

ДОДАТОК 9.D

(довідковий)

ПРИКЛАД ОЦІНКИ ВІДПОВІДНОСТІ НЕДИСПЕРСІЙНОГО ІНФРАЧЕРВОНОГО МЕТОДУ ВИМІРЮВАННЯ СО ВИМОГАМ ЩОДО ВИМІРЮВАННЯ ВИКИДІВ

9.D.1 Загальні положення

Цей додаток містить приклад обчислення бюджету невизначеності, складеного для конфігурації 1, з метою демонстрації відповідності встановленим вимогам щодо невизначеності.

Процедура обчислення невизначеності вимірювань ґрунтується на законі поширення невизначеності, як описано в EN ISO 14956 або в керівництві ISO/IEC 98-3 (GUM). Окремі стандартні невизначеності, сумарну стандартну невизначеність та розширену невизначеність визначають відповідно до вимог EN ISO 14956 або керівництва ISO/IEC 98-3.

9.D.2 Елементи, необхідні для визначення невизначеності

9.D.2.1 Модель рівняння

На першому етапі встановлюють модельне рівняння. Воно описує математичну залежність між вимірюваною величиною та всіма параметрами, що впливають на результат вимірювання. Ці параметри називають вхідними величинами. Необхідно чітко визначати як вимірювану величину, так і вхідні величини.

Модельну функцію використовують для обчислення результату вимірювання на основі значень, призначених вхідним величинам, та для отримання комбінованої невизначеності результату вимірювання шляхом застосування закону поширення невизначеності.

Модельне рівняння для концентрації C_{CO} загалом може бути подане як сума окремих внесків C_i , як показано у формулі (9.D.1):

$$C_{CO} = \sum_{i=1}^N C_i \quad (9.D.1)$$

Окремі внески C_i представляють об'ємну концентрацію, зафіксовану аналізатором, і додаткові поправки через відхилення, спричинені робочими характеристиками аналізатора та впливними величинами, як зазначено в таблиці 9.D.1.

Таблиця 9.D.1 – Параметри і внески сигналу та невизначеності

Номер i	Параметр	Внесок сигналу C_i	Внесок невизначеності u_i
1	Об'ємна концентрація, яку показує аналізатор	C_{read}	$u_r = S_r$
2	Повторюваність	C_r	u_r
3	Невідповідність	C_{lof}	u_{lof}
4	Короткочасний дрейф нуля	$C_{d,z}$	$u_{d,z}$
5	Короткочасний дрейф діапазону	$C_{d,s}$	$u_{d,s}$
6	Вплив температури навколишнього середовища на нульове значення ^a	$C_{t,z}$	$u_{t,z}$
7	Вплив температури навколишнього середовища на діапазонне значення ^a	$C_{t,s}$	$u_{t,s}$
8	Вплив тиску газу проби	C_p	u_p
9	Вплив потоку газу проби	C_f	u_f
10	Вплив напруги живлення	C_v	u_v
11	Перехресна чутливість (інтерференція)	C_i	u_i
12	Налаштування (калібрувальний газ)	C_{adj}	u_{adj}
^a	Оберіть найбільш відповідний з обох варіантів залежно від рівня вимірюваної концентрації		

9.D.2.2 Комбінована невизначеність

Комбіновану невизначеність $u_c(C_{CO})$ концентрації C_{CO} визначають шляхом застосування закону поширення невизначеності до формули (9.D.1), що призводить

до квадратичного підсумовування внесків невизначеності u_i , наведених у таблиці 9.D.1:

$$u_c(C_{CO}) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[\left(\frac{\partial C_{CO}}{\partial C_i} \right)^2 u^2(C_i) \right]} = \sqrt{\sum_{i=1}^N u^2(C_i)} = \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2} \quad (9.D.2)$$

Внески невизначеності u_i визначають на основі наявних характеристик роботи вимірювальної системи, даних щодо розсіювання повторних вимірювань, даних про діапазон впливних величин або даних, зазначених у калібрувальних сертифікатах. Якщо внесок невизначеності не подано у вигляді стандартної невизначеності (стандартного відхилення), необхідно виконати його перетворення у стандартну невизначеність.

