

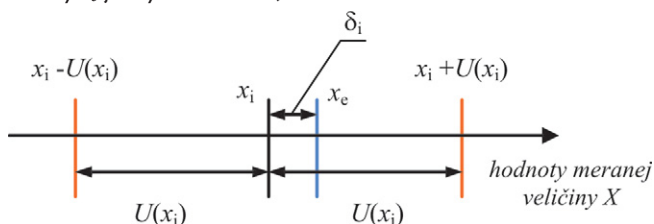


Emisné merania

– odhad neistoty meraní tuhých ZL

Úvod

V súčasnosti azda ani nenájdeme odvetvie, v ktorom by sledovanie alebo vyhodnocovanie určitých parametrov alebo ukazovateľov (či už výrobkov alebo procesov) nebolo založené na výsledkoch meraní rôznych veličín. Meranie ako také môžeme považovať za úplne neodmysliteľný proces nášho každodenného života, a pritom len málokto sa zamyslí nad jeho reálnym významom pre fungovanie celej spoločnosti. Meranie môžeme definovať ako súbor činností s cieľom určiť hodnotu veličiny (STN 01 01 15, 2.1). Aby sa akékoľvek meranie mohlo použiť, musí sa zabezpečiť, aby jeho výsledok bol na svoj účel primerane kvalitný, teda presný. Mierou kvality výsledku merania je jeho neistota. Neistota merania je parameter, ktorý charakterizuje rozptyl hodnôt, ktoré možno racionálne priradiť k meranej veličine [1]. Takýmto parametrom môže byť smerodajná odchýlka (alebo jej násobok) alebo šírka intervalu spoľahlivosti. Vo všeobecnosti tvoria neistotu merania viaceré zložky, ktoré vyjadrujú vplyv faktorov (zdroje neistoty) vystupujúcich v procese merania. Kvantifikácia týchto zdrojov závisí od množstva informácií o ich vplyve na správanie sa meracieho procesu. Vzťah neistoty merania $U(x_i)$ k výsledku merania x_i možno vidieť na obr. 1. Rozdiel medzi výsledkom merania x_i a skutočnou hodnotou veličiny x_e je chyba merania δ_i .



Obr.1 Grafické vyjadrenie vzťahu medzi výsledkom merania a neistotou merania

1. Emisné merania

Pod pojmom emisné merania sa chápu merania emisných veličín, najčastejšie hmotnostná koncentrácia c a hmotnostný tok q rôznych plyných alebo tuhých znečisťujúcich látok (ďalej len „ZL“), ktoré sa vykonávajú na stacionárnych zdrojoch znečisťovania ovzdušia. Samotná problematika merania ZL je relatívne mladá, pričom v širšom meradle sa v našich podmienkach takéto merania začali realizovať v 90. rokoch 20. storočia. Dôvodom bolo postupné začleňovanie sa do európskych a svetových štruktúr podmienené dôrazom na otázky spojené s ochranou životného prostredia, ktoré sa v minulosti odsúvali do úzadia. V rámci týchto krokov začalo byť s pokračujúcim vývojom priemyslu, trhovej ekonomiky a konkurenčného prostredia potrebné dodržiavať okrem iných aj podmienky týkajúce sa životného prostredia, čo znamenalo vykonávať merania emisií ZL na rôznych zdrojoch znečisťovania ovzdušia. Tak, ako v iných oblastiach, aj tu je posudzovanie založené na výsledku merania určitej veličiny. Zároveň so zavádzaním a širším rozvojom aktivít skúšobných a kalibračných laboratórií (v počiatkoch ako súčasť výskumných a národných metrologických inštitúcií) sa ako neoddeliteľná súčasť výsledkov meraní začínajú uplatňovať neistota merania. Jedným z prvých zjednocujúcich predpisov pri určovaní neistôt bol dokument WECC 19/90, po ktorom nasledoval GUM [2]. Na Slovensku a v Česku sa na základe GUM spracoval Technický predpis me-

trologický TPM 0051-93 [3]. V súčasnosti je dostupný celý rad noriem, smerníc, príručiek a publikácií zameraných na rôzne oblasti merania a kalibrácií, no pre emisné merania (hlavne stanovovanie tuhých ZL) je hodnotenie neistoty merania ešte stále málo opísané [4].

