

Emissionen aus stationären Quellen  
**Qualitätssicherung für automatische Messeinrichtungen**  
Deutsche Fassung prEN 14181:2001

**DIN**  
**EN 14181**

Diese Norm ist Bestandteil des VDI-DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Bd. 5

ICS 13.040.40

Einsprüche bis 2001-10-31

Stationary source emissions —  
Quality assurance of automated measuring systems;  
German version prEN 14181:2001

Émission des sources fixes —  
Assurance qualité des systèmes automatiques de mesure;  
Version allemande prEN 14181:2001

### Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten an Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN  
(Postfach 10 11 39, 40002 Düsseldorf)

### Nationales Vorwort

Der Europäische Norm-Entwurf prEN 14181 wurde im Europäischen Komitee für Normung (CEN) in der Arbeitsgruppe WG 9 "Quality assurance of automated measuring systems" (Sekretariat und Obmannschaft: Dänemark) des Technischen Komitees CEN/TC 264 "Luftbeschaffenheit" (Sekretariat: Deutschland) unter Mitwirkung deutscher Experten, die vom Arbeitsausschuss "Prüfpläne für automatische Messeinrichtungen" der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN - Normenausschuss - benannt worden sind, ausgearbeitet.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen und Europäischen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 6879 siehe DIN ISO 6879

ISO 9169 siehe DIN ISO 9169

Fortsetzung Seite 2  
und 61 Seiten prEN

Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss

**Nationaler Anhang NA**  
(informativ)

**Literaturhinweise**

DIN ISO 6879

Luftbeschaffenheit – Verfahrenskenngrößen und verwandte Begriffe für Meßverfahren zur Messung der  
Luftbeschaffenheit (ISO 6879 : 1995)

DIN ISO 9169

Luftbeschaffenheit - Bestimmung von Verfahrenskenngrößen von Meßverfahren (ISO 9169 : 1994)

**CEN TC 264**

Datum: 2001-06

**prEN 14181**

CEN TC 264

Sekretariat: DIN

## **Emissionen aus stationären Quellen — Qualitätssicherung für automatische Messeinrichtungen**

*Émission des sources fixes — Assurance qualité des systèmes automatiques de mesure*

*Stationary source emissions — Quality assurance of automated measuring systems*

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm  
Dokument-Untertyp:  
Dokument-Stage: CEN-Umfrage  
Dokument-Sprache: D

## Inhalt

|                                                                                                                                      |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Vorwort.....                                                                                                                         | 4  |
| Einleitung .....                                                                                                                     | 5  |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                                            | 6  |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                                       | 6  |
| 3 Begriffe .....                                                                                                                     | 7  |
| 4 Symbole und Abkürzungen.....                                                                                                       | 9  |
| 4.1 Symbole .....                                                                                                                    | 9  |
| 4.2 Abkürzungen .....                                                                                                                | 11 |
| 5 Anforderungen und Einschränkungen .....                                                                                            | 11 |
| 5.1 Einschränkungen .....                                                                                                            | 11 |
| 5.2 Messort.....                                                                                                                     | 12 |
| 5.3 QAL2.....                                                                                                                        | 12 |
| 5.4 QAL3.....                                                                                                                        | 13 |
| 5.5 AST .....                                                                                                                        | 13 |
| 6 Qualitätssicherung beim Einbau (QAL2) .....                                                                                        | 13 |
| 6.1 Allgemeine Beschreibung des Verfahrens.....                                                                                      | 13 |
| 6.2 Einbau der AMS.....                                                                                                              | 14 |
| 6.3 Auswahl des Kalibrierbereiches.....                                                                                              | 14 |
| 6.4 Vergleichsmessungen mit dem SRM .....                                                                                            | 15 |
| 6.5 Kalibrierung .....                                                                                                               | 16 |
| 6.6 Kalibrierfunktion der AMS und deren Gültigkeit.....                                                                              | 17 |
| 6.7 Berechnung der Variabilität .....                                                                                                | 18 |
| 6.8 Variabilitätsprüfung .....                                                                                                       | 18 |
| 6.9 Berichterstattung über QAL2 .....                                                                                                | 19 |
| 7 Laufende Qualitätssicherung beim Betrieb (QAL3).....                                                                               | 20 |
| 7.1 Allgemeines .....                                                                                                                | 20 |
| 7.2 Beschreibung der zur Sicherstellung einer fortlaufenden Qualität benötigten QA/QC-<br>Verfahrensanweisungen.....                 | 20 |
| 7.3 Anforderungen an den Betrieb .....                                                                                               | 20 |
| 7.4 Entwurf und Anwendung von CUSUM-Regelkarten für den Nachweis von Drift und für die<br>Präzision .....                            | 21 |
| 7.5 Dokumentation der CUSUM-Regelkarten .....                                                                                        | 24 |
| 8 Jährliche Funktionsprüfung.....                                                                                                    | 24 |
| 8.1 Beschreibung der Elemente der jährlichen Funktionsprüfung (AST) .....                                                            | 24 |
| 8.2 Verfahren zur jährlichen Funktionsprüfung (AST) .....                                                                            | 25 |
| 9 Rückführbarkeit.....                                                                                                               | 30 |
| Anhang A (normativ) Ablaufdiagramm für CUSUM-Kontrollkarten .....                                                                    | 31 |
| Anhang B (normativ) Linearitätsprüfung .....                                                                                         | 33 |
| Anhang C (informativ) Rückführbarkeit.....                                                                                           | 35 |
| Anhang D (informativ) Beispiel für die Berechnung der Kalibrierfunktion und die Durchführung der<br>Variabilitätsprüfung .....       | 37 |
| Anhang E (informativ) Beispiel für die Berechnung der Standardabweichung $\sigma_{AMS}$ der AMS am Null-<br>und Referenzpunkt.....   | 52 |
| Anhang F (informativ) Beispiel für die Anwendung der Kalibrierfunktion und Durchführung der<br>Variabilitätsprüfung in der AST ..... | 56 |
| Anhang G (informativ) CUSUM-Regelkarte für den Feldeinsatz (Drift) .....                                                             | 60 |