9.D.2.3 Розширена невизначеність

Загалом, невизначеність, пов'язану з результатом вимірювання, подають як розширену невизначеність, що відповідає комбінованій невизначеності, помноженій на коефіцієнт охоплення k . Оскільки більшість значень компонентів невизначеності u_i визначають за результатами випробувань, де розподіл імовірності значень є прямокутним для більшості параметрів і нормальним для деяких параметрів, використовують коефіцієнт $k = 2,0$ для рівня довіри приблизно 95 %. Це обґрунтовано тим, що кількість вимірювань для визначення внесків невизначеності та відповідне число ступенів свободи є достатньо великими або, можливо, матиме місце прямокутний розподіл.

Розширена невизначеність $U(C_{CO})$ концентрації C_{CO} визначають за формулою (9.D.3):

$$U(C_{CO}) = 2,0u_c(C_{CO}) \quad (9.D.3)$$

9.D.2.4 Визначення внесків невизначеності у випадку прямокутних розподілів

У випадку прямокутних розподілів стандартну невизначеність u_i обчислюють відповідно до EN ISO 14956 за формулою (9.D.4):

$$u_i = \sqrt{\frac{(C_{i,max} - C_{i,adj})^2 + (C_{i,min} - C_{i,adj})(C_{i,max} - C_{i,adj}) + (C_{i,min} - C_{i,adj})^2}{3}} \quad (9.D.4)$$

де $C_{i,min}$ – мінімальне значення середнього показника, на який впливає параметр i ;

$C_{i,max}$ – максимальне значення середнього показника, на який впливає параметр i ;

$C_{i,adj}$ – значення середнього показника під час налаштування.

Формулу (9.D.4) можна спростити у таких випадках:

— Якщо значення $C_{i,adj}$ знаходиться в центрі інтервалу, обмеженого максимальним значенням $C_{i,max}$ та мінімальним значенням $C_{i,min}$ для всіх значень C_i , то стандартну невизначеність u_i обчислюють за формулою (9.D.5):

$$u_i = \frac{(C_{i,max} - C_{i,min})}{\sqrt{12}} \quad (9.D.5)$$

— Якщо абсолютне значення відхилення вище та нижче центрального значення подано як ΔC_i (див. формулу 9.D.6), то стандартну невизначеність u_i обчислюють за формулою (9.D.7):

$$|C_{i,max} - C_{i,adj}| = |C_{i,min} - C_{i,adj}| = \Delta C_i \quad (9.D.6)$$

$$u_i = \frac{\Delta C_i}{\sqrt{3}} \quad (9.D.7)$$

— Якщо значення $C_{i,adj}$ збігається з $C_{i,min}$ або $C_{i,max}$, то стандартну невизначеність u_i обчислюють за формулою (9.D.8):

$$u_i = \frac{(C_{i,max} - C_{i,min})}{\sqrt{3}} \quad (9.D.8)$$

9.D.2.5 Визначення внесків невизначеності за допомогою коефіцієнтів чутливості

Внесок C_i у виміряне значення, спричинений параметром i , можна обчислити за допомогою значення X_i цього параметра та відповідного коефіцієнта чутливості b_i , як показано у формулі (9.D.9):

$$C_i = b_i X_i \quad (9.D.9)$$

Внесок варіації параметра до загальної невизначеності вимірних значень можна обчислити, виходячи з діапазону значень цього параметра в розглянутому

випадку застосування та коефіцієнта чутливості цього параметра, визначеного під час лабораторного тестування аналізатора, за допомогою формули (9.D.10):

$$u_i = |b_i|u(X_i) \quad (9.D.10)$$

де u_i – внесок невизначеності у загальну невизначеність виміряних значень, спричинений варіацією параметра i ;

b_i – коефіцієнт чутливості параметра i ;

$u(X_i)$ – стандартна невизначеність через варіацію параметра i .

Варіацію параметра i можна перетворити на стандартну невизначеність, використовуючи формули (9.D.4 — 9.D.8).

