QAL2- testien suorittamiseen, ei tässä oteta kantaa.*

### 4.2.3 Kalibrointi

Kiinteästi asennetun mittalaitteen kalibrointifunktion määrittäminen tehdään *vertailumittausten* avulla, joissa verrataan AMS:n (Automated Measuring Systems) näyttämää referenssimenetelmällä, SRM, (Standard Reference Method) saatuihin arvioihin. SRM on CEN-standardissa mainittu menetelmä (manuaalinen tai automaattinen), joka toimii mittausten referenssinä. Jos CEN-standardia ei ole käytettävissä, käytetään joko ISO-standardia tai omaa, kansallista standardia. *Myös muiden menetelmien käyttö on mahdollista, mikäli niiden toimivuus ja laatu on osoitettu (kts kpl 4.2.5).*

Vertailumittauksissa käytetään kiinteästi asennetun mittalaitteen raakadataa (esim. mA –muodossa), joka kerätään riippumattomalla tiedonkeruujärjestelmällä. Standardi EN14181 ei siis käsittele laitoksen omaa tiedonkeruuta/käsittelyä ja sen laadunvarmistusta. Tähän ollaan valmistelemaan CEN/TC264:n toimesta uutta standardia (Quality Assurance of AMS Data).

*Primääriviestin tiedonkeruu voidaan toteuttaa laitoksen oman tiedonkeruujärjestelmän avulla, sillä edellytyksellä, että laitoksen tiedonkeruun toiminta on varmennettu. Tällöin data voi olla mA-, mV-, ppm- tai mg/m<sup>3</sup>-muotoa.*

*AMS-signaali suositellaan muutettavaksi pitoisuudeksi (ppm, mg/m<sup>3</sup>). Kun kalibrointifunktio on määritetty pitoisuus-yksiköissä, on helpompi arvioida sitä, onko funktio realistinen, sillä tällöin korrelaatiotarkastelu AMS:n ja SRM:n välillä voidaan tehdä silmämääräisestäkin käyttämällä apuna esimerkiksi kulmakertoimen arvoa (kts kpl 4.2.3.4).*

Vertailumittaukset tehdään vähintään 15 mittauksen avulla, jotka jaetaan tasaisesti kolmelle päivälle. Yhden mittauksen kesto on vähintään 30 min tai vähintään 4 kertaa AMS:n vasteaika, näistä valitaan ajaltaan pidempi. Mittausten ei tarvitse olla peräkkäisinä päivinä, mutta ne on tehtävä neljän viikon aikana.

Jatkuvatoimisten hiukkasmittalaitteiden laadunvarmistusstandardissa (EN13284-2) esitetään poikkeus mittaparien lukumäärään. Jos kaikkien hiukkasmittaustulosten pitoisuudet ovat alle 30 % päästöraja-arvosta, voidaan mittaparien lukumäärää vähentää siten, että niitä kuitenkin on vähintään 5 kappaletta. Tällöin yhden mittauksen kesto on pidennettävä siten, että mittausten kokonaisaika säilyy ennallaan (esimerkiksi 5 kertaa 1 h 30 min = 7 h 30 min).

*Suomessa suositellaan, että myös niille kaasumaisille komponenteille, jotka mahdollisesti mitataan märkämääräisillä menetelmillä (HCl, HF ja SO<sub>2</sub>) sallitaan samanlainen mittausajan keston pidentäminen kuin hiukkasillekin.*

*Epäkelpojen tulosten (outlier) määrittämiseksi ei tällä hetkellä ole olemassa yhtenäistä menettelyä, joten testauslaboratorion on arvioitava tulosten kelpoisuus tapauskohtaisesti. Mittauksissa on suositeltavaa ottaa enemmän kuin 15 näytettä, jotta voidaan varmistua siitä, että mittauksissa saadaan tarpeellinen määrä valideja mittauksia. Tämä on tärkeää erityisesti hiukkasmittauksissa, joissa näytteiden kelpoisuus varmistuu vasta mittausten jälkeen laboratoriossa.*

Referenssimenetelmällä saadut arvot ilmoitetaan aina samassa tilassa kuin AMS:n korjaamattomat tulokset ilmoitetaan ja näiden arvojen avulla muodostetaan

kalibrointifunktio. Eli, jos esimerkiksi AMS mittaa HCl mg/m<sup>3</sup> kosteissa kaasuissa, SRM-tulokset ilmoitetaan samoissa olosuhteissa.

Referenssimittauksen (SRM) tuottama mittausdata muunnetaan vaadittuihin olosuhteisiin käyttäen hyväksi referenssimittauksen omia apusuureita. Näiden referenssiolotilaan laskettujen arvojen perusteella valitaan, mitä laskentatapaa kalibrointifunktiossa käytettävälle suureille  $\alpha$  ja  $\beta$  käytetään. Standardissa SFS-EN 14181 on esitetty kaksi tapaa riippuen siitä, kuinka suuri pitoisuusalue päästöraja-arvoon (emission limit value, ELV) verrattuna vertailumittauksissa saadaan katettua:

- a- vaihtoehto: pitoisuusalue suurempi kuin 15 % ELV:stä
- b- vaihtoehto: pitoisuusalue pienempi kuin 15 % ELV:stä.

*On huomattava, että standardissa mainitaan, että jos a-menetelmää käytettäessä saadaan kelvoton kalibrointifunktio, voidaan laskennassa soveltaa myös b-menetelmää, jossa kalibrointifunktion kulku nollan kautta varmistetaan!*

Vertailumittausten avulla määritetään AMS:lle *kalibrointifunktio*:

$$y_i = \alpha + \beta x_i \quad (1)$$

missä  $y_i$  = AMS:n kalibroitu pitoisuusarvo  
 $\alpha$  = kalibrointifunktion y-akselin leikkauspiste  
 $\beta$  = kulmakerroin  
 $x_i$  = AMS:llä mitattu pitoisuus

Kalibrointifunktion avulla lasketaan AMS:lle uudet kalibroidut arvot, jotka muunnetaan vaadittuihin olosuhteisiin (esim. 0 °C, 1013 mbar, 11 % O<sub>2</sub>) käyttäen AMS:n omaa mittausdataa (esim. lämpötila, kosteus ja happipitoisuus).

Kalibrointifunktio syötetään laitoksen järjestelmiin ja sen avulla lasketaan viranomaisille raportoitavat tulokset.

#### 4.2.3.1 Mahdollisuus säätää prosessia

Kalibrointifunktion pitää kattaa kaikki laitoksen normaaliin toimintaan liittyvät tilanteet, minkä vuoksi vertailumittausten aikana laitosta suositellaan ajettavaksi siten, että pitoisuudet vaihtelevat niin paljon kuin se käytännössä on mahdollista, kuitenkin normaalin toiminnan puitteissa. Tämä tarkoittaa esimerkiksi sitä, että pitoisuuksien kasvattamista varten ei asenneta viallisia tekstiilisuodattimia tai ohiteta suodattimia.

Jatkuvatoimisten *hiukkasmittalaitteiden* laadunvarmistusstandardissa (EN 13284-2) on esitetty poikkeus edellä mainitusta. Siinä mainitaan, että esimerkiksi puhdistinlaitteiden tehoja voidaan laskea tilapäisesti ja lyhytaikaisesti, jotta saadaan kasvatettua hiukkaspitoisuuksia. Tällaisia jaksoja ei tarvitse ottaa mukaan laskettaessa raja-arvoon verrattavaa pitoisuutta. *Mikäli tällaisiin toimenpiteisiin on tarvetta, niistä on sovittava etukäteen viranomaisten kanssa.*

Tässä on kuitenkin huomioitava, että hiukkasten ominaisuudet saattavat muuttua

tällaisen toimenpiteen johdosta, jolloin kalibrointifunktio voidaan joutua laskemaan toisen asteen yhtälön avulla ja vertailumittauksiin edellytetään tällöin ainakin:

- viisi mittausta laitoksen normaalissa pitoisuustasossa
- viisi mittausta ajettaessa laitosta ”ei-normaalissa” tilassa (hiukkaspitoisuudet korkeimmillaan)
- viisi mittausta näiden välissä olevassa pitoisuustasossa.

#### 4.2.3.2 Kalibrointialueen laajentaminen

Standardin SFS-EN 14181 mukaan kalibrointifunktio on voimassa alueella nolla – 1,1 x suurin kalibrointifunktion avulla määritetty arvo. Useissa tapauksissa kalibrointifunktiota olisi tarvetta laajentaa, sillä esimerkiksi CO-pitoisuudet saattavat vaihdella runsaasti prosessin vaihteluiden mukaan. *Tämän vuoksi Suomessa voidaan käyttää seuraavissa kappaleissa esitettyjä tapoja kalibrointialueen laajentamiseksi.*

Jos vertailumittauksissa saadaan *kaasumaisille komponenteille* katettua pitoisuusalue, joka on paljon pienempi kuin päästöraja-arvo, voidaan *kalibrointialuetta laajentaa referenssikaasuja käyttämällä lineaarisuustarkastelun perusteella, mikäli erot kalibrointifunktion ja lineaarisuusfunktion antamien arvojen välillä eivät ylitä asetuksissa mainittuja epävarmuuskriteereitä.* Näin todennetaan kalibrointifunktion toimivuus myös päästöraja-arvopitoisuudessa ja jopa sen yläpuolellakin. Tämän avulla laitoksen, jolla on tyypillisesti alhaiset pitoisuudet, ei tarvitse pienten ja hetkittäisten pitoisuuksien nousun takia tehdä heti uutta kalibrointifunktiota. (Muuten laitos, jolla on korkeat pitoisuustasot ja joka pystyy näin saamaan mittauksissa aikaan laajan kalibrointialueen, olisi ”paremmassa” asemassa tähän alhaisemmat päästöt omaavaan laitokseen nähden).

