

ДОДАТОК 4.D

(довідковий)

РЕЗУЛЬТАТИ ПОРІВНЯЛЬНИХ ВИПРОБУВАНЬ

4.D.1 Загальні положення

Для визначення робочих характеристик, було проведено два міжлабораторні випробування – в лабораторних та польових умовах.

4.D.2 Характеристики установок

4.D.2.1 *Випробування проводились на установках, зазначених у 4.D.2.2 та 4.D.2.3.*

4.D.2.2 *Газорозподільний колектор було випробувано з чотирма рівнями концентрацій чистих тестових газів N₂O та шістьма тестовими газами N₂O, що містили різні концентрації інтерферуючих компонентів.*

4.D.2.3 *Було випробувано установку спалювання осаду стічних вод у киплячому шарі, обладнану системами для додаткового спалювання, електростатичного осадження пилу та мокрої очистки димових газів.*

До випробувань було залучено чотири групи із шістьма аналізаторів. Параметри димових газів подано в таблиці 4.D.1.

Таблиця 4.D.1 – Результати розрахунку невизначеності

Об'ємна витрата димових газів м ³ /год	O ₂ %	CO ₂ %	CO мг/м ³	NO _x як NO ₂ мг/м ³	SO ₂ мг/м ³	N ₂ O мг/м ³
20500-24000	9-11,5	10-13	14-40	13-56	5-15	57-214

4.D.3 Повторюваність, відтворюваність та невизначеність досліджень в лабораторних та польових умовах

4.D.3.1 Загальні положення

Стандартне відхилення повторюваності $s_{r,j}$ для кожного рівня концентрації, коефіцієнт варіації повторюваності $C_{v,r}$, стандартне відхилення відтворюваності

$S_{R,j}$ для кожного рівня концентрації, коефіцієнт варіації відтворюваності $C_{V,R}$, стандартна невизначеність u_j (яка включає міжлабораторну та стандартну невизначеність відтворюваності, а також систематичну похибку), та коефіцієнт варіації стандартної невизначеності $C_{V,u}$ розраховуються відповідно до ISO 5725-2 [2], з використанням результатів міжлабораторного випробування на газорозподільному колекторі (4.D.2.2) та під час випробувань в польових умовах на установці для спалювання осадів стічних вод (4.D.2.3).

4.D.3.2 Результати визначення повторюваності, відтворюваності та невизначеності

4.D.3.2.1 Оцінка на газорозподільному колекторі

Результати міжлабораторних досліджень наведено в таблиці 4.D.2 (без впливу інтерферентів) та в таблиці 3.D.3 (з урахуванням впливу інтерферентів).

Таблиця 4.D.2 – Робочі характеристики згідно з ISO 5725-2 [2]; результати міжлабораторного випробування на газорозподільному колекторі, визначені за участю чотирьох випробувальних лабораторій і п'яти аналізаторів

Робочі характеристики	Рівень концентрації			
	1	2	3	4
Кількість результатів випробувань, n	60	60	60	52
Очікуване значення, мг/м^3	35,5	170,7	104,5	0,0
Середнє значення, \bar{y} , мг/м^3	35,6	172,5	104,3	0,0
Стандартне відхилення повторюваності, $S_{r,j}$, мг/м^3	0,12	0,35	0,06	0,24
Стандартне відхилення відтворюваності, $S_{R,j}$, мг/м^3	0,65	0,43	1,20	0,29
Коефіцієнт варіації повторюваності, $C_{V,r}$, %	0,3	0,2	0,1	— ^a
Коефіцієнт варіації відтворюваності, $C_{V,R}$, %	1,8	0,3	1,1	— ^a
Стандартна невизначеність, u_j , мг/м^3	0,74	1,98	1,33	0,39
Коефіцієнт варіації стандартної невизначеності (відносна стандартна невизначеність, віднесена до середнього значення), $C_{V,u}$, %	2,1	1,1	1,3	— ^a
^a Розрахунок не є доцільним на нульовому рівні.				