Meranie emisných veličín a dôvera k získaným výsledkom sú ešte dôležitejšie, ak si uvedomíme, že výsledky týchto meraní majú vplyv na hospodárenie a výrobný proces konkrétneho prevádzkovateľa zdroja znečisťovania ovzdušia. Práve vzťah k dodržiavaniu určených emisných limitov, poplatkom za znečisťovanie ovzdušia alebo možnosti obchodovania s emisnými kvótami, ale aj optimalizácii technologických procesov (napr. spaľovania paliva a pod.) má v súčasnom neľahkom trhovom prostredí významný vplyv na ekonomický vývoj mnohých spoločností.

2. Základná koncepcia vyhodnocovania neistoty (priame meranie jednej veličiny)

V závislosti od použitej metódy (spôsobu) zisťovania možno rozdeliť štandardnú neistotu na:

- stanovenú metódou A (alebo krátko neistotu typu A),
- stanovenú metódou B (alebo krátko neistotu typu B).

Z teórie matematickej štatistiky sa ako miera štandardnej neistoty zvolila smerodajná odchýlka príslušného rozdelenia pravdepodobnosti pre jednotlivé zdroje neistôt. Neistoty typu A a B sa líšia iba spôsobom, akým sa táto smerodajná odchýlka stanoví. Významom sú obidva typy neistôt rovnocenné, preto ich možno zlúčiť do jednej hodnoty – kombinovanej štandardnej neistoty.

Vyhodnotenie neistoty typu A – u_A

Podľa definície sa vyhodnotenie štandardnej neistoty typu A zakladá na výpočte z opakovaných nezávislých meraní danej veličiny. Ak sa meranie vykoná s dostatočným rozlíšením, bude možné pozorovať rozptyl nameraných hodnôt okolo referenčnej hodnoty. V EA 04/02 a TPM 0051-93 sa uvádza, že mierou neistoty typu A je výberová smerodajná odchýlka výberového priemeru. Výberová smerodajná odchýlka výberového priemeru $s(\bar{x})$ sa vypočíta podľa vzťahu:

$$u(x) = s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (1)$$

kde

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (2)$$

je výberový priemer nameraných hodnôt x_i ($i = 1, 2, \dots, n$).

Pri použití tohto vzťahu sa predpokladá vykonanie minimálne 10 opakovaných meraní. Ak to nie je možné dodržať, je potrebné vykonať dodatočnú korekciu, ktorou sa zohľadní nízky počet meraní ($n < 10$). Potom štandardnú neistotu typu A možno vypočítať zo vzťahu:

$$u_A = k_S \times s(\bar{x}) \quad (3)$$

kde k_S je prepočítavací koeficient, ktorého veľkosť závisí od počtu meraní n . Pre $n \geq 10$ je koeficient $k_S = 1$.



<i>n</i>	2	3	4	5	6	7	8	9
<i>k_s</i>	7,0	2,3	1,7	1,4	1,3	1,3	1,2	1,2

Tab.1 Prepočítavacie koeficienty

Vyhodnotenie neistoty typu B – *u_B*

Vyhodnotenie štandardnej neistoty typu B je metóda stanovenia neistoty založená na inej metóde (spôsobe) než štatistickej analýze nameraných údajov. V prvom rade je nevyhnutné identifikovať všetky možné ovplyvňujúce veličiny (zdroje neistôt), ktoré môžu pôsobiť na celkový proces merania. Medzi potenciálne zdroje neistôt patria:

- vplyvy spojené s použitými prístrojmi, etalónmi: neistota kalibrácie alebo overenia, stabilita (drift) prístroja, nekorigované systematické chyby, rozlíšiteľnosť a odčítateľnosť na stupnici prístroja, neistota snímača prístroja, neistota A/D prevodníka, neistota referenčného materiálu, interferencie, dodržanie izokinetiky odberu, hysteréza a i.
- vplyvy okolitého prostredia a jeho zmeny: barometrický tlak, relatívna vlhkosť, elektromagnetické a elektrostatické pole, osvetlenie, teplota a hustota vzduchu, znečistenie prostredia, kolísanie napájacieho napätia, uzemnenie a i.
- vplyvy metódy a operátora: nedodržanie pracovného postupu, nedostatočná rozlíšiteľnosť alebo citlivosť metódy, osobné pracovné zvyklosti a zručnosti, odborné znalosti a skúsenosti a i.
- vplyvy vyplývajúce z charakteru predmetu merania: umiestnenie miesta a bodu merania, reprezentatívnosť bodu merania, prístup k miestu odberu a i.
- ostatné vplyvy: chyba zaokrúhľovania, nepresné hodnoty konštánt a iných parametrov získaných z externých zdrojov a používaných pri vyhodnocovaní, náhodné omyly pri odčítaní alebo zápise údajov a i.