Referenssikaasut voidaan syöttää joko suoraan analysaattorille tai koko näytteenottolinjan läpi. Kaasut voidaan syöttää suoraan analysaattorille, jos on voitu todeta, että näytteenottolinjalla ei ole vaikutusta tutkittaviin pitoisuuksiin.

*Hiukkasille kalibrointifunktion pitoisuusaluetta voidaan laajentaa maksimissaan 100 % kalibroidusta maksimipitoisuudesta, kuitenkin korkeintaan 50 %:iin asti päästöraja-arvopitoisuudesta. Tällöin edellytyksenä on se, että hiukkasmittalaitteen lineaarisuus on voitu tarkistaa toiminnallisissa testeissä.*

*Toiminnanharjoittajan on suunniteltava QAL2/AST- mittausjakso sellaiselle ajanjaksolle, että pitoisuustasot kuvaavat laitoksen ”normaalialueen”, jolloin pitoisuudet ovat sillä tasolla, jolla ne ovat suurimman osan aikaa vuodesta.*

#### 4.2.3.3 Pienet pitoisuudet

Useassa tapauksessa päästömittaajat ovat raportoineet Suomessa niin alhaisista pitoisuuksista, että niiden mittaaminen on haasteellista. Tämän vuoksi on katsottu aiheelliseksi ottaa kansallisesti käyttöön ns. alhaisen pitoisuuden määritelmä.

Alhaisen pitoisuuden määritelmänä pidetään jätteenpolttolaitoksissa sitä, että pitoisuudet ovat alle asetuksissa ilmoitettujen epävarmuuskriteerien laitoksen normaaliajon aikana. Esimerkiksi hiukkasille sallittu epävarmuus on 30 % päästöraja-arvosta ( $10 \text{ mg/m}^3$ ), mistä alhaisen pitoisuuden määritelmäksi jätteenpolttolaitoksissa saadaan  $3 \text{ mg/m}^3$ . (Vastaavasti rikkidioksidille ja typen oksideille suurin sallittu epävarmuus on 20 % päästöraja-arvosta).

LCP- asetuksen alaisille voimalaitoksille alhaisen pitoisuuden määritelmänä pidetään seuraavia pitoisuuksia:

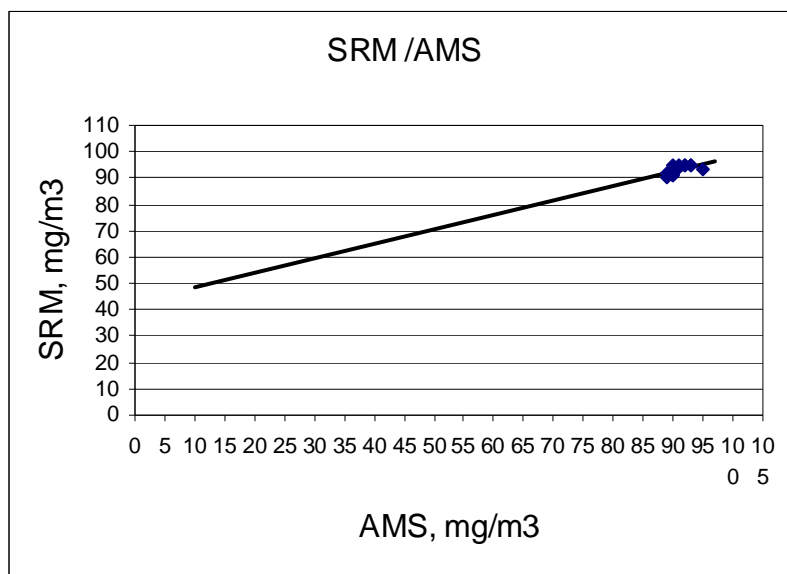
- hiukkaset alle  $10 \text{ mg/m}^3$
- $\text{SO}_2$  ja  $\text{NO}_x$  alle  $50 \text{ mg/m}^3$

Siinä tapauksessa, että mitatut pitoisuudet ovat pysyvästi alhaisia, ei kalibrointifunktiota tarvitse välttämättä määrittää. Tämä voidaan todeta ensimmäisten QAL2-mittausten aikana ja tämän jälkeen toiminnanharjoittajan on pystyttävä todistamaan viranomaisille, että päästöt ovat pysyvästi alhaisia. Jos pystytään todentamaan, että päästöt ovat pysyvästi alhaisia, voidaan viranomaisten kanssa sopia siitä, että riittää, kun laitteelle tehdään toiminnalliset testit vuosittain AST- ohjeiden mukaisesti. Laitteille tehdään myös käytönaikaista laadunvarmistusta QAL3:n mukaan.

Mikäli ensimmäisissä QAL2- mittauksissa saadaan aikaan realistinen kalibrointifunktio myös alhaisille pitoisuuksille, toiminnanharjoittaja voi halutessaan käyttää sitä. Tällöin QAL2-kalibrointifunktion kelpoisuutta tarkastellaan vuosittain normaalin AST- testien mukaan (toiminnalliset testit ja AST- vertailumittaukset).

#### 4.2.3.4 Tasaiset pitoisuudet (ns.klusteritapaus)

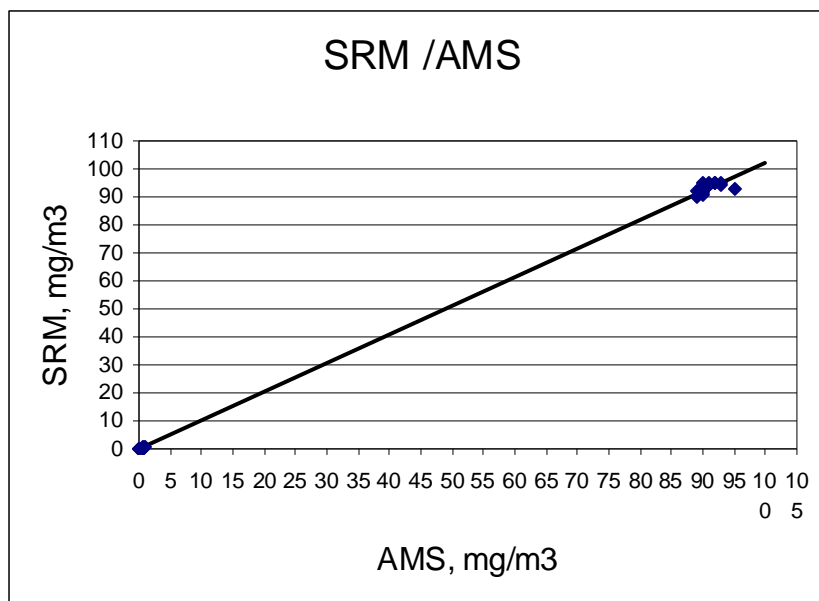
Mitatut pitoisuudet voivat joskus sijaita ns. klusterissa, jolloin pitoisuudet eivät juuri vaihtele. Kuvassa 1 on esimerkki tällaisesta mittaustilanteesta.



Kuva 1. Vertailumittaukset klusteritapauksessa

Usein tällaisesta mittaustuloksesta laaditut kalibrointifunktiot eivät ole käyttökelpoisia, sillä AMS:n vaste nollassa saattaa olla tällöin joko reilusti positiivinen tai vastaavasti negatiivinen.

*Tämän vuoksi suositellaan, että mittauksissa kalibrointifunktio ”sidotaan” nolnaan käyttämällä esimerkiksi toiminnallisissa testeissä testattua vastetta nollassa tai mittausten aikana nolloreferenssille saatua vastetta. Näitä mittapareja käytetään kalibrointifunktiota laskettaessa, jolloin kalibrointifunktiosta saadaan toimiva.*



Kuva 2. Sama mittaussarja kuin kuvassa 2, lisättyinä kolmella mittauksella lähellä nolaa.

*Kulmakertoimen R- arvon tulisi olla lähellä arvoa 1 kaasumaisille komponenteille ja y-akselin leikkauspisteen mahdollisimman lähellä nolaa. (Hiukkasmittaukselle suositeltavaa kulmakertoimen arvoa ei voida määritellä yksiselitteisesti etukäteen, sillä tulokseksi voidaan saada esimerkiksi toisen asteen funktio). Testauslaboratorion tulee joka tapauksessa arvioida kalibrointifunktion käyttökelpoisuus.*

#### 4.2.4 Vaihtelevuustestit (Variability tests)

Kalibrointifunktion avulla lasketut AMS:n arvot muutetaan referenssiolosuhteisiin ja niitä verrataan referenssiolosuhteisiin laskettuihin SRM-arvoihin. Referenssiolosuhteisiin laskettaessa tulokset muunnetaan siihen olotilaan, jossa päästöraja-arvo on ilmoitettu (esim. 0 °C, 1013 mbar, 11 % O<sub>2</sub>). Näin saatuja SRM- ja AMS- pitoisuusmittaparien arvojen keskihajontoja verrataan asetuksissa esitettyihin vaatimuksiin:

$$S_D < \sigma_0 k_v \quad (2)$$

missä  $S_D$  = mittaparien välinen keskihajonta  
 $\sigma_0$  = asetuksen vaatimus mittauksen epävarmuudelle, keskihajontana ilmaistuna  
 $k_v$  = testikerroin

Asetuksissa ilmoitettu vaatimus mittausepävarmuudelle muutetaan keskihajonnaksi,  $\sigma_0$ , seuraavan kaavan avulla:

$$\sigma_0 = p * ELV/1,96 \quad (3)$$

missä  $p$  = mittausten sallittu epävarmuus, %  
 ELV = päivittäinen päästöraja-arvo (emission limit value)

Standardissa on esitetty vain joitakin  $k_v$ -arvoja, minkä vuoksi Taulukossa 3 esitetään lisää  $k_v$ - arvoja.