|                         |    |
|-------------------------|----|
| Literaturhinweise ..... | 61 |
|-------------------------|----|

## **Vorwort**

Dieses Europäische Dokument wurde vom CEN /TC 264 "Luftbeschaffenheit" erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

## Einleitung

Diese Norm beschreibt Verfahren für die Qualitätssicherung von automatischen Messeinrichtungen (AMS) zur Einhaltung von festgelegten Anforderungen an die Unsicherheit von Messwerten. Entsprechende Festlegungen werden beispielsweise in EU-Richtlinien [4, 5, 6] oder in der nationalen Gesetzgebung getroffen.

Dazu werden drei verschiedene Stufen der Qualitätssicherung festgelegt, die im folgenden als Qualitätssicherungsstufen (QAL) bezeichnet werden. Diese Stufen umfassen die Eignung einer AMS für die Messaufgabe (beispielsweise vor oder während der Beschaffung der AMS), die Validierung der AMS nach dem Einbau und die Kontrolle der AMS während des Betriebs an der industriellen Anlage. Weiterhin wird eine jährliche Funktionsprüfung (AST) festgelegt.

Die drei Qualitätssicherungsstufen und die jährliche Funktionsprüfung können wie folgt zusammengefasst werden:

— QAL1: Ermittlung der Eignung der AMS und des Messverfahrens

In diesem Verfahren wird die Eignung der AMS und des Messverfahrens ermittelt, um die Übereinstimmung mit Anforderungen an die Unsicherheit der Messwerte zu überprüfen. Dies geschieht durch Ermittlung der Gesamtunsicherheit aus den Unsicherheitsbeiträgen, die durch die einzelnen Verfahrenskenngrößen hervorgerufen werden. Die Ermittlung der Eignung stellt für den Betreiber einer Anlage grundsätzlich sicher, dass eine AMS in der Lage ist, die Anforderungen einer festgelegten Unsicherheit zu erfüllen. Das Verfahren der QAL1 ist in EN ISO 14956 festgelegt.

— QAL2: Qualitätssicherung beim Einbau

Diese Stufe beschreibt die Verfahren zur Validierung und Kalibrierung einer AMS nach dem Einbau an einem industriellen Schornstein oder einer Abgasleitung. In der QAL2 wird eine Anzahl von Vergleichsmessungen mit geeigneten Standardreferenzmessverfahren (SRM) durchgeführt. Mit Hilfe der Ergebnisse dieser Vergleichsmessungen wird die Kalibrierfunktion der AMS aufgestellt und die Unsicherheit der mit der AMS ermittelten Messwerte durch Vergleich mit der festgelegten Unsicherheit bewertet.

— QAL3: Laufende Qualitätssicherung beim Betrieb

Diese Stufe legt Verfahren fest, die den Nachweis ermöglichen, dass die AMS während des Betriebs im Regelbereich arbeitet und somit die festgelegte Unsicherheit einhält. Dies geschieht durch Auswertung der Ergebnisse von regelmäßigen Überprüfungen des Null- und Referenzpunktes der AMS mit Hilfe von Regelkarten. Abhängig vom Ergebnis dieser Ermittlungen kann eine Einstellung des Null- und Referenzpunktes oder eine Wartung der AMS notwendig sein.

— AST: Jährliche Funktionsprüfung

Während der jährlichen Funktionsprüfung wird die Gültigkeit der mit der AMS ermittelten Messwerte mit Hilfe einer Reihe von Funktionskontrollen sowie einer begrenzten Anzahl von Vergleichsmessungen mit einem geeigneten Standardreferenzmessverfahren (SRM) überprüft. In dieser Prüfung wird ermittelt, ob die Unsicherheit der mit der AMS ermittelten Messwerte – entsprechend der letzten Überprüfung in QAL2 – innerhalb der festgelegten Unsicherheit liegt. Weiterhin wird geprüft, ob die im Rahmen der zuletzt durchgeführten QAL2 ermittelte Kalibrierfunktion noch gültig ist.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt die Verfahren, die zur Erfüllung der Qualitätssicherung (QA) von automatischen Messeinrichtungen (AMS) anzuwenden sind, die an industriellen Anlagen zur Ermittlung der Abgasbestandteile und weiterer Kenngrößen des Abgases installiert sind. Dies beinhaltet:

- ein Verfahren zur Ermittlung der Unsicherheit der Messwerte einer automatischen Messeinrichtung. Dies schließt die Bestimmung der Kalibrierfunktion und ihrer Variabilität sowie eine Überprüfung dieser Variabilität der Messwerte der AMS durch Vergleich mit der festgelegten Unsicherheit ein. Diese Überprüfungen sind mit Hilfe von Vergleichsmessungen mit einem Standardreferenzmessverfahren (SRM) durchzuführen;
- ein Verfahren für betriebsmäßige Arbeiten, die notwendig sind, um die geforderte Qualität der Messergebnisse sicherzustellen; dies schließt eine Überprüfung ein, ob sich die AMS in dem gleichen Betriebszustand befindet, wie während der Ermittlung der Kalibrierfunktion;
- ein Verfahren zur jährlichen Funktionsprüfung der AMS.

