

11/10/2010

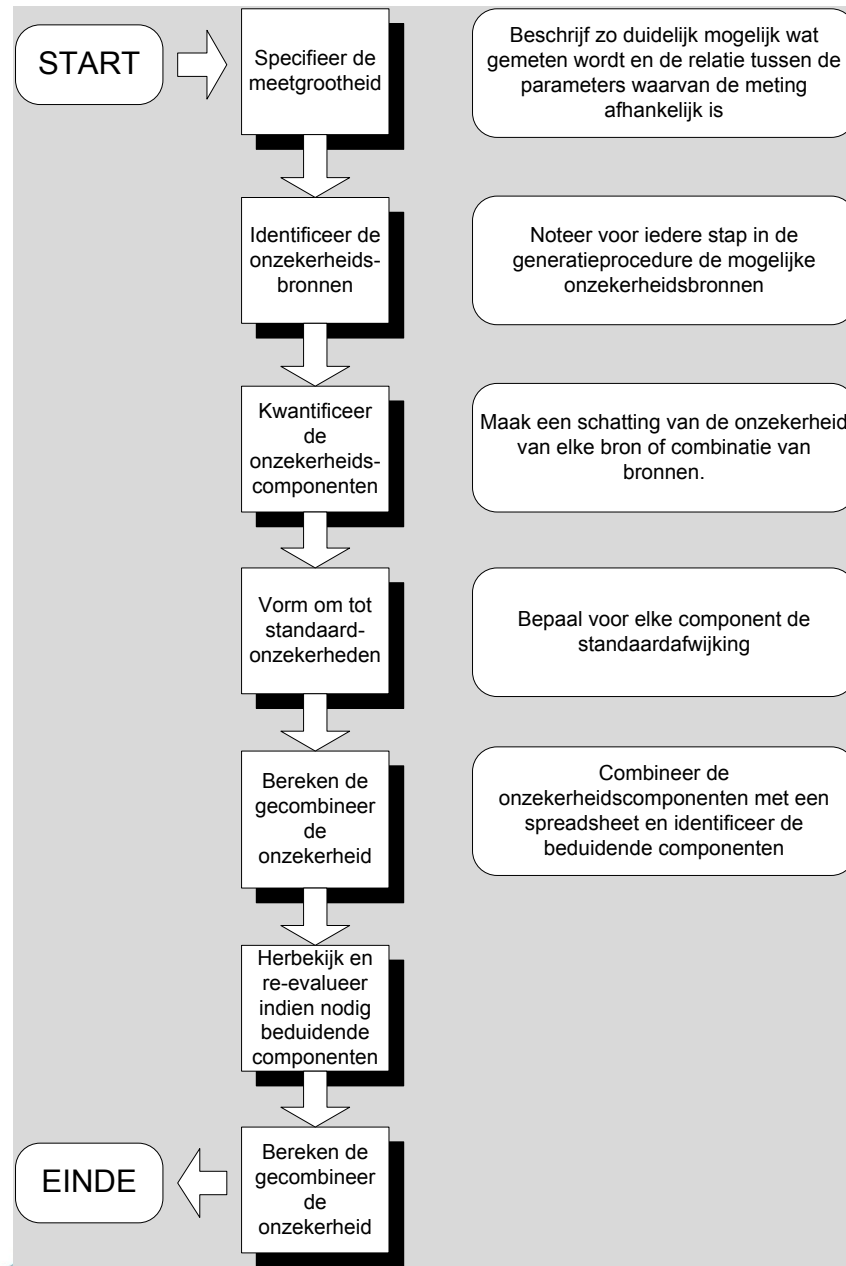
Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

W. Swaans – Werkgroep Lucht 1/10/2010

Meetonzekerheidsberekening algemeen

- Volgens de ISO-GUM, “Guide to the expression of Uncertainty in Measurement”- NBN ENV 13005:2003 / ISO/IEC Guide 98-3:2008
- Meer praktisch gericht document= Eurachem/CITAC gids (Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement)-QUAM:2000.1
<http://www.measurementuncertainty.org/mu/QUAM2000-1.pdf>
- Meetonzekerheid= schatting bijhorend bij een meting die de range bepaalt waarbinnen het meetresultaat met grote zekerheid gelegen is