**Taulukko 3.  $k_v$ -arvoja**  
 (lähde: Ranskan implementointiohje EN14181-standardille)

Vertailumittausten lukumäärä	$k_v$
5	0,9161
6	0,9329
7	0,9441
8	0,9521
9	0,9579
10	0,9623
11	0,9660
12	0,9692
13	0,9720
14	0,9745
15	0,9761
16	0,9777
17	0,9791
18	0,9803
19	0,9814
20	0,9824
30	0,9885

Laite ensin kalibroidaan vertailumittausten avulla ja sitten tutkitaan saman datajoukon avulla, täytyvätkö tulosten vaihtelulle asetetut ehdot. Standardi ei käsittele sitä, täytyvätkö asetuksessa asetetut ehdot pitoisuusrajojen suhteen vaan sitä täyttääkö mittalaite sen "laadulle" asetettavat vaatimukset.

*Jos vaihtelevuustestit eivät mene läpi käytettäessä AMS:n apusuureita, voidaan referenssimittauksen apusuureita käyttää laskennassa. Jos QAL 2 tällöin*



*läpäistään, täytyy laitoksen ensisijassa korjata apusuureiden mittaus. AMS:lle ei tarvitse tehdä uutta QAL2- testiä.*

Huom! Termille Variability test ei ole olemassa virallista suomenkielistä vastinetta ja tässä menettelytapaohjeessa Suomessa ehdotetaan käytettäväksi termiä ”vaihtelevuustesti” kuvaamaan tätä laskentaa.

#### 4.2.5 Vaatimukset vertailumittajalle ja referenssimenetelmälle

Standardin SFS- EN 14181 mukaan vertailumittauksia tekevän laboratorion täytyy olla akkreditoitu EN ISO/IEC 17025:n mukaisesti tai sillä täytyy olla viranomaisen hyväksyntä kyseisiin vertailumittauksiin. Mittajalla täytyy lisäksi olla riittävä kokemus referenssimenetelmien käytöstä.

Referenssimenetelmänä tulee ensisijaisesti käyttää EN-standardeja. EN-standardin puuttuessa on käytettävä kansainvälisiä tai kansallisia standardeja tai muuten hyväksytyjä menetelmiä.

Referenssimenetelmien suoritusarvoille (performance characteristics) esitetään minimivaatimukset niiden omissa standardeissa. Referenssistandardeja on tehty seuraaville komponenteille:

- Ø Hiukkaset: gravimetrinen määrittäminen, EN 13284-1
- Ø HCl: märkämäärittäminen menetelmä EN 1911/Osat 1-3
- Ø TOC: liekki-ionisaatioon perustuvat menetelmät EN 12619, EN13526
- Ø SO<sub>2</sub>: märkämäärittäminen menetelmä, analyysit joko Thorin-menetelmällä tai ionikromatografisesti, EN 14791
- Ø NO<sub>x</sub>: Kemiluminesenssimenetelmä, EN 14792
- Ø CO: Ei-dispersiinen infrapunamenetelmä, EN 15058
- Ø O<sub>2</sub>: Paramagneettinen menetelmä EN 14789
- Ø H<sub>2</sub>O: Absorptio ja kondensaatio, EN 14790

*Suomessa mittajalla on oltava akkreditointi kyseessä olevalle mittaamenetelmälle eli viranomais hyväksyntää ei Suomessa käytetä. Tämän lisäksi suositellaan, että mittajalla olisi akkreditointi QAL2- ja AST-laskennalle. Kun mittaja käyttää yllä mainittuja CEN - standardoituja menetelmiä referenssimittauksissa, hänen on osoitettava, että standardeissa esitetyt vaatimukset SRM:n mittausepävarmuudelle alittuvat.*

Epävarmuuksille asetetut vaatimukset komponenteittain ovat seuraavat:

- Ø NO<sub>x</sub>: < 10 % päivittäisestä raja-arvosta laskettuna (EN 14792)
- Ø CO: < 6 % päivittäisestä raja-arvosta laskettuna (EN 15058)
- Ø SO<sub>2</sub>: < 20 % päivittäisestä raja-arvosta laskettuna ((EN 14791)
- Ø O<sub>2</sub>: < 6 % (suht.) mitatusta pitoisuudesta laskettuna ((EN 14789)
- Ø H<sub>2</sub>O: < 20 % (suht.) mitatusta pitoisuudesta laskettuna (EN 14790)

*Standardi EN13284-1 ei määrittele kokonaisepävarmuutta hiukkaspitoisuusmittaukselle. Kokemusten mukaan kyseisen menetelmän epävarmuus on noin ± 2 mg/m<sup>3</sup>.*

On huomattava, että myös muita mittausmenetelmiä kuin yllä mainittuja EN-menetelmiä voidaan käyttää, mikäli niiden laatu voidaan osoittaa. CEN:in tuottamassa dokumentissa TS 14973 “Intralaboratory validation procedure for an alternative method compared to a reference method” kuvataan yksi tapa, millä tämä voidaan tehdä. Kyseinen menetelmä on kuitenkin todettu suhteellisen raskaaksi käyttää eikä siitä ole juurikaan käyttökokemuksia, ei Suomessa eikä muuallakaan Euroopassa. Jokaisella jäsenmaalla on lisäksi oikeus käyttää myös jotain muuta menetelmää kuin TS- menetelmää todentamaan toisen menetelmän kelpoisuus.

*Suomessa suositellaan, että jos mittaaaja käyttää jotain muuta menetelmää referenssimittauksissa kuin edellä mainittuja CEN- standardoituja menetelmiä, on tämän menetelmän oltava akkreditoitu kyseisen komponentin mittaamiseen ja sillä on samat kriteerit mittausepävarmuuden suhteen kuin yllä olevilla varsinaisilla CEN- standardeilla.*

#### 4.2.6 Apusuureiden (O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, lämpötila ja paine) tarkastelutavat

Apusuureille, kuten O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, paine ja lämpötila, ei ole asetettu direktiiveissä tai asetuksissa minkäänlaisia laatukriteereitä. Näiden parametrien avulla lasketaan kuitenkin AMS:n pitoisuustulokset referenssiolosuhteisiin vaihtelevuudesta varten. Lisäksi niiden avulla laskettuja pitoisuusarvoja verrataan raja-arvoihin ja lasketaan laitoksen päästöt. Apusuureiden mittaustuloksilla on siten keskeinen asema päästöjen mittaamisen laaduntarkkailussa.

*Suomessa suositellaan, että O<sub>2</sub> – ja H<sub>2</sub>O-mittaukselle tehdään vertailut samanaikaisesti muiden komponenttien kanssa ja testauslaboratorio tarkastelee tuloksia esimerkiksi graafisen tarkastelun avulla. Testauslaboratorio ottaa kantaa, ovatko tulokset laadukkaita ja ilmoittaa sen myös raportissaan.*

Haluttaessa voidaan happi- ja vesipitoisuudelle laskea myös kalibrintifunktiot ja käyttää niitä laskennassa.

Laitoksen on huolehdittava siitä, että lämpötila- ja painemittaukset ovat jäljitettävästi kalibroituja.

#### 4.2.7 Merkittävän muutoksen määritelmä

##### 4.2.7.1 Muutos prosessissa

Jos muutos polttoaineissa, poltto/puhdistustekniikoissa tai toimintamalleissa on sellainen, että siitä aiheutuu muutoksia lupa-arvoihin, muutosta pidetään merkittävänä ja tällöin laitteelle on tehtävä uudet QAL2-testit.

Merkittävä muutos polttoaineessa on kyseessä esimerkiksi seuraavissa tapauksissa:

- polttoaineen vaihdosta aiheutuu muutos päästötasoon
- polttoainetyyppi vaihtuu toiseen ( kiinteästä polttoaineesta kaasumaiseen jne)
- yhden polttoaineen käytöstä siirrytään monipolttoainekäyttöön

*Siinä tapauksessa, että toiminnanharjoittaja pystyy osoittamaan viranomaisille, että muutoksista huolimatta kalibroinnit pysyvät voimassa (mikä osoitetaan AST-vertailumittausten avulla), ei uutta QAL2- mittausta tarvita.*

Tämän lisäksi pätevät standardin EN14181 kappaleen 6.5 määritelmät siitä, milloin QAL2-testit pitää tehdä uudelleen:

- jos enemmän kuin 5 %:a kalibrointifunktion avulla lasketuista AMS-arvoista ylittää kalibrointifunktion alueen yli 5 viikon ajan kahden AST- testin välisenä aikana
- jos enemmän kuin 40 %:a kalibrointifunktion avulla lasketuista AMS- arvoista ylittää kalibrointialueen viikon aikana

*Edelliseen kappaleeseen tarkennuksena, että tarkkailtavia AMS- arvoja ovat jätteenpolttolaitoksella ½ h:n keskiarvot ja LCP-laitoksella 1 h:n keskiarvot eikä siis mitatut hetkelliset pitoisuudet.*

#### 4.2.7.2 Muutos mittalaitteessa

Standardissa ei ole tarkkaan eritelty sitä, mitä tarkoitetaan muutoksella mittalaitteessa. Tämän vuoksi esitetään Suomessa käytettäväksi seuraavia tulkintoja.