Die Ermittlung und der Einfluss der Unsicherheit, die durch das Datenerfassungssystem hervorgerufen wird, sind nicht Bestandteil dieser Norm.

## 2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

prEN 13284-1:1998, *Emissionen aus stationären Quellen — Ermittlung geringer Staubgehalte — Teil 1 : Manuelles gravimetrisches Verfahren.*

prEN ISO 14956:1998, *Luftbeschaffenheit — Eignungsprüfung von Messverfahren durch Vergleich mit einer festgelegten Messunsicherheit .*

ENV 13005:1999, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen.*

ISO 3534-1:1993, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 1 : Probability and general statistical terms.*

ISO 6879, *Air quality — Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods.*

ISO 9096:1992, *Stationary source emissions — Determination of concentration and mass flow rated of particulate material in gas-carrying ducts — Manual gravimetric method.*

ISO 9169, *Air quality — Determination of performance characteristics of measurement methods.*

ISO 10155:1995, *Stationary source emissions — Automated monitoring of mass concentrations of particles — Performance characteristics, test methods and specifications.*

ISO 10396:1993, *Stationary source emissions — Sampling for the automated determination of gas concentrations.*

ISO 11095:1996, *Linear calibration using reference materials.*

### 3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die folgenden Begriffe.

#### 3.1

##### **Luftbeschaffenheitsmerkmal**

quantifizierbare Eigenschaft einer zu untersuchenden Luftprobe, beispielsweise die Konzentration einer Luftkomponente (ISO 6879)

#### 3.2

##### **automatische Messeinrichtung (AMS)**

Messeinrichtung, die ständig an der Anlage zwecks kontinuierlicher Überwachung installiert ist.

ANMERKUNG Eine AMS ist ein sekundäres Messverfahren, das auf ein Referenzverfahren rückführbar ist.

#### 3.3

##### **Kalibrierfunktion**

linearer Zusammenhang zwischen dem SRM und der AMS unter der Voraussetzung einer konstanten Reststandardabweichung.

#### 3.4

##### **Kalibrierbereich**

der Bereich zwischen  $\hat{y}_{\min}$  und  $\hat{y}_{\max}$ .

#### 3.5

##### **Zweiseitiger Vertrauensbereich**

sind  $T_1$  und  $T_2$  zwei Funktionen der Beobachtungswerte und  $\theta$  der zu schätzende Parameter einer Gesamtheit, so dass die Wahrscheinlichkeit  $\Pr(T_1 \leq \theta \leq T_2)$  mindestens gleich  $(1 - \alpha)$  ist [wobei  $(1 - \alpha)$  eine festgelegte positive Zahl kleiner als 1 ist], dann ist das Intervall zwischen  $T_1$  und  $T_2$  ein zweiseitiger  $(1 - \alpha)$ -Vertrauensbereich für  $\theta$ . [ISO 3534-1]

ANMERKUNG Der 95 %-Vertrauensbereich ist in Bild 1 dargestellt. Dabei ist:

|                                                 |                                                               |
|-------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|
| $T_1 = \theta - 1,96\sigma_0$                   | die untere Vertrauensgrenze                                   |
| $T_2 = \theta + 1,96\sigma_0$                   | die obere Vertrauensgrenze                                    |
| $I = T_2 - T_1 = 2 \times 1,96 \times \sigma_0$ | die Länge des 95 %-Vertrauensbereiches                        |
| $\sigma_0 = I / 2 \times 1,96$                  | die dem 95 %-Vertrauensbereich zugeordnete Standardabweichung |