Stappenplan



Stappenplan voor de meetonzekerheidsberekening

- 1) Opstellen van de mathematische relatie tussen de meetgrootte en invoergrootheden: $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_n)$
- 2) Bepaal x_i , de geschatte waarde van X_i en identificeer de onzekerheidsbronnen → “visgraatdiagram=visuele voorstelling”
- 3) Kwantificering van de onzekerheidscomponenten: bepaling van de standaardonzekerheid $u(x_i)$ van elke invoerschattting x_i

Type A evaluatie/schatting van onzekerheid: door statistische analyse

Type B evaluatie/schatting van onzekerheid: door andere middelen dan statistische analyse

- 4) Bereken de gecombineerde standaardonzekerheid

$$u_c^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u_i^2$$

- 5) Bereken de uitgebreide meetonzekerheid:

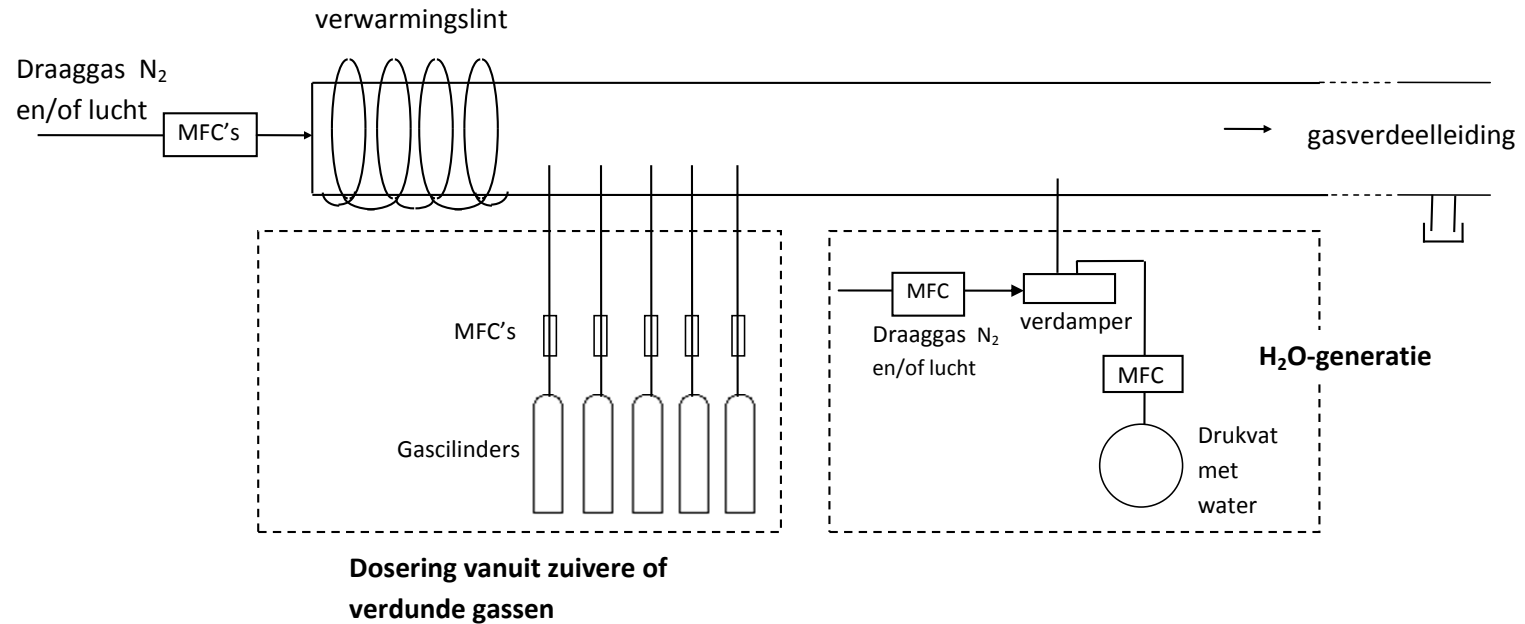
$U = k \cdot u_c(y)$ – dekkingsfactor k (coverage factor)=2 (95% betrouwbaarheidsniveau)

Meetonzekerheidsberekening algemeen

Bepaling van individuele onzekerheidscomponenten:

- Door middel van experimenteel werk in het laboratorium op routine analyses (herhaalbaarheidsproeven)
- Door middel van metingen op referentiematerialen
- Door middel van het gebruik van ruwe data van vroeger of bekomen op andere plaatsen buiten het laboratorium (informatie van producenten, interlaboratoriumtesten, data uit kwaliteitsborging, ...)
- Door middel van het beoordelingsvermogen van de analist ten gevolge van zijn ervaring