Таблиця 4.D.3 – Робочі характеристики згідно з ISO 5725-2 [2] з урахуванням інтерферентів; результати міжлабораторного випробування на газорозподільному колекторі, визначені за участю чотирьох випробувальних лабораторій і чотирьох аналізаторів (рівень концентрації 5: п'ять аналізаторів)

Робочі характеристики	Рівень концентрації					
	5	6	7	8	9	10
Інтерференти	5 % CO ₂	10 % CO ₂	10 % CO ₂ 80 мг/м ³ CO	10 % CO ₂ 240 мг/м ³ CO	10 % CO ₂ 400 мг/м ³ CO	10 % CO ₂ 120 мг/м ³ CO 230 мг/м ³ SO ₂
Кількість результатів випробувань, <i>n</i>	54	48	48	48	48	48
Очікуване значення, мг/м ³	62,9	66,1	62,1	60,4	65,9	64,9
Середнє значення, \bar{y} , мг/м ³	61,0	64,0	64,5	69,2	64,3	62,7
Стандартне відхилення повторюваності, $S_{r,j}$, мг/м ³	0,12	0,08	0,08	0,04	0,14	0,92
Стандартне відхилення відтворюваності, $S_{R,j}$, мг/м ³	2,76	2,45	2,31	2,53	3,00	3,84
Коефіцієнт варіації повторюваності, $C_{V,r}$, %	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	1,5
Коефіцієнт варіації відтворюваності, $C_{V,R}$, %	4,5	3,8	3,6	3,7	4,7	6,1
Стандартна невизначеність, u_j , мг/м ³	3,80	3,47	3,57	9,39	3,68	4,76
Коефіцієнт варіації стандартної невизначеності (відносна стандартна невизначеність, віднесена до середнього значення), $C_{V,u}$, %	6,2	5,4	5,5	13,6	5,7	7,6

Спостерігається, що стандартна невизначеність без інтерферентів у пробі газу є дуже низькою: між 1,1 % та 2,1 % відносно середніх значень (коефіцієнт варіації стандартної невизначеності). Також можна відзначити, що основна частина цієї невизначеності зумовлена застосуванням методу з використанням різних

аналізаторів та різних лабораторій (відтворюваність). Якщо ж вимірювання виконує одна лабораторія, то стандартне відхилення повторюваності (або відповідний коефіцієнт варіації) є дуже низьким.

У випадку використання тестових газів, що містять CO₂, CO та SO₂ в якості інтерферентів, стандартна невизначеність зростає до 5,5-7,6 % з одним викидом у 13,6 %. Проте також можна бачити, що ця невизначеність головним чином зумовлена відтворюваністю (робота різних лабораторій). Повторюваність як середнє відхилення в межах однієї лабораторії є значно нижчою.

4.D.3.2.2 Оцінка на установці зі спалювання осадів стічних вод

Результати міжлабораторного випробування на установці зі спалювання осадів стічних вод наведені в таблиці 4.D.4. Значення робочих характеристик є вищими, ніж на газорозподільному колекторі. Це було зумовлено, зокрема, значними коливаннями концентрацій N₂O у димових газах печі. Загалом, у реальних польових умовах спостерігається відносно значне розсіювання вимірених значень. Відносні стандартні невизначеності методу в реальних польових умовах становлять від 7,4 % до 12,1 %.

Таблиця 4.D.4 – Робочі характеристики згідно з ISO 5725-2 [2]; результати міжлабораторного випробування на установці зі спалювання осадів стічних вод в польових умовах, визначені за участю чотирьох випробувальних лабораторій і шести аналізаторів (рівень концентрації 1 та 2: п'ять аналізаторів)

Робочі характеристики	Рівень концентрації								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Кількість результатів випробувань, <i>n</i>	30	30	36	42	36	18	18	18	18
Середнє значення, \bar{y} , мг/м ³	169,5	214,6	120,9	149,7	69,4	191,5	166,2	56,8	61,5
Стандартне відхилення, S_j на рівні <i>j</i> , мг/м ³	13,8	15,9	10,9	14,1	8,41	17,2	20,2	6,68	6,13