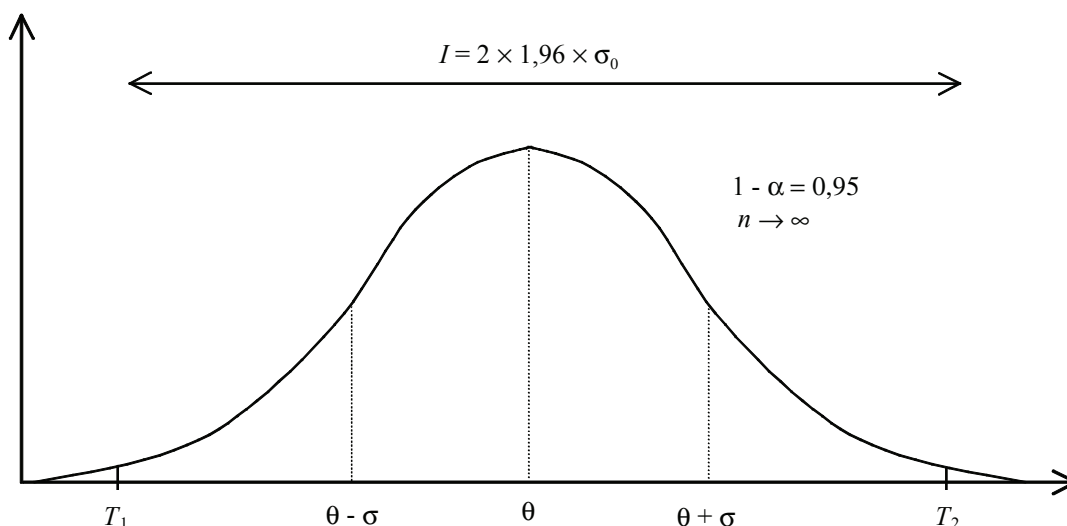


Bild 1 — Darstellung des 95%-Vertrauensbereiches

In dieser Norm wird die Standardabweichung  $\sigma_0$  in QAL2 geprüft; dabei wird vorausgesetzt, dass  $\sigma_0$  durch den Verordnungsgeber (beispielsweise in EU-Richtlinien) festgelegt wird. In dieser Norm wird vorausgesetzt, dass die geforderte Variabilität als  $\sigma_0$  selbst oder als ein Viertel der Länge des 95-%-Vertrauensbereiches angegeben wird.

### 3.6

#### **CUSUM-Regelkarte**

Berechnungsverfahren, in dem die Größe der Drift und die Änderung der Präzision mit der Unsicherheit der AMS verglichen werden.

### 3.7

#### **Drift**

monotone Änderung der Kalibrierfunktion in einem festgelegten Wartungsintervall, die zu einer Änderung des Messwertes führt.

### 3.8

#### **Instabilität**

aus Drift und Streuung bestehende Änderung des Messsignals auf Grund von Änderungen der Kalibrierfunktion innerhalb des Wartungsintervalls für einen gegebenen Wert des Luftbeschaffenheitsmerkmals. Drift und Streuung kennzeichnen die zeitabhängige monotone und stochastische Änderung des Messsignals. [ISO 6879]

### 3.9

#### **Messwert**

vom Messsignal abgeleiteter Schätzwert des Luftbeschaffenheitsmerkmals; schließt gewöhnlich Berechnungen auf Grund der Kalibrierung und Umrechnungen in gesuchte Größen mit ein. [ISO 6879]

### 3.10

#### **Wartungsintervall**

maximal zulässige Zeitspanne, innerhalb derer die Einhaltung der angegebenen Werte der Verfahrenskenngrößen gewährleistet ist, ohne dass es dazu einer externen Wartung bedarf, beispielsweise Nachfüllung, Kalibrierung oder Justierung. [ISO 6879]

### 3.11

#### **Präzision**

Ausmaß der gegenseitigen Annäherung zwischen den Ergebnissen, die mit der AMS aus jeweils aufeinander folgenden Geräteanzeigen am Null- und am Referenzpunkt in festgelegten Zeitabständen ermittelt werden.

### 3.12

#### **Bezugsbedingungen**

Bedingungen, die in EU-Richtlinien angegeben werden und zur Normierung von Messwerten zu verwenden sind, um so die Einhaltung von Emissionsgrenzwerten zu überprüfen.

### 3.13

#### **Einstellzeit**

Zeitspanne, die ein Messgerät benötigt, um auf eine sprunghafte Änderung des Wertes des Luftbeschaffenheitsmerkmals mit einer entsprechenden Änderung des Messsignals zu reagieren. Sie ist die Summe aus Totzeit und Anstiegszeit (Signalanstieg) oder aus Totzeit und Abfallzeit (Signalabfall). [ISO 6879]

### 3.14

#### **Referenzpunktanzeige**

Geräteanzeige der AMS am Referenzpunkt bei Aufgabe eines entsprechenden Referenzmaterials.

ANMERKUNG Das am Referenzpunkt eingesetzte Referenzmaterial erzeugt eine Geräteanzeige, die bei etwa 80 % des Messbereiches liegt.

### 3.15

#### **Standardabweichung**

positive Quadratwurzel aus der gemittelten Abweichung vom arithmetischen Mittelwert.

### 3.16

#### **Standardreferenzmessverfahren (SRM)**

Verfahren, das zur Festlegung eines Luftbeschaffenheitsmerkmals beschrieben und standardisiert wurde und das kurzzeitig an der Anlage zu Überprüfungszwecken eingesetzt wird.

ANMERKUNG Wird auch als Referenzmessverfahren bezeichnet.

### 3.17

#### Rückführbarkeit

dokumentierte und datierte Aufzeichnung über jedes die AMS betreffende Ereignis während ihrer gesamten Lebensdauer.

### 3.18

#### Unsicherheit

dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden könnte. [ENV 13005]

### 3.19

#### gültiger Kalibrierbereich

Kalibrierbereich zwischen dem größten mit dem SRM ermittelten Wert  $\hat{y}_{\max}$  und dem kleinsten mit dem SRM ermittelten Wert  $\hat{y}_{\min}$  zuzüglich einer Erweiterung von 10 % dieses Kalibrierbereiches jenseits des größten und kleinsten Wertes. In Fällen begrenzter Variationsbreite der Konzentrationswerte (definiert durch  $\hat{y}_{\max} - \hat{y}_{\min} < 0,15 E$ ) liegt der gültige Kalibrierbereich zwischen Null und  $1,10 \times \hat{y}_{\max}$ .

### 3.20

#### Variabilität

Standardabweichung der Differenzen aus den Vergleichsmessungen zwischen SRM und AMS.

