

ДОДАТОК 8.А (довідковий)

РОБОЧІ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДУ, ОТРИМАНІ ПІД ЧАС ВАЛІДАЦІЇ МЕТОДУ

8.А.1 Загальні положення

Оскільки склад відпрацьованих газів змінюється з часом, неможливо визначити повторюваність і відтворюваність методу відповідно до ISO 5725-2.

Однак, якщо одна команда виконує випробування з паралельним відбиранням проб за допомогою двох ідентичних систем відбирання проб, за такою методикою можна виконати статистичне порівняння парних значень $X_{i,1}$ і $X_{i,2}$.

Стандартні відхилення s парних значень обчислюють так:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{i,1} - x_{i,2})^2}{2n}}, \quad (8.A.1)$$

де n — кількість парних значень.

Стандартне відхилення можна використовувати для обчислення:

- внутрішньої невизначеності u (або внутрішнього довірчого інтервалу), пов'язаної з окремим вимірюванням, виконаним цією командою:

$$u = t_{0,95;n-1} s, \quad (8.A.2)$$

де $t_{0,95;n-1}$ — коефіцієнт Стюдента для рівня достовірності 95 % і ступенів свободи $n - 1$.

- повторюваність r (відповідно до ISO 5725-2), тобто максимальна різниця між двома вимірюваннями, виконаними однією командою, для рівня достовірності 95 %:

$$r = \sqrt{2} t_{0,95;n-1} s. \quad (8.A.3)$$

Випробувальні лабораторії можуть використовувати ці дані як інструмент у межах забезпечення якості.

Коли дані надаються кількома незалежними командами, що працюють разом, можна виконати такі обчислення й отримати оцінку таких показників:

- розширена невизначеність, пов'язана з окремим вимірюванням, виконаним будь-якою командою, що відповідає вимогам цього стандарту. Таку невизначеність потрібно враховувати, порівнюючи виміряні значення з граничним значенням викидів;
- відтворюваність R (відповідно до ISO 5725-2), тобто максимальна різниця R , яку можна очікувати з рівнем достовірності 95 % між двома вимірюваннями, виконаними різними командами, що працюють відповідно до вимог цього стандарту за фактичних умов перебігу процесу.

8.А.2 Експериментальні дані

Валідаційні випробування проводили на двох муніципальних сміттєспалювальних установках, обладнаних різними системами обробки газів:

- установка А: метод напівсухої обробки з тканинним фільтром, температура димових газів — 140 °С;
- установка В: електрофільтр зі скрубєром, температура димових газів — 60 °С, насичені водяною парою.

Тривалість відбирання проб було обмежено 30 хвилинами.

Результати наведено в таблиці 8.А.1.

Таблиця 8.А.1 — Результати валідаційного випробування

	Установка		
	А	В	
Кількість команд, які працювали паралельно	4	3	
Кількість пристроїв, установлених зовні/усередині димоходу	1/3	3/0	
Кількість послідовних випробувань	32	16	
	Пил тільки на фільтрі мг/м ³	Загальна кількість пилу, включно з промиванням мг/м ³	Загальна кількість пилу мг/м ³
Концентрація пилу середній показник: діапазон:	4,7 2–17	6,4 3–19	2,5 0,3–6,8
Повторюваність	1,7	2,1	1,9
Розширена невизначеність	2,4	4,0	1,8
Відтворюваність	3,4	5,7	2,6

Межу виявлення оцінювали на основі результатів, отриманих однією командою:

- для сухих газів: приблизно 0,3 мг/м³ (пил тільки на фільтрі);
- для газів, насичених водяною парою: приблизно 2 мг/м³ (загальна кількість пилу).

8.А.3 Коментарі

Під час зазначених випробувань було зафіксовано високі значення холостої проби (± 1 мг/м³ або вище) через невизначеність зважування сухих екстрактів після промивання (наприклад, використання ємностей із невідповідного матеріалу).

Подальше дослідження показало, що такі невизначеності можна зменшити до менше ніж 0,5 мг/м³, що покращить показники повторюваності й відтворюваності.

Збільшення часу відбирання проб до 60 або 90 хвилин значно покращило б відтворюваність вимірювань.