Bereiding van gasmengsels van anorganische pollutanten door middel van dynamische verdunning



Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

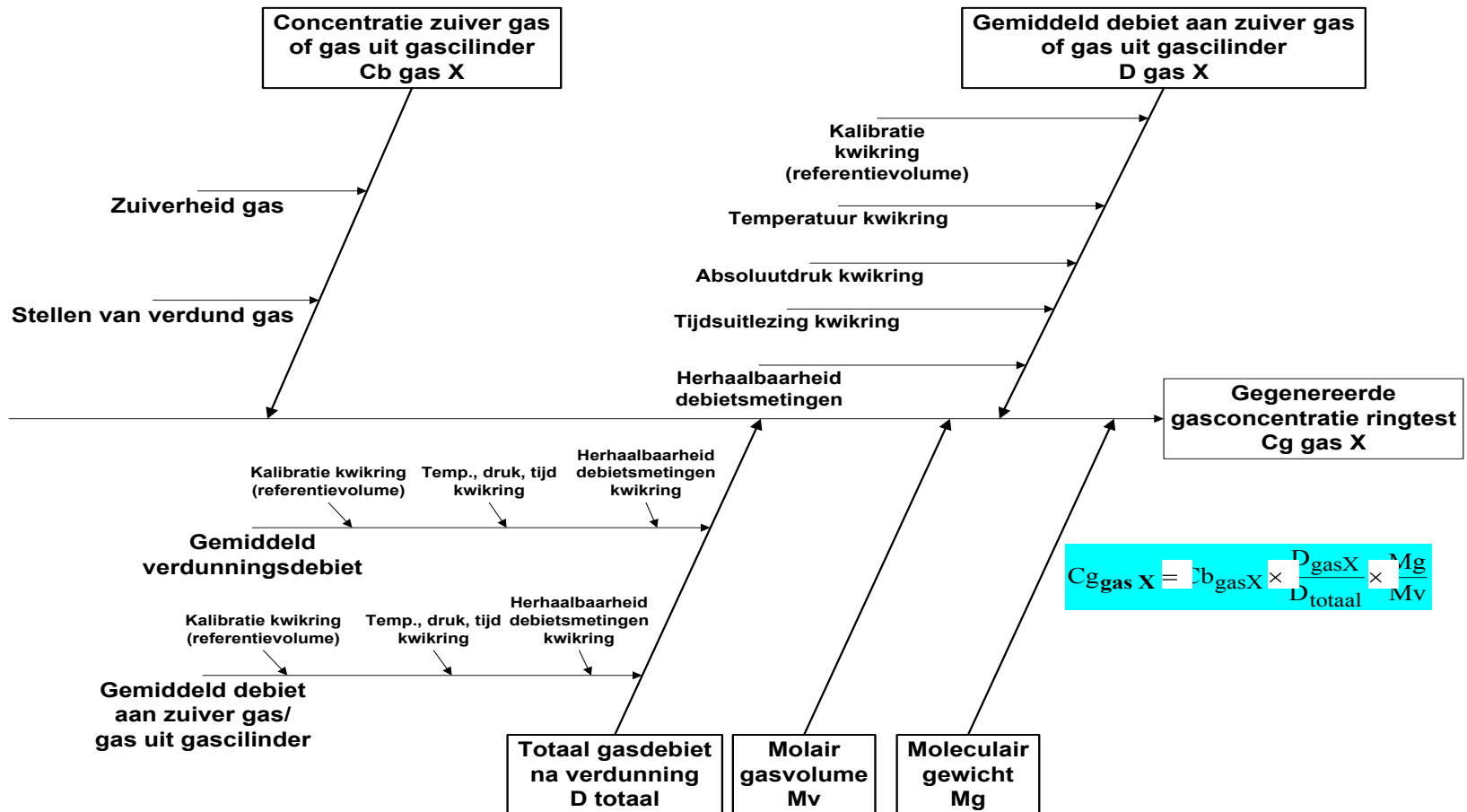
STAP 1: RELATIE TUSSEN DE MEETGROOTHEID EN DE INVOERGROOTHEDEN

$$C_{g_{\text{gas X}}} = C_{b_{\text{gas X}}} \times \frac{D_{\text{gas X}}}{D_{\text{totaal}}} \times \frac{M_g}{M_v}$$