Podrobný postup pri vyhodnotení neistoty typu A a B nájde čitateľ v dostupnej literatúre, napr. [1].

Kombinovaná štandardná neistota – *u_C*

V prípade, že neexistuje žiadna závislosť medzi zdrojmi neistôt vyhodnotenými metódou A a metódou B, potom kombinovaná štandardná neistota sa vypočíta v súlade so zákonom šírenia neistôt zlúčením neistôt *u_A* a *u_B* podľa vzťahu:

$$u_C = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} \tag{4}$$

Rozšírená neistota – *U*

Kombinovaná štandardná neistota *u_C* poskytuje na normálne rozdelenie interval spoľahlivosti približne 68 %, čo pre reálne merania v praxi nepostačuje. Na zabezpečenie prijateľného intervalu sa štandardná neistota *u_C* vynásobí koeficientom pokrytia (rozšírenia) *k*, ktorý v prípade normálneho rozdelenia s pravdepodobnosťou pokrytia 95,45 % má hodnotu *k* = 2. Takto vypočítaná hodnota predstavuje rozšírenú neistotu *U*, v matematickom vyjadrení vzťah (5).

$$U = k \times u_C \tag{5}$$

3. Vyhodnotenie neistoty pri nepriamom meraní

Uvažujme prípad jednej výstupnej veličiny *Y*, ktorá je funkciou *p* veličín *X_i*, ktorých odhady a kovariancie sú známe, a veličina *Y* má tvar

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_p) \tag{6}$$

odhad hodnoty *y* výstupnej veličiny *Y* sa určí podľa vzťahu

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_p) \tag{7}$$

kde *x₁*, *x₂*, ..., *x_p* sú odhady hodnôt vstupných veličín *X₁*, *X₂*, ..., *X_p*.

Potom štandardná neistota *u(y)* odhadu výstupnej veličiny pre nekorelované vstupné veličiny sa vypočíta zo vzťahu

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^p u_i^2(y)} = \sqrt{\sum_{i=1}^p c_i^2 u^2(x_i)} \tag{8}$$

kde *u(x_i)* sú štandardné neistoty vstupných veličín určené metódou A, resp. B,

u(y) má charakter kombinovanej neistoty,
c_i je citlivostný koeficient vstupného odhadu *x_i* (parciálna derivácia modelovej funkcie *f* podľa *X_i*, ak za hodnoty *X_i* dosadíme *x_i*).

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial X_i} = \left. \frac{\partial f}{\partial x_i} \right|_{X_1=x_1, \dots, X_p=x_p} \tag{9}$$

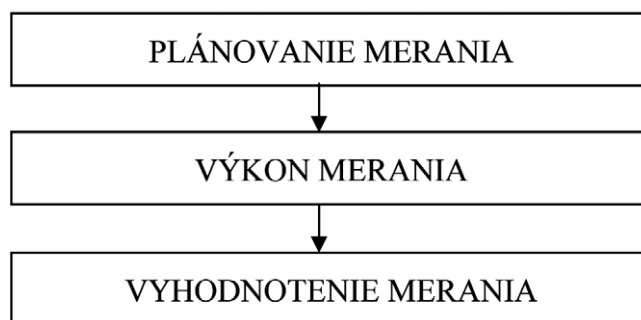
Citlivostný koeficient *c_i* vyjadruje citlivosť výstupného odhadu *y* na zmeny vstupného odhadu *x_i* [5].

4. Vyhodnotenie neistoty pri emisnom meraní

Realistické vyhodnotenie neistoty kvantitatívneho výsledku musí vziať do úvahy všetky faktory ovplyvňujúce výsledok vrátane výsledkov kontroly kvality vzoriek, spôsobilosti používaného zariadenia, primeranosti aplikovaných noriem a dôslednosti práce zamestnancov laboratória. Podhodnotenie neistoty môže viesť k neprimeranému spoliehaniu sa na výsledok a k možným škodám, ktoré z tohto vyplývajú. Nadhodnotenie neistôt môže naopak viesť k používaniu drahšieho zariadenia, ako je potrebné, prípadne k zbytočnému zamietnutiu výrobkov, služieb alebo materiálov.