9.D.3 Приклад обчислення невизначеності

9.D.3.1 Специфічні умови на місці вимірювання

У таблиці 9.D.2 наведено специфічні умови на місці вимірювання, тобто значення та діапазони варіацій впливних величин, використані в цьому прикладі.

Таблиця 9.D.2 – Специфічні умови на місці вимірювання та значення або діапазони впливних параметрів, застосовані в цьому прикладі

Специфічні умови	Значення або діапазон
Діапазон аналізатора	0 мг/м ³ – 100 мг/м ³
Досліджувана концентрація СО (граничне значення СО для місця вимірювання), подана за стандартних умов температури і тиску та за референтної концентрації кисню	50 мг/м ³
Референтна концентрація кисню за об'ємом	11%
Польові умови Об'ємна витрата проби Температура під час налаштування Коливання температури навколишнього середовища під час вимірювання Коливання напруги Тиск газу під час налаштування Коливання тиску газу Коливання об'ємної концентрації СО ₂ Коливання концентрації N ₂ O Коливання концентрації СН ₄	60 л/год ± 5 л/год 285 К 283 К – 308 К 230 В × (1 ± 5%) 99 кПа 99 кПа – 100 кПа 8% – 12% незначні 0 мг/м ³ – 10 мг/м ³
Калібрувальний газ (концентрація СО у N ₂ , без інтерференційних домішок)	80 мг/м ³ × (1 ± 2%)

9.D.3.2 Робочі характеристики

Таблиця 9.D.3 містить робочі характеристики методу, використаного в цьому прикладі. Ці параметри можуть впливати на відгук аналізатора та включають метрологічні характеристики аналізатора, а також впливні величини (умови

навколишнього середовища, такі як температура, напруга, тиск і хімічні інтерференти).

Таблиця 9.D.3 – Робочі характеристики

Робоча характеристика	Робочий критерій	Результати лабораторних та польових випробувань
Час відгуку	≤ 200 с	120 с
Стандартне відхилення повторюваності в лабораторії при нульовій точці	$\leq 1,0$ % ^a	0,3 % ^a
Стандартне відхилення повторюваності в лабораторії при точці діапазону	$\leq 2,0$ % ^a	0,45 % ^a
Невідповідність	$\leq 2,0$ % ^a	0,6 % ^a
Короткочасний дрейф нуля	$\leq 2,0$ % ^a	0,01 % ^a
Короткочасний дрейф діапазону	$\leq 2,0$ % ^a	0,5 % ^a
Вплив зміни температури навколишнього середовища від 5 °С до 25 °С і від 40 °С до 20 °С у нульовій точці	$\leq 5,0$ % ^a	0,5 % ^a
Вплив зміни температури навколишнього середовища від 5 °С до 25 °С і від 40 °С до 20 °С у точці діапазону	$\leq 5,0$ % ^a	1,0 % ^a
Вплив тиску проби газу у точці діапазону при зміні тиску Δp на 3 кПа	$\leq 2,0$ % ^a	0,4 % від виміряного значення
Вплив об'ємної витрати пробного газу при зміні витрати на 10 л/год	$\leq 2,0$ % ^a	0,2 % ^a
Вплив напруги при зміні напруги на 10 В у точці діапазону	$\leq 2,0$ % ^a	0,12 % ^a
Перехресна чутливість CO ₂ (15 %) N ₂ O (20 мг/м ³) CH ₄ (50 мг/м ³)	Загалом: $\leq 4,0$ % ^a	-0,8 мг/м ³ 1,0 мг/м ³ 2,0 мг/м ³
Налаштування за допомогою калібрувальних газів		2,0 % від виміряного значення

9.D.3.3 *Визначення внесків невизначеності*

Відповідні внески невизначеності визначаються наступним чином:

a) Об'ємна концентрація, вказана аналізатором

Невизначеність u_{read} , пов'язана зі зчитуванням концентрації, зумовлена роздільною здатністю аналізатора і способом збору даних. Вона може вважатися незначною.

b) Повторюваність

Стандартна невизначеність u_r , спричинена повторюваністю, дорівнює стандартному відхиленню повторюваності S_r , яке обчислюють на основі результатів повторних вимірювань.