- $C_{g_{\text{gas X}}}$: gegeneerde gasconcentratie van een gas X tijdens een bepaalde ringtest-stap in mg/Nm^3 droog (voor NO_2 , NO , SO_2 , CO) en in % voor CO_2
- $C_{b_{\text{gas X}}}$: beginconcentratie van het gedoseerde gas X in ppm voor NO_2 , NO , SO_2 en CO ; in % voor CO_2
- $D_{\text{gas X}}$: debiet van gas X in l/min bij 1013,25 mbar en 21,0°C
- D_{totaal} : Totaal gasdebiet in l/min bij 1013,25 mbar en 21,0°C (= $D_{\text{gas X}} + D_1 + D_2 + D_3 + \dots$ waarbij D_1 , D_2 , D_3 , ... verdunningsdebieten zijn, uitgedrukt in l/min bij 1013,25 mbar en 21,0°C)
- M_g : moleculair gewicht van het betreffende gas X
- M_v : Molair volume bij 0°C en 1013,25 mbar (22,414 liter)

Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

STAP 2: IDENTIFICATIE VAN DE ONZEKERHEIDSRONNEN OP EEN VISGRAATDIAGRAM



Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

STAP 3: KWANTIFICERING VAN DE ONZEKERHEIDSCOMPONENTEN

- Onzekerheid op de beginconcentratie van het gedoseerde gas X
- Onzekerheid op het gemiddeld gasdebiet van het gedoseerde gas X (zuiver gas of uit een gascilinder)
- Onzekerheid op het totaal gasdebiet na verdunning
- Onzekerheid op het molair gasvolume
- Onzekerheid op het moleculair gewicht

Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

STAP 3: KWANTIFICERING VAN DE ONZEKERHEIDSCOMPONENTEN

- Onzekerheid op de beginconcentratie van het gedoseerde gas X
 - Dosering vanuit zuiver gas (CO , CO_2): onzuiverheid van het gas wordt in rekening gebracht *bv CO: 99,9%, onzuiverheid=0,1%*
 - Dosering vanuit een gascilinder met verdund gas met certificaat (NO en SO_2): de aangekochte gascilinder met verdund gas wordt gesteld tov het 100% gas \Rightarrow bepaling eigen certificaatwaarde \pm standaardonzekerheid
2010: Relatieve meetonzekerheid (2s) op NO/SO_2 -conc=0,5%
 - Dosering vanuit een gascilinder met verdund gas met certificaat (NO_2): de certificaatwaarde en onzekerheid wordt gebruikt (2010: $2s= 1\%$)

Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

STAP 3: KWANTIFICERING VAN DE ONZEKERHEIDSCOMPONENTEN

- Onzekerheid op het gemiddeld gasdebiet van het gedoseerde gas X en onzekerheid op het totaal gasdebiet na verdunning
- Alle tijdens de ringtest ingestelde MFC-debieten worden in 6-voud vóór en na de ringtest gemeten ten opzichte van één van drie kwikringdebietsmeters met gekalibreerde volumes

⇒ gemiddelde debiet \pm standaardafwijking
(standaardafwijking=standaardonzekerheid)