V prípade emisných meraní možno pri odhade neistoty výsledku merania vychádzať z postupov základnej koncepcie GUM, avšak v určitých špecifických situáciách je vhodné tieto postupy modifikovať tak, aby výsledný odhad neistoty merania čo najvernejšie zodpovedal špecifickým podmienkam emisných meraní.

Na celkovú dôveryhodnosť výsledku emisného merania má vplyv skutočnosť, do akej miery sa posúdili, zhodnotili a prípadne eliminovali konkrétne podmienky súvisiace so zdrojom znečisťovania, miestom merania a zvolenou metódou merania vzhľadom na stanovený cieľ merania. Tento súbor jednotlivých aspektov možno charakterizovať postupnosťou krokov (obr. 2).



Obr.2 Postupnosť krokov pri emisnom meraní

Komplexnejší rozbor jednotlivých etáp a postupnosti krokov pri emisnom meraní je uvedený v EN 15259 [6].

Keďže hmotnostná koncentrácia ZL je v podstate stále vyjadrená funkčným vzťahom, na stanovenie neistoty emisných meraní možno použiť vzťah (7). Okrem zdrojov neistôt vyplývajúcich z analytickej funkcie sa pri vyhodnotení odhadu neistoty merania zohľadnia dodatočné vplyvy. V rámci fázy plánovania merania sa zhodnotia predpokladané vplyvy na neistotu merania vychádzajúce z reálnych skutočností (napr. miesto merania), z poznatkov prevádzkovateľa (napr. drift technológie, koncentrácia ZL) a skúseností pracovníka vykonávajúceho meranie, ktorý ohodnotí predpokladanú neistotu merania. Návody na určenie neistoty pri emisnom meraní plyných ZL poskytujú niektoré normy (EN 14789, EN 15058, EN 14792).

Potom možno vzťah (7) na výpočet neistoty upraviť na modelovú funkciu:



$$y_g = g \left[f(x_1, x_2, \dots, x_p) \times \prod_{j=p+1}^m x_j \right] \quad (10)$$

kde x_j je zdroj neistoty dodatočných vplyvov $X_{p+1}, X_{p+2}, \dots, X_m$ s ich odhadmi $x_{p+1}, x_{p+2}, \dots, x_m$ ($p < m$).

Štandardná neistota $u(y_g)$ modelovej funkcie y_g sa potom vypočíta podľa vzťahu:

$$u(y_g) = \sqrt{\sum_{i=1}^p c_i^2 u^2(x_i) + \prod_{j=p+1}^m A_j^2 u^2(x_j)} \quad (11)$$

kde citlivostné koeficienty c_i sa vypočítajú podľa vzťahu (9) a citlivostné koeficienty A_j sa vypočítajú:

$$A_j = \frac{\partial g}{\partial X_j} = \left. \frac{\partial g}{\partial x_j} \right|_{x_j=x_j, \dots, x_m=x_m} \quad (12)$$

Podľa EN ISO/IEC 17025 (čl. 5.4.6.2) [7] sa môže pri určovaní neistoty použiť primeraný odhad, ktorý vychádza zo znalostí konkrétnych podmienok merania, samotnej použitej metódy, z predchádzajúcich skúseností, údajov z literatúry (hlavne noriem, technických špecifikácií a validačných skúšok), prípadne údajov výrobcu. V podmienkach emisných meraní sa to zvyčajne realizuje formou kvalifikovaného odhadu. V technickej špecifikácii CEN/TS 15675:2007 [8] sa pri zvlášť nepriaznivých podmienkach pri odbere pripúšťa aj možnosť uviesť k neistote merania len vymedzujúce poznámky.

5. Vyhodnotenie neistoty merania tuhých ZL

Stanovenie hmotnostnej koncentrácie tuhých ZL sa realizuje manuálnou izokinetickou metódou. Koncentrácia tuhých ZL sa vypočíta s použitím hodnôt diferenčným vážením zistenej hmotnosti tuhých ZL a zmeraného objemu odobratej suchej vzorky odpadového plynu. Hodnoty objemového prietoku a hmotnostnej koncentrácie sa použijú na výpočet hmotnostného toku TZL.

Pri hodnotení neistoty pri meraní tuhých ZL sa postupuje podľa týchto krokov:

- definovanie meranej veličiny,
- stanovenie modelu merania s identifikáciou zdrojov neistoty,
- kvantifikácia príspevkov jednotlivých zdrojov neistoty,
- výpočet rozšírenej neistoty.