Можна провести кілька випробувань на різних концентраціях, але лише одне значення додають до обчислення бюджету невизначеності, наприклад:

- стандартне відхилення повторюваності, що відповідає найближчій вимірній концентрації в димоході;
- найвище (відносне) стандартне відхилення повторюваності незалежно від вимірної концентрації в димовому каналі.

c) Відсутність погодження

Якщо $C_{lof,max}$ є максимальним відхиленням між вимірними значеннями та відповідними значеннями, отриманими в результаті лінійної регресії під час лабораторного тестування, тоді можна припустити, що невідповідність має рівномірний розподіл у межах інтервалу $[-C_{lof,max}; +C_{lof,max}]$. Стандартну невизначеність u_{lof} обчислюють за прямокутним законом розподілу ймовірностей відповідно до формули (9.D.11):

$$u_{lof} = \frac{C_{lof,max}}{\sqrt{3}} \quad (9.D.11)$$

d) Короткочасний дрейф нуля

Можна припустити, що дрейф нульового значення $C_{d,z}$ має рівноймовірний розподіл у межах інтервалу $[-C_{d,z}; +C_{d,z}]$. Стандартну невизначеність $u_{d,z}$ обчислюють за прямокутним законом розподілу ймовірностей відповідно до формули (9.D.12):

$$u_{d,z} = \frac{C_{d,z}}{\sqrt{3}} \quad (9.D.12)$$

е) Короткочасний дрейф діапазону

Можна припустити, що дрейф діапазону $C_{d,s}$ має рівноймовірний розподіл у межах інтервалу $[-C_{d,s}; +C_{d,s}]$. Стандартну невизначеність $u_{d,s}$ обчислюють за прямокутним законом розподілу ймовірностей відповідно до формули (9.D.13):

$$u_{d,s} = \frac{C_{d,s}}{\sqrt{3}} \quad (9.D.13)$$

ф) Перехресна чутливість (інтерференція)

Особливо у випадку хімічних компонентів відхилення, спричинені різними перешкодами (інтерферентами), виникають одночасно і в однаковій пропорції, тобто стандартні невизначеності цих речовин є корельованими. Щоб уникнути недооцінки адитивних ефектів та переоцінки ефектів через компенсацію, EN ISO 14956 рекомендує визначати суму всіх стандартних невизначеностей перешкод з позитивним впливом на вимірюване значення і суму всіх стандартних невизначеностей перешкод з негативним впливом на вимірюване значення та зберігати найбільшу суму як репрезентативне значення для всіх перешкод.

Перехресну чутливість тестують в лабораторних умовах для однієї концентрації взаємної перешкоди та вважають її пропорційною до значення цього інтерферента. Корекція $C_{i,j}$ перехресної чутливості інтерферента j також є пропорційною до його варіації $X_{i,j}$.

$$C_{i,j} = b_{i,j} X_{i,j} \quad (9.D.14)$$

де $b_{i,j}$ – (постійний) коефіцієнт чутливості інтерферента j , визначений у лабораторному тестуванні

Зазвичай концентрація інтерферента в калібрувальному газі, який використовують для налаштування аналізатора, дорівнює нулю.

Якщо відомо лише максимальна відхилення $C_{ip,j}$ виміряного значення, спричинене інтерферентом j , або його максимальне значення $X_{ip,j}$, що має позитивний вплив на вимірне значення, то можна припустити, що відхилення, спричинене цим інтерферентом, має рівноймовірний розподіл у діапазоні від нуля до максимального значення. У такому випадку відповідна стандартна невизначеність $u_{ip,j}$ обчислюють за формулою (9.D.15):

$$u_{ip,j} = \frac{C_{ip,j}}{\sqrt{3}} = |b_{ip,j}| \frac{X_{ip,j}}{\sqrt{3}} \quad (9.D.15)$$