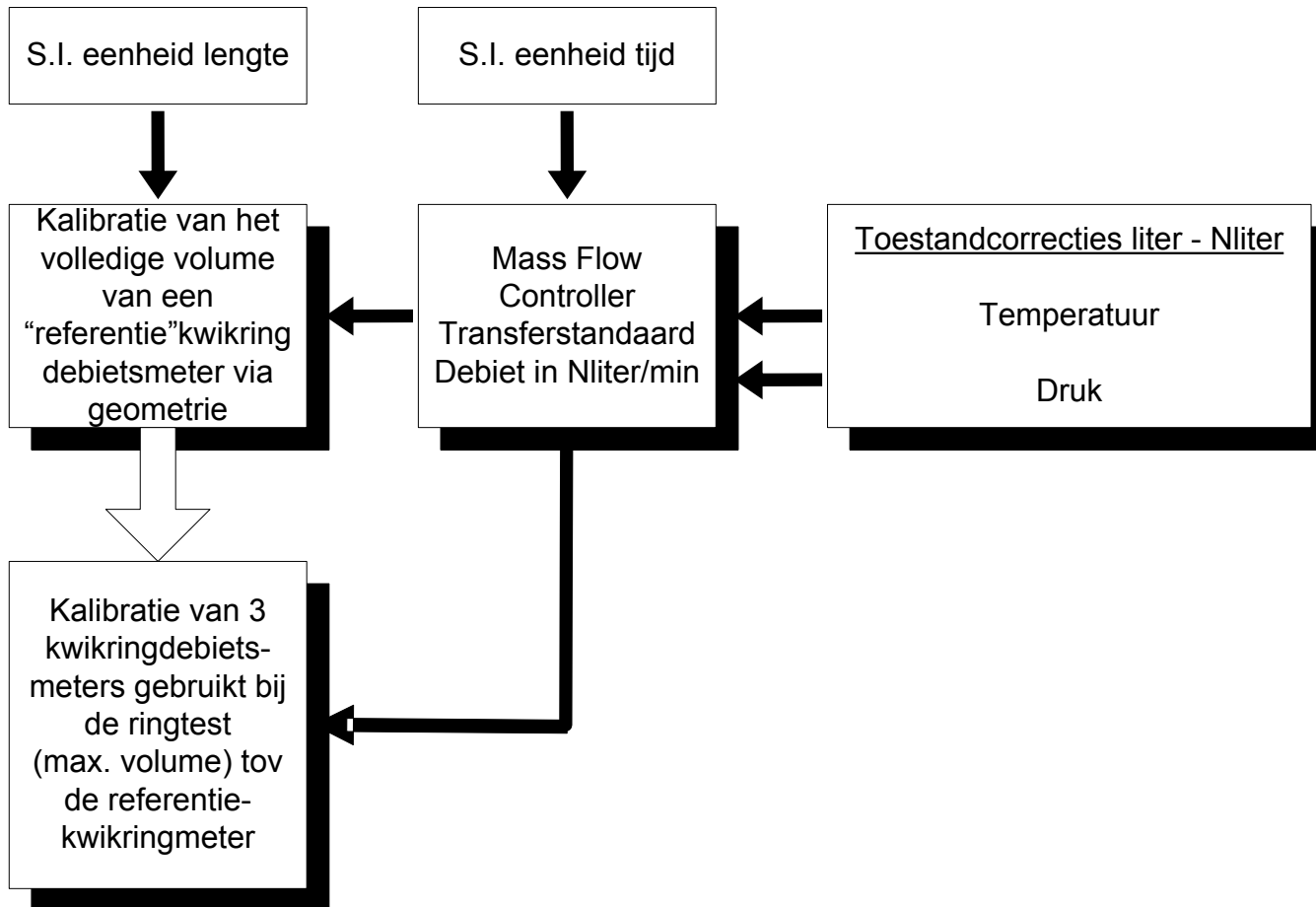
Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