Definícia meranej veličiny

Meranou veličinou je hmotnostná koncentrácia tuhých látok c_{TZL} (v mg TZL/m³).

Model merania a identifikácia zdrojov neistoty

Hmotnostná koncentrácia tuhých látok c_{TZL} sa vypočíta ako podiel hmotnosti zachytených tuhých látok a odsáteného objemu vzorky plynu. Teda model merania môže byť vyjadrený vzťahom:

$$c_{TZL} = \frac{m_2 - m_1}{V_{vz(std)}} = \frac{m}{V_{vz(std)}} \quad (13)$$

kde m je hmotnosť tuhých látok zistená diferenčným vážením (mg) a $V_{vz(std)}$ – objem odsatej vzorky plynu pri štandardných podmienkach (m³).

Rovnako, ako pri meraní iných veličín, je identifikácia zdrojov neistôt a ich vplyvu závislá od konkrétneho použitého meracieho zariadenia, v tomto prípade odberovej aparatúry pozostávajúcej z meradiel viacerých veličín a príslušenstva, a použitej metódy merania. Veľmi významný vplyv na celkovú neistotu a reprezentatívnosť merania môže mať miesto merania a počet a umiestnenie odberových bodov. Preto treba vo fáze plánovania a prípravy merania vo väčšej miere venovať pozornosť týmto faktorom.

Medzi významné zdroje neistôt možno zahrnúť: neistoty merania spojené s meraním stavových veličín odpadového plynu a zloženia plynu,

odchýlky izokinetického odberu vzorky, umiestnenie roviny odberu vzoriek, počet a polohu odberových bodov v priereze potrubia, tvar odsávacej hubice sondy, odchýlky smeru odberových priamok od 90° (nekolmost), resp. vplyv odberu v jednej odberovej priamke, odchýlku osi prúdenia OP v potrubí od osi odsávacej hubice, čas odberu vzorky v jednom bode a celkový čas odberu, oplach filtračnej hlavice a zistenie hmotnosti zachytených TZL, prístup k odberovému miestu, poveternostné vplyvy a i.

Kvantifikovanie príspevkov jednotlivých zdrojov neistoty

Podľa vyššie uvedeného prístupu možno kombinovanú štandardnú neistotu $u(c_{TZL})$ merania tuhých látok vypočítať:

$$u^2(c_{TZL}) = \sum_{i=1}^N \left[\left(\frac{\partial c_{TZL}}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \right] \quad (14)$$

kde $u(c_{TZL})$ je kombinovaná štandardná neistota merania tuhých látok,

$x_i, i = 1$ až N sú vstupné veličiny,

$\partial c_{TZL} / \partial x_i$ je koeficient citlivosti c_i podľa x_i ,

$u(x_i)$ je štandardná neistota vstupnej veličiny x_i .

Parciálne derivácie na výpočet hmotnostnej koncentrácie TZL v suchom plyne (pre model merania podľa vzťahu (13)):

príspevok stanovenia objemu odsáteného odpadového plynu:

$$\frac{\partial c_{TZL}}{\partial V_{vz(std)}} = - \frac{m}{V_{vz(std)}^2} \quad (15)$$

príspevok zistenia hmotnosti tuhých častíc:

$$\frac{\partial c_{TZL}}{\partial m} = \frac{1}{V_{vz(std)}} \quad (16)$$

Potom štandardná neistota je daná vzťahom:

$$u_{c_{TZL}} = \sqrt{\left(\frac{\partial c_{TZL}}{\partial V_{vz(std)}} \right)^2 u_{V_{vz(std)}}^2 + \left(\frac{\partial c_{TZL}}{\partial m} \right)^2 u_m^2} \quad (17)$$

kde u_m je neistota váženia (mg) a

$u_{V_{vz(std)}}$ – neistota stanovenia objemu odsatej vzorky plynu (m³).