### 3.21

#### Nullpunktanzeige

Geräteanzeige der AMS am Nullpunkt bei Aufgabe eines entsprechenden Referenzmaterials.

### 3.22

#### Geräteanzeige

von der AMS direkt bereitgestellte Anzeige des Messwertes bei Aufgabe von Referenzmaterial, die mit Hilfe der Gerätekennlinie und ohne Verwendung der Kalibrierfunktion ermittelt wird.

### 3.23

#### Vorschriften

beispielsweise EU-Richtlinien, nationale Gesetzgebung, Vereinbarung zwischen Vertragsparteien.

## 4 Symbole und Abkürzungen

### 4.1 Symbole

$D_i$  Differenz zwischen den gemessenen SRM-Werten  $y_i$  und den Werten  $\hat{y}_i$  der kalibrierten AMS

$\bar{D}$  Mittelwert von  $D_i$

$D_{\text{adjust}}$  Betrag, um den die AMS bei Feststellung einer Drift korrigiert werden muss

$d_t$  Differenz zwischen der aktuellen Geräteanzeige der AMS und dem Referenzwert

$d_{t-1}$  Differenz zwischen dem vorherigen Messsignal der AMS und dem Referenzwert

$E$  Emissionsgrenzwert

$h_s$  Prüfwert zur Erkennung einer Abnahme der Präzision

$h_x$  Prüfwert zur Erkennung einer Drift

$k_s$  Konstante zur Berechnung der vorläufigen Summe für die Standardabweichung

|                            |                                                                                                                                                                           |
|----------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $k_v$                      | Prüfwert für die Variabilität (auf einem $\chi^2$ -Test basierend, mit einem $\beta$ -Wert von 50 % und einer Anzahl $N$ von Messwertepaaren)                             |
| $k_x$                      | Konstante zur Berechnung der vorläufigen Summe der positiven und negativen Differenzen und zur Berechnung der benötigten Korrektur der AMS                                |
| $N$                        | Anzahl der Probenpaare in den Vergleichsmessungen                                                                                                                         |
| $N(s)$                     | Anzahl der Geräteanzeigen seit dem Auftreten einer von Null verschiedenen Standardabweichung                                                                              |
| $N(\text{pos})$            | Anzahl der Geräteanzeigen seit dem Erkennen einer positive Abweichung                                                                                                     |
| $N(\text{neg})$            | Anzahl der Geräteanzeigen seit dem Erkennen einer negativen Abweichung                                                                                                    |
| $p$                        | Prozentwert                                                                                                                                                               |
| $s_p$                      | vorläufige normierte Summe der Standardabweichungen der AMS (QAL3)                                                                                                        |
| $s_t$                      | vorläufige normierte Summe der Standardabweichungen der AMS (QAL3) zum Zeitpunkt $t$                                                                                      |
| $s_{t-1}$                  | vorläufige normierte Summe der Standardabweichungen der AMS (QAL3) zum Zeitpunkt $t-1$                                                                                    |
| $u_{\text{inst}}$          | Unsicherheit auf Grund von Instabilität (ausgedrückt durch eine Standardabweichung)                                                                                       |
| $u_{\text{temp}}$          | Unsicherheit auf Grund von Temperatureinflüssen (ausgedrückt durch eine Standardabweichung)                                                                               |
| $u_{\text{pres}}$          | Unsicherheit auf Grund von Druckeinflüssen (ausgedrückt durch eine Standardabweichung)                                                                                    |
| $u_{\text{volt}}$          | Unsicherheit auf Grund von Einflüssen der elektrischen Spannung (ausgedrückt durch eine Standardabweichung)                                                               |
| $u_{\text{others}}$        | jede andere Unsicherheit, die die Geräteanzeige bei Aufgabe von Referenzmaterial am Null- und Referenzpunkt beeinflussen kann (ausgedrückt durch eine Standardabweichung) |
| $y_t$                      | aktuelle Geräteanzeige der AMS zum Zeitpunkt $t$ (QAL3)                                                                                                                   |
| $\hat{y}_i$                | bester Schätzer für den "wahren Wert", d. h. für den Wert der SRM-Messung, der aus dem Messsignal $x_i$ der AMS mit Hilfe der Kalibrierfunktion berechnet wird            |
| $\bar{y}$                  | Mittelwert von $y_i$ (SRM-Messungen)                                                                                                                                      |
| $y_i$                      | $i$ -tes mit dem SRM ermitteltes Ergebnis                                                                                                                                 |
| $\hat{y}_{\text{min}}$     | kleinste Konzentration, die aus den Werten $x_i$ mit Hilfe der Kalibrierfunktion berechnet wird                                                                           |
| $\hat{y}_{\text{max}}$     | größte Konzentration, die aus den Werten $x_i$ mit Hilfe der Kalibrierfunktion berechnet wird                                                                             |
| $x_t$                      | Referenzwert zum Zeitpunkt $t$ (QAL3)                                                                                                                                     |
| $\bar{x}$                  | Mittelwert von $x_i$ (Messsignale der AMS)                                                                                                                                |
| $x_i$                      | $i$ -tes mit der AMS ermitteltes Messsignal                                                                                                                               |
| $\Sigma(\text{pos})_p$     | vorläufige normierte Summe der positiven Drift der AMS                                                                                                                    |
| $\Sigma(\text{pos})_t$     | normierte Summe der positiven Drift der AMS zum Zeitpunkt $t$                                                                                                             |
| $\Sigma(\text{pos})_{t-1}$ | vorherige normierte Summe der positiven Drift der AMS zum Zeitpunkt $t-1$                                                                                                 |