*Mittalaitteen korjaamisen jälkeen jatketaan käytönaikaisella laadunvarmistuksella (QAL3), jolloin toiminnanharjoittaja tarkkailee säännöllisin väliajoin nolla- ja kalibrointipisteen stabiilisuutta. Jos laite läpäisee QAL3-tarkastelun, ei tarvita QAL2/AST- testejä. Jos mittalaite menee epäkuuntoon ja käyttäjä vaihtaa korjauksen ajaksi tilalle identtisen laitteen, riittää kun varalaitteelle tehdään QAL3-tarkastelua. Toiminnanharjoittajan on sovittava viranomaisen kanssa siitä, kuinka pitkän ajan varalaitetta voidaan käyttää.*

*Jos AMS- mittalaite vaihdetaan samantyyppiseen mittalaitteeseen (kyseessä sama mittausperiaate, mutta eri malli tai eri valmistaja), täytyy QAL2-testit tehdä uudelleen.*

*Vaihdettaessa AMS toiseen identtiseen laitteeseen riittävät AST:n mukaiset toiminnalliset testit. Mikäli laite läpäisee nämä testit, jatketaan ilman QAL2-testejä, tehden kuitenkin QAL3-tarkkailua kuten aiemminkin.*

*Jos mittalaite vaihdetaan kokonaan toisella mittausperiaatteella toimivaan laitteeseen (esim. FID vaihdetaan FTIR- mittalaitteeksi), täytyy QAL2-testit tehdä uudelleen.*

*Jos mittalaite siirretään uuteen kohteeseen, täytyy QAL2-testit tehdä uudelleen.*

#### 4.2.8 QAL2- ja AST- tarkastelun soveltaminen muille kuin LCP- tai WI-asetuksen alaisille laitoksille

Suomessa on joissakin tapauksissa vaadittu EN 14181-standardissa esitetyn laadunvarmistusmenetelmän soveltamista joko osittain tai kokonaan myös muissa

kuin jätteenpolttoasetuksen 362/2003 tai suurten voimalaitosten asetuksen 1017/2001 alaisissa laitoksissa. Tyypillisiä kohteita ovat olleet selluteollisuuden meesauunien ja soodakattiloiden pelkistyneiden rikkiyhdisteiden (TRS) mittaukset.

TRS- mittaukset perustuvat usein kahden mittalaitteen avulla tehtävään mittaukseen: toinen mittalaite mittaa SO<sub>2</sub>-pitoisuuden ja toinen puolestaan rikkidioksidiksi hapetettujen TRS- yhdisteiden ja SO<sub>2</sub>:n kokonaispitoisuuden. TRS- pitoisuus saadaan laskennallisesti näiden kahden mittauksen erotuksena.

Taustahaastatteluissa kävi ilmi, että näitä mittauksia on tarkasteltu muun muassa seuraavilla tavoilla:

- kalibrointifunktio on tehty laskennalliselle TRS- tulokselle ( $TRS = (TRS + SO_2) - SO_2$ ) tai
- kalibrointifunktio on laskettu primääriviesteille eli TRS+SO<sub>2</sub>:n summalle sekä erikseen SO<sub>2</sub>:lle ja vaihtelevuudesta laskettu erotukselle, joka on TRS.

Vertailut ovat olleet haasteellisia johtuen siitä, että yleensä mitatut pitoisuudet ovat alhaisia. Usein TRS-pitoisuudelle ei ole välttämättä annettu päästöarvoa tai ainakaan epävarmuuskriteeriä ja mikäli näin on, ei vaihtelevuudesta voida laskea, vaan voidaan tehdä ainoastaan kalibrointifunktio. Kalibrointifunktion ”laadukkuus” voi kuitenkin olla usein kyseenalainen johtuen alhaisista pitoisuuksista.

*Tämän vuoksi QAL2-menettelyä ei suositella käytettäväksi TRS- mittauksien laadunvarmistuksessa. Tämän sijasta TRS- mittalaitteelle suositellaan tehtäväksi säännölliset kalibrointien tarkastukset (nolla/span) kerran kuukaudessa.*

#### 4.2.9 Muuta

Taustaselvityksessä ilmeni, että typen oksidien (NO<sub>x</sub>) määrittämisessä on tulkinnanvaraisia kohtia Suomessa.

Mikäli laitoksen oma laite mittaa vain NO- pitoisuutta, kuten yleensä esimerkiksi insitu-mittalaitteet tekevät, tehdään kalibrointifunktio tällöin vertaamalla laitoksen analysaattorin antamaa NO- pitoisuutta referenssimenetelmän mittaamaan NO<sub>x</sub>-pitoisuuteen. Tällöin savukaasussa mahdollisesti mukana oleva NO<sub>2</sub>-pitoisuus otetaan kalibroinnissa automaattisesti huomioon ja laskennassa ei tarvitse ottaa keinotekoisesti huomioon savukaasujen NO<sub>2</sub>- määriä. AMS:lle tehdään siis vain yksi kalibrointifunktio NO<sub>x</sub>:lle, eikä NO:lle ja NO<sub>2</sub>:lle tarvitse tehdä erikseen kalibrointifunktioita.

*Suomessa on käytössä useita laitoksia, jotka käyvät vain osan aikaan vuodesta (esim. huipputuotantolaitokset). Laitoksille, joiden käyttöaika (todellinen aika, kattilakohtaisesti laskettuna) vuodessa on alle 800 tuntia, tehdään ainakin kerran QAL2-testit (viimeistään vuoteen 2013 mennessä). Tämän jälkeen näiden laitosten laaduntarkkailu voidaan hoitaa tekemällä niille vuosittain ainoastaan AST-menetelmän mukaiset toiminnalliset testit.*

Päästömittaajat korostivat sitä, että valitettavan usein päästömittausta paikka ei täytä laadullisia vaatimuksia; ei mittausten eikä työsuojelun suhteen. Samat huomiot

toistuivat myös viranomaisilta saaduissa kommenteissa! Laitoksilla ei ole varauduttu EN14181-standardiin asettamiin vertailumittausvaatimuksiin siten, että siellä olisi esim. riittävä määrä oikeanlaisia mittausyhteitä ja kulku mittauspaikalle olisi turvallista. Suomeen tulee luoda yhtenäiset ohjeet siitä, kuinka mittauspaikat varustetaan siten, että mittaaajien työskentelyolosuhteet ovat työsuojelulain mukaiset ja mittaukset pystytään tekemään laadukkaasti.

Joissakin laitoksissa olisi mahdollista käyttää ns. skannaavaa mittaustapaa, jolloin yhdellä laitteella mitataan pitoisuuksia vuorotellen eri kanavista. Tämä ei kuitenkaan ole sallittua, sillä mittausdataa on oltava saatavissa vähintään 2/3-osaa käytettävissä olevasta mittausajasta ja skannaavalla järjestelmällä dataa ei saada tarpeellista aikaa.

*Raportointiin ja tiedonkeruuseen on valmisteilla uusi CEN- standardi (CEN/TC264/WG 9: Quality Assurance of AMS Data), jossa pyritään harmonisoimaan päästömittauksiin liittyvät raportointikäytännöt Euroopassa. Koska standardin valmistelu on kesken, ei tässä raportissa keskitytä tähän aiheeseen. Suosituksena Suomessa raportointiin liittyen voidaan sanoa, että kalibrointialueen ylittäviä arvoja käsitellään raportissa valideina arvoina. Näitä arvoja on tarkkailtava aiemmin kappaleessa 4.2.7.1 mukaisesti, jotta tiedetään, mikäli QAL2-testaus on tehtävä uudelleen.*

## 4.3 Käytönaikainen laadunvarmistus (QAL3)

### 4.3.1 Menetelmä

Vertailumittausten välisen ajan laadunvarmistus on laitoksen omalla vastuulla. Se tehdään tarkistamalla säännöllisin väliajoin nolla/kalibrointipisteet. Datajoukkoa käsitellään tilastollisten kontrollikorttien (esim. Shewhart tai CUSUM) avulla, joista CUSUM-menetelmä on herkempi, ja sen avulla saadaan aiemmin tietoa laitteen mahdollisesta ryöminnästä kuin Shewhart-menetelmällä. Toisaalta, Shewhart on yksinkertaisempi menetelmänä käyttää kuin CUSUM. On huomattava, että myös muut menetelmät kuin edellä mainitut ovat sallittuja.

Tarkastelun avulla havaitaan nolla/kalibrointipisteen siirtymistä muutokset laitteiston kunnossa ja se, milloin laite vaatii huoltoa. Käytönaikaisella laadunvarmistuksella on siis tarkoitus varmistaa se, että laitteisto on samassa kunnossa kuin tehtäessä QAL2-testejä.