Rozšírená neistota

Rozšírená neistota sa vypočíta podľa vzťahu:

$$U = k \times u_{c_{TZL}} \quad (18)$$

5.1 Neistota hmotnostnej koncentrácie tuhých ZL korigovanej na referenčný obsah kyslíka

Na prepočet na referenčný obsah kyslíka v odpadovom plyne sa c_{TZL} vynásobí korekčným faktorom f_c :

$$f_c = \frac{20,95 - O_2^r}{20,95 - O_2^m} \quad (19)$$

$$c_{TZL}^r = f_c \cdot c_{TZL} = \frac{20,95 - O_2^r}{20,95 - O_2^m} \cdot c_{TZL} \quad (20)$$

kde c_{TZL}^r je hmotnostná koncentrácia prepočítaná na referenčný obsah kyslíka, suchý plyn, štandardné podmienky (mg/m³),

c_{TZL} – hmotnostná koncentrácia v suchom plyne a pri štandardných podmienkach (mg/m³),

O_2^r – referenčná objemová koncentrácia O₂ (% obj.),

O_2^m – meraná objemová koncentrácia O₂ (% obj.).

Parciálne derivácie (pre vzťah (20)):

príspevok stanovenia hmotnostnej koncentrácie tuhých ZL:

$$\frac{\partial c_{TZL}^r}{\partial c_{TZL}} = \frac{20,95 - O_2^r}{20,95 - O_2^m} = f_c \quad (21)$$



príspevok zistenia objemovej koncentrácie O_2 :

$$\frac{\partial c_{TZL}^r}{\partial O_2^m} = c_{TZL} \frac{20,95 - O_2^r}{(20,95 - O_2^m)^2} \quad (22)$$

Potom štandardná neistota $u_{c_{TZL}^r}$ je:

$$u_{c_{TZL}^r} = \sqrt{f_c^2 u_{c_{TZL}^m}^2 + \left(c_{TZL} \frac{20,95 - O_2^r}{(20,95 - O_2^m)^2} \right)^2 u_{O_2^m}^2} \quad (23)$$

- kde $u_{c_{TZL}^r}$ je štandardná neistota hmotnostnej koncentrácie pri referenčnom obsahu kyslíka (mg/m^3),
 $u_{c_{TZL}^m}$ – štandardná neistota koncentrácie tuhých ZL v suchom plyne (mg/m^3),
 c_{TZL} – hmotnostná koncentrácia v suchom plyne a pri štandardných podmienkach (mg/m^3),
 $u_{O_2^m}$ – štandardná neistota merania objemovej koncentrácie O_2 (% obj.).

Rozšírená neistota U sa vypočíta podľa vzťahu (7).

5.2 Neistota hmotnostného toku tuhých ZL

Hmotnostný tok tuhých ZL q sa vypočíta podľa vzťahu:

$$q = \frac{Q_s \times c_{TZL}}{10^6} \quad (24)$$

- kde q je hmotnostný tok TZL (kg/h),
 Q_s – objemový prietok suchého odpadového plynu za štandardných podmienok (m^3/h),
 c_{TZL} – hmotnostná koncentrácia TZL za štandardných podmienok v suchom plyne (mg/m^3).

Potom štandardná neistota hmotnostného toku u_q je daná vzťahom:

$$u_q = \sqrt{\left(\frac{\partial q}{\partial Q_s} \right)^2 \cdot u_{Q_s}^2 + \left(\frac{\partial q}{\partial c_{TZL}} \right)^2 \cdot u_{c_{TZL}}^2} \quad (25)$$

- kde $u_{c_{TZL}}$ je neistota hmotnostnej koncentrácie tuhých častíc (mg/m^3),
 u_{Q_s} – neistota stanovenia objemového prietoku (m^3/h).

Parciálne derivácie (pre vzťah (25)):

príspevok stanovenia hmotnostnej koncentrácie tuhých ZL:

$$\frac{\partial q}{\partial c_{TZL}} = \frac{Q_s}{10^6} \quad (26)$$

príspevok stanovenia objemového prietoku:

$$\frac{\partial q}{\partial Q_s} = \frac{c_{TZL}}{10^6} \quad (27)$$

Rozšírená neistota U sa vypočíta podľa vzťahu (7).

5.3 Alternatívny postup odhadu neistoty merania tuhých ZL

Vzhľadom na to, že pri odbere tuhých látok sa do celkovej neistoty vo väčšej miere zahŕňajú vplyvy spojené s miestom odberu, počtom a polohou odberových bodov, oplach hlavice a i., výpočet podľa tohto vzťahu by plne nezodpovedal podmienkam pri meraní a výsledná neistota by bola podhodnotená. Preto možno v prípade odberov tuhých ZL použiť podobný prístup, ako je uvedené v norme STN ISO 9096 alebo STN EN 13284-1, kde sa na základe výsledkov paralelných meraní vypočíta interná alebo externá neistota. Vplyv spomenutých zdrojov neistoty sa môže odhadovať ako kvalifikovaný odhad.