|                            |                                                                                         |
|----------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|
| $\Sigma(\text{neg})_p$     | vorläufige normierte Summe der negativen Drift der AMS                                  |
| $\Sigma(\text{neg})_t$     | normierte Summe der negativen Drift der AMS zum Zeitpunkt $t$                           |
| $\Sigma(\text{neg})_{t-1}$ | vorherige normierte Summe der negativen Drift der AMS zum Zeitpunkt $t-1$               |
| $\sigma_{\text{AMS}}$      | in QAL3 verwendete Standardabweichung der AMS                                           |
| $\sigma_0$                 | die in Vorschriften geforderte Unsicherheit (ausgedrückt durch eine Standardabweichung) |
| $\alpha$                   | Achsenabschnitt der Kalibrierfunktion                                                   |
| $\hat{\alpha}$             | bester Schätzer von $\alpha$                                                            |
| $\beta$                    | Steigung der Kalibrierfunktion                                                          |
| $\hat{\beta}$              | bester Schätzer von $\beta$                                                             |
| $\varepsilon_i$            | Abweichung zwischen $y_i$ und dem Erwartungswert                                        |

## 4.2 Abkürzungen

|     |                               |
|-----|-------------------------------|
| AMS | automatische Messeinrichtung  |
| AST | jährliche Funktionsprüfung    |
| ELV | Emissionsgrenzwert            |
| QA  | Qualitätssicherung            |
| QAL | Qualitätssicherungsstufe      |
| SRM | Standardreferenzmessverfahren |

## 5 Anforderungen und Einschränkungen

### 5.1 Einschränkungen

Diese Norm gilt nur für die Qualitätssicherung von automatischen Messeinrichtungen und schließt die Qualitätssicherung des Datenerfassungs- und Datenaufzeichnungssystems der Anlage nicht ein (obwohl die Qualität der mit dem gesamten Messsystem bzw. Messprozess ermittelten Messdaten durch das Datenerfassungs- und Datenaufzeichnungssystem ebenso wie durch die AMS beeinflusst werden kann, gibt es in verschiedenen Ländern unterschiedliche Bedürfnisse hinsichtlich der Darstellung der Daten; weiterhin weicht die Qualitätssicherung für Datenaufzeichnungssysteme sehr von der Qualitätssicherung einer AMS ab). Daher müssen die Messsignale der AMS während der Vergleichsmessungen in der QAL2 und der AST unter Verwendung eines unabhängigen Datenerfassungssystems direkt von der AMS (z. B. in mA) gewonnen werden. Weiterhin müssen die Daten in ihrer unkorrigierten Form (z. B. ohne Korrektur bezüglich Temperatur und Sauerstoff) aufgezeichnet werden. Zur Ermittlung des Messsignals der AMS ist ein unabhängiges Datenerfassungssystem zu verwenden.

ANMERKUNG Das Datenerfassungs- und Datenaufzeichnungssystem der Anlage kann für QAL3 verwendet werden.

Die diesbezügliche Einschränkung dieser Norm ist in Bild 2 dargestellt.

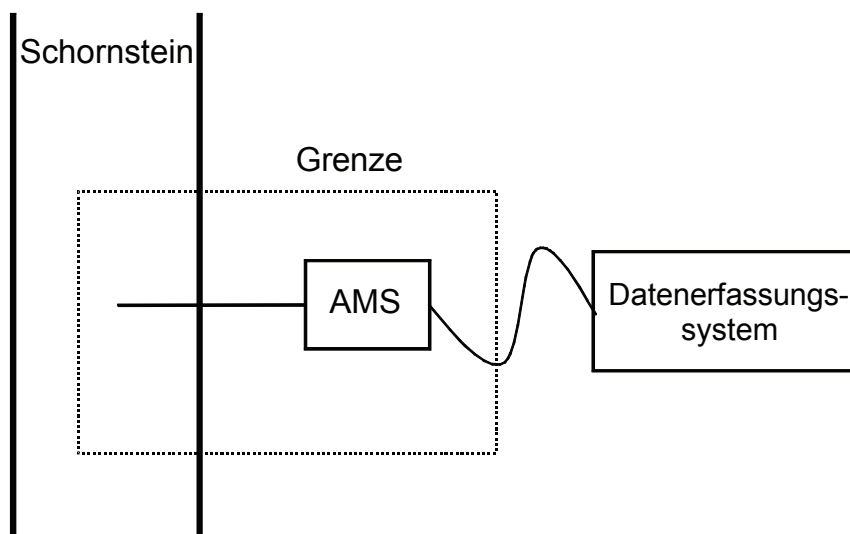


**Bild 2 — Grenzen der Qualitätssicherung der AMS unter Ausschluss des Datenerfassungssystems**

Die Daten müssen in unkorrigierter Form bereitgestellt werden (ohne Korrektur bezüglich Temperatur, Druck, Wasserdampf, Sauerstoff usw.).

## 5.2 Messort

Für die regelmäßige Überprüfung und zur Minimierung des Zeitaufwandes zur Implementierung der Qualitätssicherung nach dieser Norm ist es wichtig, dass die AMS gut zugänglich ist. Weiterhin muss der Raum um die AMS ausreichend groß, sauber, gut belüftet und gut beleuchtet sein, damit das Personal die Arbeiten korrekt durchführen können.