Якщо відомі значення $X_{ip,j,adj}$ під час налаштування аналізатора, а також мінімальне та максимальне значення $X_{ip,j,min}$ і $X_{ip,j,max}$ протягом періоду вимірювання, то стандартна невизначеність інтерферента j з позитивним впливом на вимірне значення може бути обчислене на основі формул (9.D.4) та (9.D.10) за допомогою формули (9.D.16):

$$u_{ip,j} = |b_{ip,j}| \sqrt{\frac{(X_{ip,j,max} - X_{ip,j,adj})^2 + (X_{ip,j,min} - X_{ip,j,adj})(X_{ip,j,max} - X_{ip,j,adj}) + (X_{ip,j,min} - X_{ip,j,adj})^2}{3}} \quad (9.D.16)$$

Якщо значення $X_{ip,j,adj}$ під час налаштування аналізатора дорівнює нулю, то стандартну невизначеність інтерферента j з позитивним впливом на вимірне значення обчислюють за формулою (9.D.17):

$$u_{ip,j} = |b_{ip,j}| \sqrt{\frac{(X_{ip,j,max})^2 + (X_{ip,j,min})(X_{ip,j,max}) + (X_{ip,j,min})^2}{3}} \quad (9.D.17)$$

Суму всіх стандартних невизначеностей інтерферентів із позитивним впливом на вимірне значення обчислюють за формулою (9.D.18):

$$u_{ip} = \sum_{j=1}^p u_{ip,j} \quad (9.D.18)$$

Стандартні невизначеності u_j та їхню суму u_{\square} для всіх інтерферентів із негативним впливом на вимірне значення обчислюють аналогічно невизначеностям інтерферентів із позитивним впливом:

$$u_{\square} = \sum_{j=1}^n u_{,j} \quad (9.D.19)$$

Стандартна невизначеність u_i викликана перехресною чутливістю через корельовані інтерференти – це максимальне значення між u_{ip} та u_{\square} :

$$u_i = \max(u_{ip}; u_{\square}) \quad (9.D.20)$$

Некорельовані інтерференти розглядають окремо.

g) Впливні величини

Впливні величини, такі як температура навколишнього середовища, атмосферний тиск, потік проби газу та напруга живлення, тестують в лабораторних випробуваннях для одного значення величини, і вважають, що ефекти цих впливних величин є пропорційними до їхнього значення. Корекція C_i ефекту впливної величини також пропорційна її змінній X_i (див. формулу (9.D.21)):

$$C_i = b_i X_i \quad (9.D.21)$$

де b_i – (постійний) коефіцієнт чутливості впливної величини i , визначений під час лабораторного тестування.

Обчислення стандартної невизначеності, пов'язаної з корекцією відхилень, спричинених змінами впливних величин, залежить від значення $X_{i,adj}$ впливної величини під час налаштування аналізатора, а також від мінімального та максимального значення $X_{i,min}$ та $X_{i,max}$ цієї величини в період вимірювань. Невизначеність можна обчислити за допомогою формул (9.D.4 — 9.D.10), використовуючи коефіцієнт чутливості та відхилення значень впливної величини або безпосередньо від відхилень вимірних значень.

h) Налаштування

Стандартну невизначеність u_{adj} обчислюють на основі невизначеності калібрувального газу. Зазвичай невизначеність, надана виробником, є розширеною невизначеністю U_{cal} . Для рівня довіри 95 % стандартну невизначеність u_{adj} приблизно визначають за формулою (9.D.22):

$$u_{adj} = \frac{U_{cal}}{2,0} \quad (9.D.22)$$

Якщо розширена невизначеність подана як відносна невизначеність $U_{cal,rel}$ у відсотках, стандартну невизначеність корекції для концентрації C_{CO} обчислюють за формулою (9.D.23):

$$u_{adj} = \frac{U_{cal,rel}C_{CO}}{2,0} \quad (9.D.23)$$

9.D.3.4 Результат обчислення невизначеності

9.D.3.4.1 Стандартні невизначеності

Таблиця 9.D.4 містить результати обчислень невизначеності на основі даних, наведених у Таблицях 9.D.2 і 9.D.3.