Potom možno vzťah (14) modifikovať takto:

$$u^2(c_{TZL}) = \sum_{i=1}^N \left[\left(\frac{\partial c_{TZL}}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \right] + u_r^2 \quad (28)$$

kde u_r je opakovateľnosť určená zo smerodajnej odchýlky $s(z)$.

$$u_r = \sqrt{2} \times s(z) \quad (29)$$

kde $s(z)$ je smerodajná odchýlka párových meraní.

u_r predstavuje maximálny rozdiel medzi dvoma meraniami vykonanými tou istou meracou skupinou pre 95 % interval spoľahlivosti.

Smerodajná odchýlka $s(z)$ sa vypočíta podľa vzťahu:

$$s(z) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{i,1} - x_{i,2})^2}{2n}} \quad (30)$$

kde n je počet párov vzoriek x_1 a x_2 .

Zo smerodajnej odchýlky $s(z)$ možno vypočítať internú neistotu u_1 (mg/m^3):

$$u_1 = t_{0,95,n-1} \times s(z) \quad (31)$$

$t_{0,95,n-1}$ je Studentov koeficient pre 95 % spoľahlivosť a $n - 1$ stupňov volnosti.

6. Dokumenty týkajúce sa vyjadrovania a odhadu neistôt pri meraniach

MSA 0105-97 (EAL-G23)

– Vyjadrovanie neistôt pri kvantitatívnych skúškach.

STN P ENV 13005

– Návod na určovanie neistoty pri meraní. (GUM)

STN ISO 5725

– Presnosť (správnosť a zhodnosť) metód a výsledkov merania.

STN EN ISO 20988

– Ochrana ovzdušia. Návod na odhad neistoty merania.

STN ISO/TS 21748

– Návod na používanie odhadov opakovateľnosti, reprodukovateľnosti a správnosti v odhadovaní neistoty merania.

STN ISO 13752

– Ochrana ovzdušia. Hodnotenie neistoty meracej metódy v prevádzkových podmienkach použitím inej referenčnej metódy.

STN EN ISO 14956

– Ochrana ovzdušia. Hodnotenie vhodnosti meracieho postupu porovnaním s požadovanou neistotou merania.

M3003

– The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement, UKAS, 2007

QUAM:2000.1

– Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Second Edition, EURACHEM/CITAC Guide CG4, 2000

EUROLAB Technical Report 1/2006. Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results.

EUROLAB, 2006

Literatúra

[1] PALEŇČÁR, R., HALAJ, M.: Metrologické zabezpečenie systémov riadenia kvality. Bratislava: Vydavateľstvo STU 1998. ISBN 80-227-1171-3.

[2] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML. 1. vydanie 1993, revidované vydanie 1995. ISBN 92-67-10188-9, 1995.

[3] TPM 0051-93 – Stanovenie neistôt pri meraniach. FÚNM 1993.

[4] NIGUT, J., VARGA, M.: Zásady vyhodnotenia neistoty pri emisnom meraní. In: Sborník referátů 14. tradiční mezinárodní konference



Měření emisí. Seč – Ústupky 5. – 6. mája 2009. Praha : ALME – EMPLA 2009. ISBN 978-80-904343-0-1. s. 72 – 82.

[5] PALENČÁR, R.: Neistoty v meraní, pri kalibrácii a skúšaní. In: Zborník prednášok z odborného kurzu. SMS, TU Košice, STU Bratislava. Košice: 2008.

[6] STN EN 15259 – Ochrana ovzdušia. Meranie emisií zo stacionárnych zdrojov. Požiadavky na miesta a úseky merania a na cieľ merania, plán merania a správu z merania. 2008.

[7] STN EN ISO/IEC 17025 – Všeobecné požiadavky na kompetentnosť skúšobných a kalibračných laboratórií. 2005.

[8] STN CEN/TS 15675 – Ochrana ovzdušia. Meranie emisií zo stacionárnych zdrojov. Používanie EN ISO/IEC 17025:2005 pri periodických meraniach. 2009.

Ing. Jozef Nigut

Ing. Miloš Varga

43

EKO-TERM SERVIS s. r. o., Košice

Meranie emisií, kalibrácie, funkčné skúšky AMS

e-mail: nigut@ets-ke.sk

varga@ets-ke.sk