Aus Gründen der Sicherheit muss die permanent oder zeitweilig vorhandene Messbühne den anzuwendenden nationalen Sicherheitsstandards entsprechen.

Aus praktischen Gründen und Qualitätsgründen muss die Messbühne

- bezüglich der Messöffnungen so positioniert werden, dass die Bedienung der zu verwendenden Geräte nicht durch Geländer eingeschränkt wird, sowie frei von Hindernissen sein, die das Einführen und Herausnehmen der Probenahmeeinrichtung behindern würden (deren Länge überschreitet 4 m bei großen Kanälen);
- vor der Messöffnung eine Mindestdtiefe haben, die der Länge der Sonde plus 1 m entspricht, jedoch mindestens 2 m betragen muss, sowie eine Mindestbreite von 2 m.

Ein geeigneter Wetterschutz für das Personal und die Geräte muss ebenfalls vorgesehen werden, wenn die Messbühne dem Wetter ausgesetzt ist.

## 5.3 QAL2

Jede AMS muss vor dem Einsatz auf ihre Eignung für die Messaufgabe (Berücksichtigung der Eigenschaften und Zusammensetzung des Abgases) unter Verwendung des in der QAL1 beschriebenen Verfahrens nach prEN ISO 14956 geprüft worden sein. Dabei ist nachzuweisen, dass die Gesamtunsicherheit der mit der AMS ermittelten Messwerte besser als die in Vorschriften festgelegte Unsicherheit ist.

Vor der Kalibrierung (siehe Abschnitt 6.5) und der Variabilitätsprüfung (siehe Abschnitt 6.8) ist zu prüfen, dass die AMS beispielsweise entsprechend den Angaben des Lieferanten und/oder Herstellers erfolgreich in Betrieb genommen wird. Es muss weiterhin gezeigt und dokumentiert werden, dass die AMS bei Aufgabe eines Referenzmaterials am Nullpunkt ein Nullsignal liefert.

**ANMERKUNG** Bei einigen (beispielsweise den Schornstein durchstrahlenden) Messeinrichtungen ist es schwierig, ein Nullsignal durch Aufgabe von Referenzmaterial zu erzeugen, z. B. durch Aufgabe von  $N_2$ . In diesen Fällen kann die AMS aus dem Schornstein genommen und auf einer Werkbank oder ähnlichen Einrichtung auf Null eingestellt werden. Als Alternative kann eine absorptionsfreie Messstrecke zur Überprüfung des Nullpunkts im Schornstein eingebaut werden.

Für jede AMS muss alle fünf Jahre das Verfahren der QAL2 vollständig durchgeführt werden. Zusätzlich muss nach jeder wesentlichen Änderung der Betriebsbedingungen der Anlage (z. B. Änderung der Abgasreinigungsanlage oder Wechsel des Brennstoffs) oder wesentlichen Änderungen an der AMS eine vollständige Untersuchung nach QAL2 durchgeführt und innerhalb von sechs Monaten nach den Änderungen ein entsprechender Bericht vorgelegt werden. Während der Zeitdauer bis zur Erstellung einer neuen Kalibrierfunktion ist die vorherige Kalibrierfunktion (falls notwendig mit Extrapolation) zu verwenden.

In der Nähe der AMS muss eine Messbühne zur Durchführung der Vergleichsmessungen mit dem SRM eingerichtet werden. Um vergleichbare Messungen zwischen der AMS und dem SRM zu erhalten, sind die Messöffnungen für das SRM so nah wie möglich und keinesfalls weiter entfernt als der dreifache hydraulische Durchmesser unterhalb oder oberhalb des Einbauortes der AMS einzurichten. Das SRM darf die Messungen der AMS nicht wesentlich beeinflussen oder stören.

Die Messinstitute/Prüflaboratorien, die die Messungen mit dem SRM durchführen, müssen ein Qualitätssicherungssystem besitzen, das von der zuständigen Behörde genehmigt wurde (z. B. nach EN ISO 17025). Weiterhin müssen sie ausreichende Erfahrung in der Durchführung von Messungen mit dem SRM haben. Falls verfügbar, muss das in einer Europäischen Norm beschriebene SRM verwendet werden. Falls eine solche Norm nicht existiert, sind internationale oder nationale Normen anzuwenden, die die Bereitstellung der Daten mit einer entsprechenden wissenschaftlichen Qualität sicherstellen.

Jede Abweichung von den in dieser Norm beschriebenen Verfahren und Anforderungen muss dokumentiert und von der zuständigen Behörde genehmigt werden.

## 5.4 QAL3

Um Werte für im Rahmen der QAL3 zu erhalten, muss die AMS eine einfache Überprüfung des Null- und Referenzpunktes gestatten. Die Überprüfung muss in der gleichen Weise durchgeführt werden, wie die Ermittlung der Streuung am Null- und Referenzpunkt im Rahmen der QAL1. Die Geräteanzeige muss die aktuelle Drift der Null- und Referenzpunktanzeige widerspiegeln. Die Aufzeichnung von negativen Geräteanzeigen am Nullpunkt muss möglich sein.

Bei einigen (beispielsweise den Schornstein durchstrahlenden) Messeinrichtungen ist es schwierig, Geräteanzeigen am Null- und Referenzpunkt zu erhalten. In diesen Fällen hat der Hersteller, soweit dies möglich ist, Anweisungen zu geben, wie die Geräteanzeigen zu ermitteln sind, die die aktuelle Drift der Null- und Referenzpunktanzeige widerspiegeln.