Standardissa ei kuitenkaan ole erikseen mainintaa siitä, kuinka usein nolla- ja kalibrointipisteiden tarkistukset tulisi tehdä. *Suosittelavaa on, että kun laitteiston QAL3-toimia aloitetaan, tarkkailu laitteilla toteutetaan kerran viikossa. Kun QAL3-toimia on toteutettu määrätyn ajan, ja laitteiston stabiilisuudesta on tarkempaa tietoa, voidaan viranomaisen kanssa sopia tarpeen mukaan tarkkailun harventamisesta siten, että tarkkailu tehdään kuitenkin vähintään kerran kuukaudessa.*

Myös laitevalmistaja voi antaa omat ohjeensa siitä, kuinka juuri hänen laitettaan tarkkaillaan. *Tämä tulee esille erityisesti in situ- mittalaitteen tai*

*monikomponenttianalysaattorin, kuten FTIR, ollessa kyseessä. FTIR-mittalaitteelle sallitaan se, että QAL3-tarkkailu tehdään ”nollakaasulla” eli N<sub>2</sub>:lla sekä yhdellä mitattavassa kohteessa tyypillisellä kaasulla eli tarkastelua ei tarvitse tehdä kaikilla mitattavilla kaasuilla. Toiminnanharjoittajan on keskusteltava näistä ohjeista viranomaisen kanssa ja hyväksyttävä ne tapauskohtaisesti.*

On suositeltavaa, että QAL3-tarkkailu aloitetaan ennen QAL2-testejä.

#### 4.3.2 Automaattisten kalibrointien salliminen

QAL3-tarkkailu voidaan järjestää laitteille myös automaattisten kalibrointijärjestelmien avulla, jolloin laitetta säädetään näyttämään oikeaa arvoa. Jos QAL3- tarkkailu tehdään automaattisten järjestelmien avulla, voidaan se toteuttaa helposti jopa kerran päivässä.

#### 4.3.3 Sallitun keskihajonnan määrittäminen ( $s_{AMS}$ )

$s_{AMS}$ -arvo voidaan laskea usealla eri tavalla, suositus on käyttää QAL1-testeissä mukana olleita parametrejä laskennassa. Standardissa on esitetty esimerkki sallitun keskihajonnan laskemisesta (EN 14181, liite F).

*Joissakin tapauksissa tällaisen laskelman avulla kyseiseksi arvoksi voidaan saada epärealistisen pieni luku eli laitetta joudutaan säätämään koko ajan. Mikäli tilanne on tämä, suositellaan, että toiminnanharjoittaja ottaa yhteyttä laitevalmistajaan ja neuvottelee asiasta heidän kanssaan.  $s_{AMS}$ -arvot voidaan pyytää suoraan laitevalmistajalta. Käytettävistä arvoista sovitaan viranomaisen kanssa.*

Sallittu keskihajonta määritellään sekä nolla- että kalibrointipisteelle.

#### 4.4 Vuosittainen valvonta (AST)

Vuosittaisessa valvontatestissä, Annual Surveillance Test, kiinteästi asennetulle mittalaitteelle tehdään *toiminnalliset testit*, jotka ovat pääosin samanlaiset kuin QAL2- testien yhteydessä. Lisävaatimuksena on, että tässä yhteydessä tehdään myös lineaarisuuden tarkistus, häiriövaikutustestit sekä auditoidaan nolla- ja kalibrointipisteen ryömintä (QAL3-dokumentit).

AST- testeihin kuuluvat myös ns. mini-vertailumittaukset, jotka tehdään vuosittain vähintään *viiden mittaparin* avulla. Tämän vertailumittauksen tarkoituksena on varmistaa, että edellinen laajoissa vertailumittauksissa (QAL 2) tehty kalibrointifunktio on edelleen voimassa. AST- testien tuloksena saatavaa kalibrointifunktiota ei siis syötetä laitoksen laskentaohjelmiin. Mittausaika/näyte on AST- testeissä sama kuin aiemmin tehdyissä QAL2-testeissä (esim. 1 h).

Mikäli standardissa esitetyt kriteerit kalibrointifunktiolle eivät täyty, tulee poikkeamien syyt selvittää ja korjata sekä tehdä uudet laajat vertailumittaukset QAL 2:n mukaisesti.

Jos AST- testeissä saadaan katettua laajempi pitoisuusalue kuin QAL2-testeissä, voidaan kalibrointifunktion aluetta kasvattaa siten, että se on kuitenkin maksimissaan 50 % päästöraja-arvosta. Kalibrointialueen laajentaminen tulee hyväksyttävä viranomaisella.

Evaluoinnista on kirjoitettava raportti, josta edellä mainittujen asioiden tarkastuksen tulos käy ilmi.

Useat tahot ovat toivoneet suositusta siitä, milloin AST-testit voitaisiin tehdä laajojen QAL2-testien sijasta. Tästä on esitetty aiemmin kappaleessa 4.2.7.2 esimerkki.

## 5 Raportin sisältö (QAL2 ja AST)

### QAL2

QAL2-raportin tulee sisältää vähintään seuraavat tiedot:

- a) kuvaus laitoksesta ja näytteenottopaikoista
- b) kuvaus laitoksen prosessiolosuhteista ja polttoaineista kokeiden aikana
- c) testauslaboratorion ja kokeissa mukana olleiden henkilöiden nimet
- d) yksityiskohdat testauslaboratorion akkreditoinnista EN ISO/IEC 17025 mukaisesti
- e) kuvaus käytettävästä AMS:stä sisältäen mitattavat suureet, mittausperiaatteet, mittausalueet ja laitteiden sijainnit
- f) kuvaus käytettävästä SRM:stä: mittausperiaate, malli, mittausalue, toistettavuus ja/tai mittausepävarmuus ja mahdollinen EN- tai ISO-referenssinumero
- g) vertailumittausten ajankohdat
- h) kaikki AMS:n ja SRM:n mittausarvot sekä mitattuina arvoina (raakadatana) että keskiarvoina mittausjaksoilta, myös apusuureiden mittauksien tulokset (O<sub>2</sub> ja H<sub>2</sub>O, lämpötila ja paine)
- i) kalibrointifunktio ja validoitu kalibrointialue mukaan luettuna kaikki kalibrointifunktion ja vaihtelevuustestin laskenta-arvot
- j) graafinen esitys SRM:n ja AMS:n tuloksista ainakin pitoisuuksina ilmoitettuna
- k) mikä tahansa poikkeama tästä EU-standardista ja poikkeaman mahdollinen vaikutus esitettyihin tuloksiin
- l) viimeisimmän toiminnallisen testin (functional test) tulokset

### AST

- a) kuvaus laitoksesta ja näytteenottopaikasta
- b) kuvaus AMS:stä mukaan luettuna mitattavat komponentit, toimintaperiaate, malli, mittausalue ja sijainti
- c) kuvaus SRM mukaan luettuna mittausperiaate, malli, mittausalue, toistettavuus ja/tai mittausepävarmuus ja viittaus mahdolliseen SRM:n EU tai ISO referenssiin
- d) vertailumittausten ajankohdat

- e) kaikki AMS:n ja SRM:n mittausravot sekä mitattuina arvoina (raakadatanana) että keskiarvoina mittaussaksoilta
- f) AST-vaihtelevuustestin ja kalibrointisuoran hyväksyttävyyys
- g) mikä tahansa poikkeama tästä EU-standardista ja poikkeaman mahdollinen vaikutus esitettyihin tuloksiin
- h) tulokset AST:n toiminnallisesta testistä (functional test)

*Molemmissa raporteissa on tärkeää, että päästömittauslaboratorion arvioi kalibrointifunktion käyttökelpoisuutta.*

*Päästömittaaja voi varmentaa laskentansa käyttämällä työkaluna excel-ohjelmassaan standardin EN 14181 –laskuesimerkkejä.*

## 6 Toiminnanharjoittajan dokumentointi

Toiminnanharjoittajan on suositeltavaa laatia riittävä dokumentointi (laatukäsikirja) päästömittauslaitteistaan.

Dokumentoinnin tulisi sisältää ainakin seuraavat kohdat:

- a) tiedot mittalaitteista:
  - laitteen malli
  - mittausperiaate
  - mittausalue
  - näytteenotto
  - laitteen sijainti
  - valmistaja
  - valmistajan käyttö- ja ylläpito-ohjeet
  - huoltosuunnitelmat
  - mahdolliset korjaukset
- b) laitteen toiminnan seuranta (mm. QAL3-tarkastukset)
- c) vastuuhenkilö
  - koulutus, pätevyys

Tämän dokumentoinnin avulla päästömittaaja saa helposti tarvitsemansa taustatiedot QAL2- ja AST-mittauksia varten. Samoin viranomaisen voi tarkistaa halutessaan laitoksen päästömittauksiin liittyviä tietoja.

## 7 Standardien status

Eurooppalaisen standardisointijärjestön CEN, Comité Européen de Normalisation, [www.cenorm.be](http://www.cenorm.be), tekninen komitea TC 264 "Air quality" vastaa eurooppalaisesta standardisoinnista mm. ilmanlaadun, päästöjen ja sisäilman mittaamiseen liittyen. CEN- standardit vahvistetaan Suomessa SFS-standardeiksi (merkintä SFS EN) ja mikäli Suomessa on voimassa omia kansallisia standardeja ko. aiheeseen liittyen, nämä kansalliset standardit poistetaan käytöstä CEN-standardin valmistuttua.



Valmiit eurooppalaiset standardit merkitään tunnuksella EN (European Standard). Tätä ennen dokumentti on ollut lausuntokierroksella prEN-tunnuksella merkittynä (proposal for European Standard) eli kyseessä on tällöin vasta ehdotus, eikä valmis standardi.

Muita CEN:n tuottamia dokumentteja ovat Technical Specifications (CEN TS) sekä Technical Reports (CEN TR). TS- dokumentit ovat normatiivisia dokumentteja, mutta niiden tekninen valmiusaste ei ole vielä sellainen, että niistä olisi voitu tehdä varsinaista standardia. TS- dokumentti on voimassa 5 vuotta, minkä jälkeen se on joko vahvistettava äänestyksellä viralliseksi standardiksi tai sitten hylättävä. Vaikka TS- tekstit ovat normatiivisia, jäsenmailla on kuitenkin oikeus käyttää omia, hyväksi havaitsemiaan käytäntöjä TS- käytäntöjen sijasta eli siinä mielessä nämä dokumentit eivät ole pakollisia kuten EN- standardit.