Таблиця 9.D.4 – Результати обчислення невизначеностей

Параметр	Стандартна невизначеність	Значення стандартної невизначеності при граничному значенні (у мг/м ³)
Повторюваність в лабораторії за діапазону	u_r	$0,45\% \times 100 = 0,45$
Невідповідність	u_{lof}	$\frac{0,6\% \times 100}{\sqrt{3}} = 0,35$
Короткочасний дрейф нуля	$u_{d,z}$	$\frac{0,01\% \times 100}{\sqrt{3}} = 0,006$
Короткочасний дрейф діапазону	$u_{d,s}$	$\frac{0,5\% \times 100}{\sqrt{3}} = 0,29$
Вплив температури навколишнього середовища	$u_{t,s}$	$\left \frac{1\%}{20} \right \times 100 \times \sqrt{\frac{(308 - 285)^2 + (308 - 285)(283 - 285) + (283 - 285)^2}{3}} = 0,64$
Вплив тиску пробного газу	u_p	$\left \frac{0,4\%}{3} \right \times 50 \times \frac{100 - 99}{\sqrt{3}} = 0,04$
Вплив потоку пробного газу	u_f	$\left \frac{0,2\%}{10} \right \times 100 \times \frac{5 \times 2}{\sqrt{3}} = 0,12$
Вплив напруги живлення	u_v	$\left \frac{0,12\%}{10} \right \times 100 \times \frac{(230/100 \times 5)}{\sqrt{3}} = 0,08$
Інтерферент: CO ₂	u_{i,CO_2}	$\frac{ -0,8\% }{15} \times \sqrt{\frac{12^2 + 12 \times 8 + 8^2}{3}} = 0,54$

Інтерферент: СН4	u_{i,CH_4}	$\frac{2}{50} \times \sqrt{\frac{10^2}{3}} = 0,23$
Невизначеність калібрувального газу	u_{adj}	$\frac{ 2\% \times 50}{2} = 0,5$

9.D.3.4.2 Комбінована невизначеність

Сума стандартних невизначеностей інтерферентів, що мають негативний вплив на вимірне значення, є більшою за суму всіх стандартних невизначеностей інтерферентів із позитивним впливом:

$$u_i = \max(u_{ip}; u_{i\ominus}) + 0,54 \frac{\text{мг}}{\text{м}^3} \quad (9.D.24)$$

Згідно з формулою (9.D.2), комбіновану невизначеність концентрації СО обчислюють як:

$$u_c(C_{CO}) = \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2} = \sqrt{u_r^2 + u_{lof}^2 + u_{d,z}^2 + u_{d,s}^2 + u_{t,s}^2 + u_f^2 + u_p^2 + u_v^2 + u_i^2 + u_{adj}^2} \quad (9.D.25)$$

$$\sqrt{0,35^2 + 0,45^2 + 0,006^2 + 0,29^2 + 0,64^2 + 0,12^2 + 0,04^2 + 0,08^2 + 0,54^2 + 0,5^2} \text{ мг/м}^3 = 1,18 \text{ мг/м}^3$$

9.D.3.4.3 Розширена невизначеність

Абсолютна та відносна розширена невизначеність для $k=2$:

$$U(C_{CO}) = 2,36 \text{ мг/м}^3 \quad (9.D.26)$$

$$u_{rel}(C_{CO}) = 4,7\% \quad (9.D.27)$$

9.D.3.4.4 Оцінка відповідності вимогам щодо якості вимірювань

Робочий критерій щодо перехресної чутливості виконують як для суми інтерферентів із позитивним впливом на вимірні значення, так і для суми інтерферентів із негативним впливом:

$$C_{ip} = 0,23\% < 4\% \quad (9.D.28)$$

$$|C_{i\ominus}| = 0,54\% < 4\% \quad (9.D.29)$$

Усі значення робочих характеристик, отримані в лабораторних та польових випробуваннях, відповідають робочим критеріям. Таким чином, метод вимірювання відповідає встановленим вимогам.