STAP 3: KWANTIFICERING VAN DE ONZEKERHEIDSCOMPONENTEN

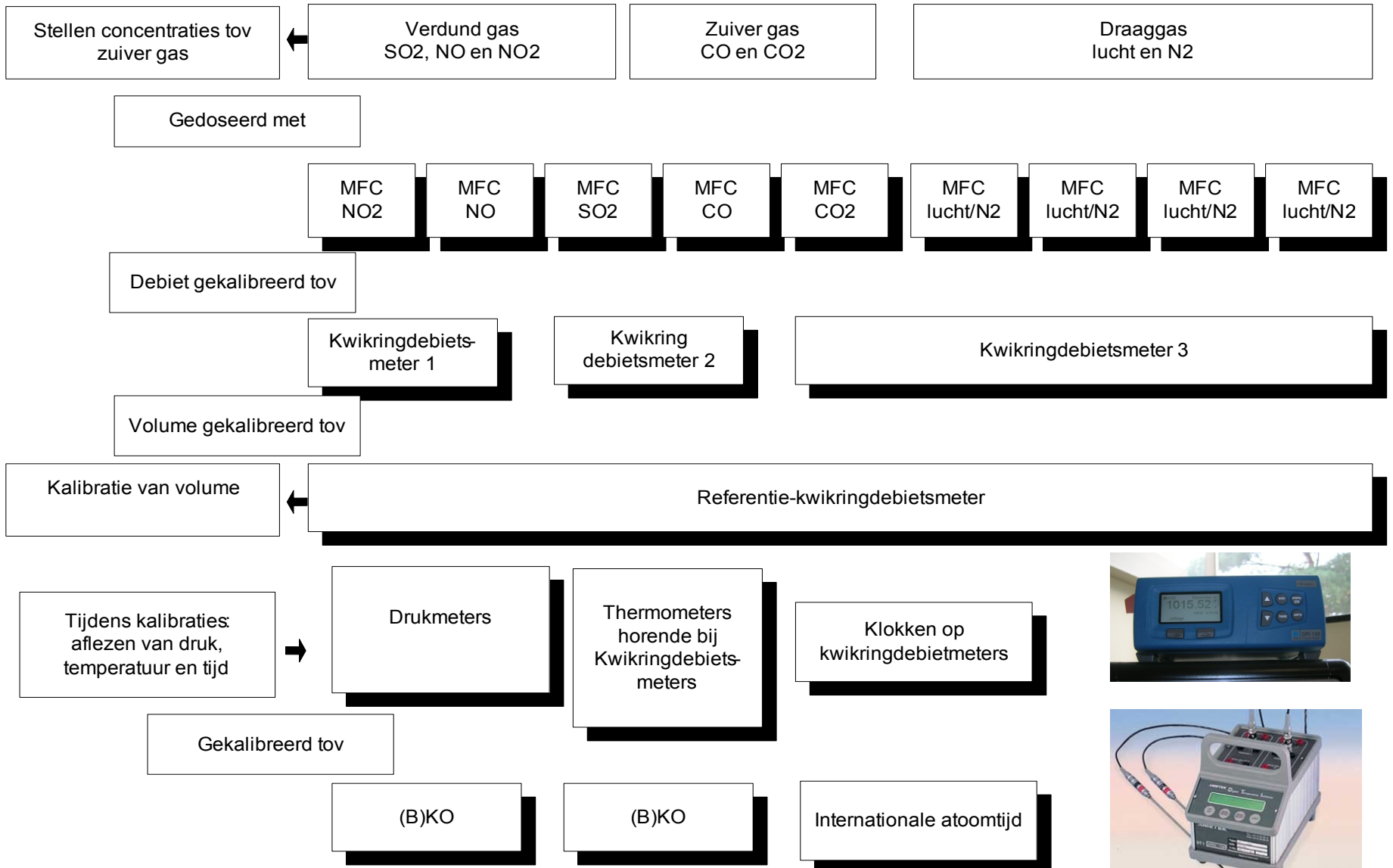
- Onzekerheid op het gemiddeld gasdebiet van het gedoseerde gas X en onzekerheid op het totaal gasdebiet na verdunning
- Deze 3 kwikringen zijn herleidbaar naar 1 kwikringmeter “MIE-ILU-189” waarvan het max. volume 5-jaarlijks door geometrie bepaald wordt
- De onzekerheid (1s) op een enkele debiets-meting met deze kwikringdebiets-meters bedraagt maximum 0,2%



Herleidbaarheid van de kwikringdebietsmeters



Kalibratieschema



Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

STAP 3: KWANTIFICERING VAN DE ONZEKERHEIDSCOMPONENTEN

- Onzekerheden op het molair volume en moleculair gewicht
 - $u(M_v)/M_v$ en $u(M_g)/M_g$ zijn verwaarloosbaar

Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

STAP 4: BEREKENING VAN DE GECOMBINEERDE STANDAARDONZEKERHEID

$$\frac{u(C_{g_{\text{gas } X}})}{C_{g_{\text{gas } X}}} = \sqrt{\left(\frac{u(C_{b_{\text{gas } X}})}{C_{b_{\text{gas } X}}}\right)^2 + \left(\frac{u(D_{\text{gas } X})}{D_{\text{gas } X}}\right)^2 + \left(\frac{u(D_{\text{totaal}})}{D_{\text{totaal}}}\right)^2 + \left(\frac{u(M_v)}{M_v}\right)^2 + \left(\frac{u(M_g)}{M_g}\right)^2}$$

$$u(D_{\text{totaal}}) = \sqrt{u(D_{\text{gas } X})^2 + u(D_1)^2 + u(D_2)^2 + u(D_3)^2 + \dots}$$

Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

STAP 5: BEREKENING VAN DE UITGEBREIDE MEETONZEKERHEID

$$U = k X \frac{u(Cg_{\text{gas } X})}{Cg_{\text{gas } X}}$$

Met $k=2$ (95 % betrouwbaarheid)

Meetonzekerheidsberekening op de gasgeneratie bij ringtesten

LABS-2010: Meetonzekerheid (%) op 2s-niveau

Stap	SO ₂	NO ₂	CO	CO ₂	NO	NO _x	O ₂
1		1,4				1,4	0,0
2	1,4						0,6
3	1,3	1,2	0,4	0,5	1,4	1,1	0,4
4	1,5						1,0
5	1,0		0,5	0,4	2,3	2,3	0,7
6					1,7	1,7	
7			0,7				
8	2,3		0,9	0,6	1,3	1,3	0,9
9	0,8				0,9	0,9	0,8