TR- dokumentit ovat tarkoitettu lähinnä jäsenmaihin tapahtuvaa tiedonsiirtoa varten.

Note-merkinnällä varustetut asiat standardeissa eivät ole normatiivisia eli pakollisia, vaan ne ovat lähinnä asiaa tarkentavia huomioita. Usein on todettu, että näiden avulla standardien maailma aukeaa kuitenkin hieman paremmin..

Lisätietoa standardisointiin liittyen löytyy kansallisen standardisointijärjestömme, SFS, kotisivuilta, [www.sfs.fi](http://www.sfs.fi).

## 8 Haastatellut osapuolet

Taustaselvitys toteutettiin haastatteleamalla eri osapuolia. Alla on lueteltu ne tahot, joihin otettiin yhteyttä ja suurimmalta osalta heistä saatiin kommentit joko haastattelun yhteydessä tai sähköpostitse.

Mittalaitevalmistajat:

- Harri Granath, Kontram
- Matti Haapala, Antti Heikkilä, Jani Leikas ja Ilkka Salomaa, Gasmet Technologies Ltd
- Kai Torp, PPM-Systems Oy
- Kari Karhula, Sick
- Antero Aaltonen, Oleinitec
- Timo Hakala, Sintrol
- Jouni Lukkari, MIP

Päästömittauslaboratoriot:

- Oili Tikka ja Paula Juuti, Pöyry Energy Oy
- Tuomo Salmikangas, Outi Aitto-oja ja EskoRistinen, Nablabs
- Heikki Hoffren, Ramboll Oy
- Matti Lamberg, Envimetria
- Kari Nivalainen, Emikal Oy
- Pasi Kitunen, UPM Wisaforest- päästömittausryhmä
- Erkki Välimäki, AX-LVI
- Risto Korhonen, Kymen ammattikorkeakoulu

Toiminnanharjoittajien edustajat:

- Tenho Pakarinen, Stora Enso
- Antero Lattu, Stora Enso
- Sanna Hämäläinen, Metsä-Botnia, Joutseno
- Anna Häyrinen, Helsingin Energia
- Arja Valli, Fortum
- Tor Bergman, PVO
- Juha Timonen, UPM-Kymmene Oyj, Kaukas
- Ilkka Koivuniemi, MB
- Kalevi Merinen, M-real
- Minna Kaila, Ekokem

Muut:

- Maria Nurmoranta, Metso Automation

Viranomaiset:

- Sellu- ja kattilapäivillä 6.- 7.2.2007 saatu aineisto

## 9 Lähdeviitteet

EN 13284-2, Determination of low range mass concentration of dust- Part 2. Automated measuring systems, 2004

EN14181, Quality assurance of automated measuring systems, 2004

EN ISO 14956, Evaluation of the suitability of a measurement procedure by comparison with a required measurement uncertainty, 2002

EN 15259, Requirements for measurement sections and sites and for the measurement object, plan and report, 2007

EN 15267-3, Certification of automated measuring systems- Part 3: Performance criteria and test procedures for automated monitoring systems for monitoring emissions from stationary sources ( standardia ei ole vielä julkaistu 18.10.2007 mennessä!)

Ranskan implementointiohje EN14181-standardille, Quality assurance of continuous emission monitoring systems- Application of NF EN 14181, NF EN 13284-2 and NF EN 14884

TS EN14793, Intralaboratory validation procedure for an alternative method compared to a reference method, 2005

Valtioneuvoston asetus polttoaineteholtaan vähintään 50 megawatin polttolaitosten ja kaasuturbiinien rikkidioksidi-, typenoksidi- ja hiukkaspäästöjen rajoittamisesta 1017/2002

Valtioneuvoston asetus jätteenpolttamisesta 362/2003

## 10 Liitteet

- Liite 1: Laskuesimerkki QAL2-laskennasta  
Liite 2: Laskuesimerkki AST-laskennasta

## QAL2-LASKENTAESIMERKKI

### Kalibroitifunktion ja vaihtelevuustestin laskentaesimerkki

Esimerkki perustuu standardin SFS-EN 14181 laskentaesimerkkiin liitteessä E. Tässä esityksessä on lisätty joitakin tärkeitä huomioita, joita kyseisessä esimerkissä ei ole korostettu.

#### E. 2.1 Perustiedot

**Taulukko E.1. Mittausmenetelmät ja vaatimukset**

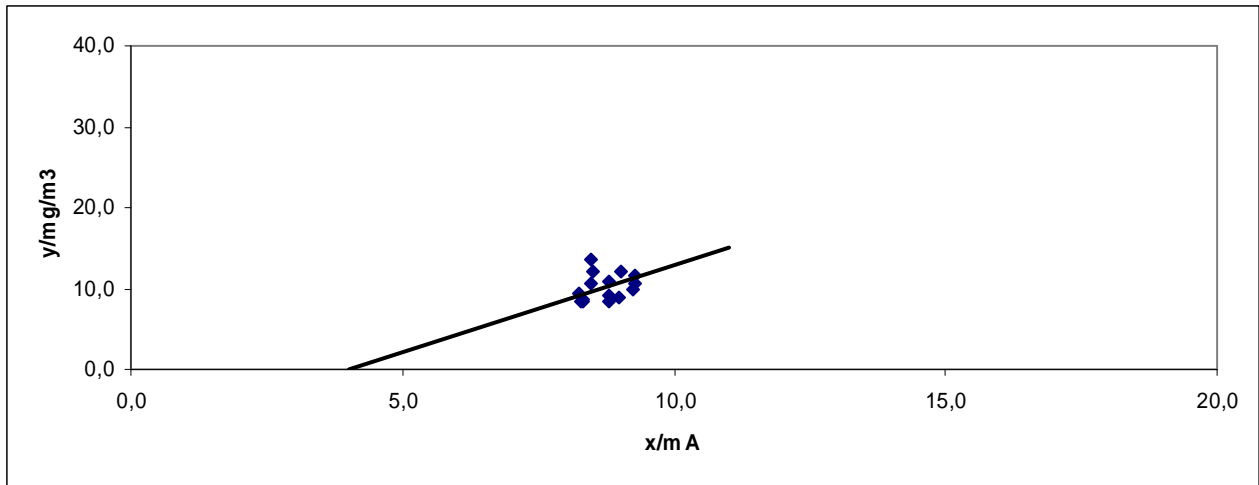
Parametri	Hiukkaspäästö	
AMS menetelmä	Opasiteetti, jatkuvatoiminen	
AMS:n 0-piste	4	mA
SRM- menetelmä	Manuaalinen, gravimet. EN 13284-1	
Päästöraja-arvo (EVL) referenssiolosuhteissa ilmoitettuna: NTP (0 °C, 101,3 kPa), kuivat kaasut, 11 % O <sub>2</sub>	60	mg/m <sup>3</sup>
Maksimiepävarmuus % päästöraja-arvosta	30	%

Tässä esimerkissä on tehty 15 vertailumittausparia kolmessa päivässä (5 näytettä/päivä). Mittaustulokset on esitetty Taulukossa E.2.

**Taulukko E.2. QAL2-mittaukset**

Näytteen numero i	SRM kanavan olosuhteissa y <sub>i</sub> mg/m <sup>3</sup>	AMS kanavan olosuhteissa x <sub>i</sub> mA
1	8,4	8,31
2	9,1	8,81
3	8,7	8,32
4	9,0	9,00
5	8,3	8,82
6	8,5	8,28
7	10,8	8,79
8	10,0	9,25
9	10,6	8,48
10	10,6	9,28
11	11,6	9,30
12	12,0	8,51
13	13,5	8,47
14	12,2	9,02
15	9,4	8,25
Summa	152,7	130,89

Huom! Koska AMS:n mittaus on tässä esimerkissä tehty kanavan olosuhteissa, täytyy SRM:n pitoisuuksien olla ilmoitettu samoissa olosuhteissa eli kosteissa kaasuissa, kanavan lämpötilassa ja paineessa.



**Kuva E.1** SRM:n mitatut arvot (y)/AMS:n signaaliarvot (x) sekä kohdassa E.2.3 laskettu kalibrointisuora

### E.2.2 SRM mittaustulosten laskenta referenssiolosuhteisiin

AMS:n mittaustulosten hajonta ei saa olla suurempi kuin 30 % päiväraja-arvosta laskettuna (kyseessä hiukkaset) ja päiväraja-arvo ilmoitetaan referenssiolosuhteisiin laskettuna (0 °C, 101,3 kPa ja O<sub>2</sub>= 11 %).

Päätettäessä, mitä menetelmää käytetään AMS:n kalibrointifunktiota laskettaessa (kts. EN 14181, kpl 6.4.2), täytyy SRM:n tulokset muuntaa referenssiolosuhteisiin seuraavan kaavan mukaisesti:

$$y_{i,s} = y_{i,m} \times \frac{t + 273,15K}{273,15K} \times \frac{101,3kPa}{p} \times \frac{100\%}{100\% - h} \times \frac{21\% - O_{2,std}}{21\% - O_2} \quad (E.1)$$

missä

y <sub>i,m</sub>	referenssimenetelmän (SRM) avulla mitattu pitoisuus
t	lämpötila kanavassa, °C
p	kanavan absoluuttinen staattinen paine, kPa (= ilmanpaine ± (kanavan ja ilmanpaineen erotus))
h	savukaasun vesisisältö, tilavuus-%
O <sub>2</sub>	savukaasun happipitoisuus kuivissa kaasuissa
O <sub>2, std</sub>	referenssiolosuhteen happipitoisuus (kuiva)

Apusuureet SRM-tulosten laskemiseksi referenssiolosuhteisiin esitetään Taulukossa E.3.

**Taulukko E.3. SRM-tulokset referenssiolosuhteisiin laskettuna**

Näytteen numero i	SRM mitattu arvo $y_{i,m}$ mg/m <sup>3</sup>	Lämpötila $t_i$ °C	Vesipitoisuus $h_i$ til. %	Staattinen paine kanavassa p kPa	O <sub>2</sub> -pitoisuus kuivassa kaasussa O <sub>2</sub> %	SRM mitattu arvo referenssiolosuhteissa $y_{i,s}$ mg/m <sup>3</sup>
1	8,4	85	15,4	101,4	10,7	12,6
2	9,1	85	15,8	101,0	10,7	13,8
3	8,7	85	15,8	101,0	10,7	13,2
4	9,0	86	14,8	101,5	10,8	13,6
5	8,3	86	13,9	101,5	10,8	12,4
6	8,5	85	15,3	101,0	10,7	12,8
7	10,8	86	14,3	101,0	10,7	16,1
8	10,0	87	16,3	101,0	9,8	14,1
9	10,6	86	15,5	101,0	9,7	14,6
10	10,6	86	15,1	101,0	10,8	16,1
11	11,6	80	14,5	101,0	9,8	15,7
12	12,0	81	16,8	101,0	9,7	16,6
13	13,5	79	15,0	101,0	10,9	20,3
14	12,2	79	14,4	101,0	9,9	16,6
15	9,4	84	15,8	101,0	9,9	13,2

### E.2.3 Kalibrointifunktio

Kalibrointifunktio on muotoa:

$$y_i = a + bx_i \quad (\text{E.2})$$

missä  $x_i$  AMS-mittaustulos  
 $y_i$  SRM-mittaustulos  
 a y-akselin leikkauspiste  
 b kalibrointisuoran kulmakerroin

Taulukosta E.3 nähdään, että:

$$\begin{aligned} y_{\max} & 20,3 \text{ mg/m}^3 \text{ (NTP, kuivat savukaasut, 11 \% O}_2\text{)} \\ y_{\min} & 12,4 \text{ mg/m}^3 \text{ (NTP, kuivat savukaasut, 11 \% O}_2\text{)} \\ y_{\max} - y_{\min} & 7,9 \text{ mg/m}^3 \text{ (NTP, kuivat savukaasut, 11 \% O}_2\text{)} \end{aligned}$$

Tutkittaessa, onko  $(y_{\max} - y_{\min})$  pienempi kuin 15 % päiväraja-arvosta, tehdään seuraava laskutoimitus:

$$\begin{aligned} \Delta y_{\max} & = 0,15 * \text{ELV} \\ & = 0,15 * 60 \text{ mg/m}^3 \\ & = 9 \text{ mg/m}^3 \text{ (NTP, kuivat savukaasut, 11 \% O}_2\text{)} \end{aligned}$$

Koska tässä tapauksessa  $(y_{\max} - y_{\min}) = 7,9 \text{ mg/m}^3$ , mikä on pienempi kuin 15 % päästöraja-arvosta, käytetään standardin SFS-EN 14181 kappaleessa 6.4.2 kuvattua b-laskukaavaa apuna laskettaessa a:n ja b:n arvoja.

$$b = \frac{\bar{y}}{\bar{x} - Z}$$

$$a = -b * Z$$

missä

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i = \frac{1}{15} \times 130,89 \text{mA} = 8,72 \text{mA}$$

$$\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i = \frac{1}{15} \times 152,7 \frac{\text{mg}}{\text{m}^3} = 10,2 \frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$$

Näiden arvojen avulla saadaan laskettua a ja b:

$$b = \frac{\bar{y} - Z}{\bar{x} - Z} = \frac{10,2 \text{mg} / \text{m}^3}{(8,72 - 4) \text{mA}} = 2,15 \frac{\text{mg} / \text{m}^3}{\text{mA}}$$

$$a = -b * Z = -2,15 \frac{\text{mg} / \text{m}^3}{\text{mA}} \times 4 \text{mA} = -8,61 \frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$$

**Kalibroitifunktio on tällöin muotoa:**

$$y_i = a + bx_i = -8,61 \frac{\text{mg}}{\text{m}^3} + 2,15 \frac{\text{mg} / \text{m}^3}{\text{mA}} x_i \quad (\text{E.3})$$

### E.2.4 AMS:n kalibroidut arvot

Kalibrintifunktion (E.3) avulla lasketut AMS-arvot esitetään Taulukossa E.4

**Taulukko E.4 AMS-kalibrointi**

Näyte i	AMS mitattu signaali $x_i$ mA	SRM mitattu arvo $y_i$ mg/m <sup>3</sup>	AMS kalibroitu arvo $\hat{y}_i$ mg/m <sup>3</sup>
1	8,31	8,4	9,28
2	8,81	9,1	10,36
3	8,32	8,7	9,31
4	9,00	9,0	10,77
5	8,82	8,3	10,38
6	8,28	8,5	9,22
7	8,79	10,8	10,32
8	9,25	10,0	11,31
9	8,48	10,6	9,65
10	9,28	10,6	11,37
11	9,30	11,6	11,42
12	8,51	12,0	9,71
13	8,47	13,5	9,63
14	9,02	12,2	10,81
15	8,25	9,4	9,15
Summa	130,9	152,7	152,7

### E.2.5 Mittaustulosten muuttaminen referenssiolosuhteisiin

Hiukkasmittaukselle on asetuksissa esitetty mittausepävarmuusvaatimukseksi, että epävarmuus ei saa ylittää 30 % päiväraja-arvosta laskettuna. Päiväraja-arvot on ilmoitettu kuivissa kaasuissa, NTP, ja tässä tapauksessa 11 % O<sub>2</sub>-pitoisuudessa.

Sekä SRM- että AMS-mittaustulokset lasketaan seuraavaksi näihin olosuhteisiin käyttäen edellä esitettyä kaavaa E.1. Huom! AMS-tulosten laskennassa käytetään laitoksen omia apusuuremittauksia apuna ja vastaavasti SRM-tulosten laskennassa referenssimittauksen omia apusuureita.

Muunnos tehdään seuraavan kaavan avulla:

$$y_s = y \times \frac{t + 273,15K}{273,15K} \times \frac{101,3kPa}{p} \times \frac{100\%}{100\% - h} \times \frac{21\% - O_{2,std}}{21\% - O_2} \quad (E.4)$$



**Taulukko E.5 Kalibroidut AMS-tulokset referenssiolosuhteisiin laskettuna**

Näyte	AMS mittaus signali	AMS kalibroitu arvo	Lämpötila	Kosteus	Staattinen paine	O <sub>2</sub> -pitoisuus kuivassa kaasussa	AMS kalibroitu arvo referenssiolosuhteissa
i	x <sub>i</sub> mA	y <sub>i</sub> mg/m <sup>3</sup>	t <sub>i</sub> °C	h <sub>i</sub> %	p kPa	O <sub>2</sub> %	y <sub>i,s</sub> mg/m <sup>3</sup>
1	8,31	9,28	82	15	101,2	10,7	13,8
2	8,81	10,36	83	15	101,1	10,6	15,3
3	8,32	9,31	82	14	101,3	10,3	13,1
4	9,00	10,77	82	15	101,2	10,2	15,3
5	8,82	10,38	84	13	101,1	10,3	14,6
6	8,28	9,22	84	15	101,2	10,4	13,4
7	8,79	10,32	82	14	101,4	9,9	14,0
8	9,25	11,31	83	16	101,4	10,2	16,2
9	8,48	9,65	85	14	100,9	10,1	13,6
10	9,28	11,37	81	13	101,2	10,0	15,4
11	9,30	11,42	77	13	101,2	10,0	15,3
12	8,51	9,71	77	13	101,2	10,1	13,1
13	8,47	9,63	77	14	101,2	9,9	12,9
14	9,02	10,81	82	15	101,3	9,7	14,6
15	8,25	9,15	80	15	100,9	9,5	12,2

### E.2.6 Kalibrointifunktion voimassaoloalue

Kalibrointifunktio on voimassa nolasta arvoon  $y_{s,max} + 10\%$  tästä alueesta.

Tässä tapauksessa suurin AMS:n kalibroitu ja referenssiolosuhteisiin laskettu arvo on 16,2 mg/m<sup>3</sup> (Taulukosta E.5), joten kalibrointifunktion voimassaoloalue on:

$$0 \leq y_s \leq 1,10 \times 16,2 \text{ mg} / \text{m}^3$$

$$\Rightarrow 0 \leq y_s \leq 17,8 \text{ mg} / \text{m}^3 \text{ referenssiolosuhteissa (kuivat kaasut, NTP, 11 \% O}_2\text{) ilmoitettuna}$$

### E.2.7 Vaihtelevuustesti

Laite läpäisee vaihtelevuustestin, jos:

$$s_D \leq \sigma_0 \times k_v \quad (\text{E.5})$$

missä  $s_D$  mittaustulosten erojen standardihajonta  
 $\sigma_0$  viranomaisten asettama epävarmuusvaatimus  
 $k_v$  testausparametri

Standardihajonta  $s_D$  lasketaan seuraavasti:

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (D_i - \bar{D})^2} \quad (\text{E.6})$$

$$\text{missä } D_i = y_{i,s} - \hat{y}_{i,s} \quad (\text{E.7})$$

Standardihajonnan laskemiseen tarvittavat suuret esitetään Taulukossa E.6.

**Taulukko E.6 Vaihtelevuustestin arvot referenssiolosuhteissa**

Näyte i	AMS kalibroitu arvo referenssiolosuhteissa $\hat{y}_{i,s}$ mg/m <sup>3</sup> (NTP, kuiva kaasu), 11%O <sub>2</sub>	SRM arvo referenssiolosuhteissa $y_{i,s}$ mg/m <sup>3</sup> (NTP, kuiva kaasu), 11%O <sub>2</sub>	Ero $D_i = y_{i,s} - \hat{y}_{i,s}$ mg/m <sup>3</sup> (NTP, kuiva kaasu), 11%O <sub>2</sub>	Ero $D_i - \bar{D}$ mg/m <sup>3</sup> (NTP, kuiva kaasu), 11%O <sub>2</sub>	Eron neliö $(D_i - \bar{D})^2$ mg/m <sup>3</sup> (NTP, kuiva kaasu), 11%O <sub>2</sub>
1	13,8	12,6	-1,17	-1,77	3,12
2	15,3	13,8	-1,51	-2,11	4,44
3	13,1	13,2	0,04	-0,55	0,30
4	15,3	13,6	-1,68	-2,27	5,17
5	14,6	12,4	-2,21	-2,80	7,86
6	13,4	12,8	-0,58	-1,17	1,38
7	14,0	16,1	2,10	1,50	2,26
8	16,2	14,1	-2,13	-2,72	7,42
9	13,6	14,6	1,09	0,49	0,24
10	15,4	16,1	0,72	0,12	0,02
11	15,3	15,7	0,40	-0,19	0,04
12	13,1	16,6	3,45	2,86	8,18
13	12,9	20,3	7,39	6,80	46,21
14	14,6	16,6	1,97	1,37	1,88
15	12,2	13,2	1,03	0,44	0,19
Keskiarvo			0,59		
Summa			8,90		88,71

Referenssiolosuhde: 0 °C, 101,3 kPa, kuiva kaasu, 11 % O<sub>2</sub>

Huom!  $\bar{D} = 0,59$  eli erojen  $D_i$  keskiarvo.

Standardihajonnaksi  $s_D$  saadaan tällöin:

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (D_i - \bar{D})^2} = \sqrt{\frac{1}{15-1} \times 88,71 \left( \frac{mg}{m^3} \right)^2} = 2,52 mg / m^3 \text{ (ilmoitettuna NTP, kuivat savukaasut, 11 \% O}_2\text{)}$$

Viranomaisten asettama vaatimus mittausepävarmuudelle tässä tapauksessa on 30 % päiväraja-arvosta. Tämä luku muutetaan standardihajonnaksi seuraavan kaavan avulla:

$$\sigma_0 = \frac{p \times ELV}{1,96} = \frac{0,30 \times 60 mg / m^3}{1,96} = 9,2 mg / m^3 \text{ (ilmoitettuna NTP, kuivat savukaasut, 11 \% O}_2\text{)}$$

Viidelletoista mittaparille testausparametri  $k_v = 0,9761$ , jolloin vaihtelevuustestin tulokseksi saadaan:

$$2,52 mg / m^3 \leq 9,2 mg / m^3 \times 0,9761$$

$$\Rightarrow 2,52 mg / m^3 \leq 8,78 mg / m^3$$

Vaihtelevuustestin tulos alittaa sille asetetun vaatimuksen ja laite läpäisee testin.

## AST-LASKENTAESIMERKKI

Tässä esimerkissä tarkastellaan AST-mittausten perusteella, onko aiemmin laajoissa QAL2-vertailumittauksissa määritetty kalibrintifunktio vielä pätevä.

**Taulukko 1. Mittausmenetelmät ja vaatimukset**

Mitattava komponentti	SO <sub>2</sub>
AMS	ei-dispersiivinen IR, ekstraktiivinen menetelmä
SRM	EN 14791 (manuaalinen, märkäkemiallinen menetelmä)
Päästöraja-arvo (ELV) referenssiolosuhteissa ilmoitettuna: 0 °C, 101,3 kPa, kuivat kaasut, 11 % O <sub>2</sub>	50 mg/m <sup>3</sup>
Sallittu epävarmuus 95 %:n luottamustasolla raja-arvosta	20 %
QAL2:ssa määritetty kalibrintifunktio $\hat{y}_i = a + bx_i$	$\hat{y}_i = 0,272 + 0,975x_i$
QAL2:ssa määritetty kalibrintialue referenssiolosuhteissa	0 - 19,2 mg/m <sup>3</sup>
Sallittu epävarmuus referenssiolosuhteissa <sup>1)</sup>	5,102 mg/m <sup>3</sup>

Taulukossa 1 laskettu sallittu epävarmuus 5,102 mg/m<sup>3</sup> on laskettu seuraavan kaavan avulla:

$$\sigma_0 = \frac{p * ELV}{1,96} = \frac{0,20 \times 50 \text{ mg} / \text{m}^3}{1,96} = 5,102 \text{ mg} / \text{m}^3$$

Taulukossa 2 on esitetty AST- mittausten tulokset.

**Taulukko 2. AST-mittaukset (5 mittausta)**

Mittaus i	SRM y <sub>i</sub> mg/m <sup>3</sup>	SRM - AMS:n olosuhteissa y <sub>i, AMS</sub> mg/m <sup>3</sup>	O <sub>2,i</sub> %	SRM - referenssiolosuhteissa NTP, kuiva kaasu, 11 % O <sub>2</sub> y <sub>i,s</sub> mg/m <sup>3</sup>
1	11,9	11,9	10,60	11,44
2	13,5	13,5	10,50	12,85
3	18,7	18,7	10,40	17,64
4	21,8	21,8	10,60	20,96
5	30,4	30,4	10,80	29,80
Mittaus i	AMS x <sub>i</sub> mg/m <sup>3</sup>	AMS <sup>1)</sup> QAL 2-kalibr., NTP, kuiva kaasu ŷ <sub>i</sub> mg/m <sup>3</sup>	O <sub>2,i</sub> %	AMS - referenssiolosuhteissa NTP, kuiva kaasu, 11 % O <sub>2</sub> ŷ <sub>i,s</sub> mg/m <sup>3</sup>
1	13,1	12,7	10,80	12,40
2	12,3	11,9	10,70	11,55
3	17,9	17,2	10,40	16,21
4	19,4	18,6	10,70	18,06
5	31,5	30,0	10,50	28,61

<sup>1)</sup>AMS:n kalibroidut arvot on laskettu käyttäen apuna QAL2-testeissä määritettyä kalibrintifunktiota  $y_i = 0,272 + 0,945 * x_i$

Taulukossa 3 on esitetty vaihtelevuustestin tulokset.

**Taulukko 3. AST-vaihtelevuustestin tulokset**

AMS - referenssiolosuhteissa kalibroitu arvo NTP, kuiva kaasu, 11 % O <sub>2</sub> $y_{i,s}$ mg/m <sup>3</sup>	SRM - referenssiolosuhteissa NTP, kuiva, 11 % O <sub>2</sub> $y_{i,s}$ mg/m <sup>3</sup>	AMS - SRM  D <sub>i</sub> mg/m <sup>3</sup>
12,40	11,44	-0,96
11,55	12,85	1,30
16,21	17,64	1,43
18,06	20,96	2,90
28,61	29,8	1,19
Keskiarvo (D) Keskiahajonta (S <sub>D</sub> )		<b>1,17</b> <b>1,38</b>

Standardin SFS-EN 14181 kappaleen 8.5 mukaan vaihtelevuustestin tulokset hyväksytään, jos:

$$s_D \leq 1,5 \times \sigma_0 \times k_v$$

Viidelle mittaukselle  $k_v$ -arvo on 0,9161. Tällöin tulokseksi saadaan:

$$1,38 \text{ mg/m}^3 \leq 1,5 \times 5,102 \text{ mg/m}^3 \times 0,9161$$

$$\Rightarrow 1,38 \text{ mg/m}^3 \leq 7,01 \text{ mg/m}^3$$

Mittausten perusteella laskettu keskiahajonta on pienempi kuin sallittu hajonta, joten AMS-vaihtelevuustestin tulokset ovat hyväksyttäviä.

Tämän jälkeen lasketaan, onko AMS:n QAL2-mukainen kalibrointi edelleen voimassa.

Kalibrointi on voimassa, mikäli:

$$|\bar{D}| \leq t_{0,95}(N-1) \frac{s_D}{\sqrt{N}} + \sigma_0$$

Tässä esimerkissä Studentin t-arvo vapausasteella 4 ja 95 % luottamustasolla on 2,132, joten tulokseksi saadaan:

$$1,17 \leq 2,132 \times \frac{1,38}{\sqrt{5}} + 5,102$$

$$\Rightarrow 1,17 \text{ mg/m}^3 \leq 6,42 \text{ mg/m}^3$$

Koska SRM- ja AMS-mittausten arvojen erotusten keskiarvo on pienempi kuin suurin sallittu arvo, voidaan todeta kalibrointifunktion olevan edelleen voimassa.

AST-mittauksissa saatiin katettua laajempi pitoisuusalue kuin aiemmissa QAL2-testeissä. Näin ollen voidaan neuvotella viranomaisten kanssa siitä, voidaanko kalibrointifunktion aluetta vastaavasti kasvattaa (kts. kpl 4.4).