## 5.5 AST

Zur Durchführung der jährlichen Funktionsprüfung muss zusätzlich zu den Anforderungen an die Überprüfung der AMS und zusätzlich zu den Anforderungen an die Probenahmestelle und die für die QAL2 und QAL3 benötigte Messbühne eine einfache Aufgabe von Referenzmaterial am Einlass der Probenahmesonde (falls vorhanden) und am Einlass der AMS möglich sein.

# 6 Qualitätssicherung beim Einbau (QAL2)

## 6.1 Allgemeine Beschreibung des Verfahrens

Die Qualitätssicherungsstufe 2 (QAL2) beinhaltet die folgenden Schritte:

- Einbau der AMS;
- Kalibrierung der AMS mit Hilfe von Vergleichsmessung unter Verwendung eines SRM;
- Ermittlung der Variabilität der AMS und Überprüfung der Einhaltung der festgelegten Unsicherheit.

Der Ablauf der durchzuführenden kombinierten Kalibrierung und Variabilitätsprüfung ist in Bild 3 dargestellt.

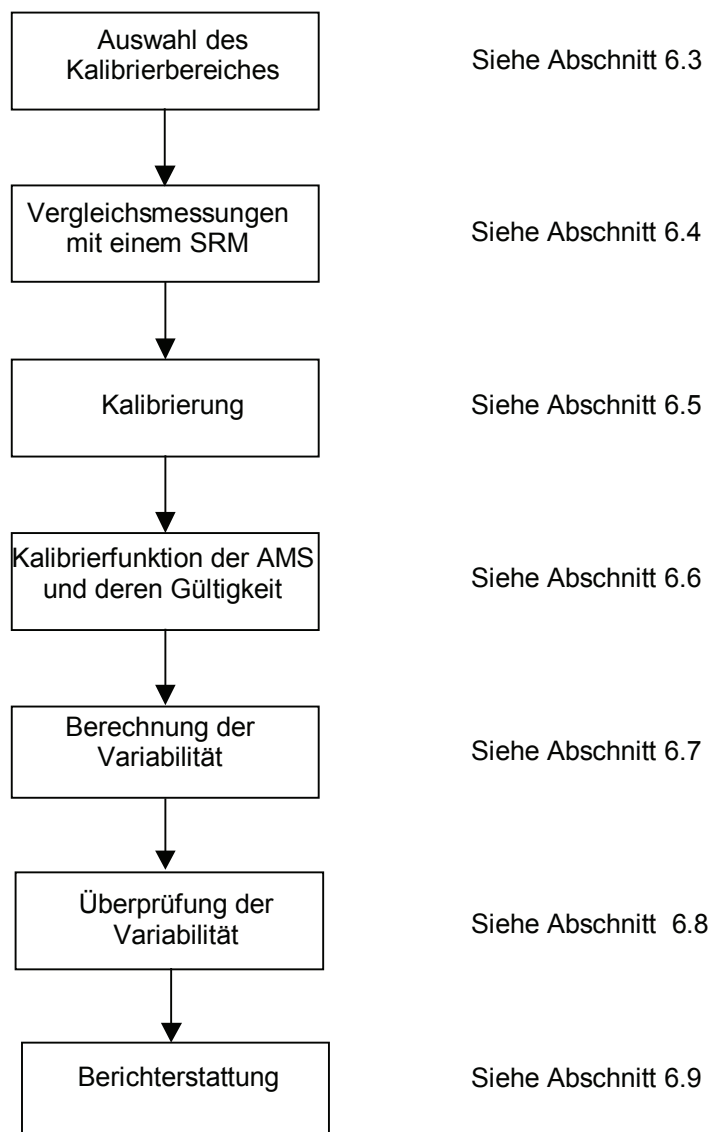


**Bild 3 — Ablaufdiagramm der Kalibrierung und der Variabilitätsprüfung**

## 6.2 Einbau der AMS

Die AMS ist nach ISO 10396, ISO 10155, ISO 9096 und prEN 13284-1, je nachdem welche Norm anwendbar ist, einzubauen. Es muss besonders auf leichte Zugänglichkeit der AMS für regelmäßige Wartungsarbeiten und andere notwendige Tätigkeiten geachtet werden.

## 6.3 Auswahl des Kalibrierbereiches

Vergleichsmessungen mit der AMS und einem Standardreferenzmessverfahren (SRM) sind zur Kalibrierung der AMS mit einem unabhängigen und externen Referenzmessverfahren durchzuführen.

ANMERKUNG 1 Der alleinige Einsatz von Referenzmaterialien zur Kalibrierung ist nicht ausreichend und daher nicht erlaubt. Die alleinige Verwendung von Referenzmaterialien schließt (in vielen Fällen) weder das Probenahmesystem noch die Repräsentativität des Messpunktes bzw. der Messpunkte der AMS ein.

Nach der Kalibrierung ist die Kalibrierfunktion zu berechnen und zur Umrechnung der Messsignale der AMS in Messwerte des SRM zu verwenden. Diese Kalibrierfunktion ist nur in dem in Abschnitt 6.6 festgelegten Konzentrationsbereich gültig. Messungen der AMS außerhalb des Kalibrierbereiches sind nicht gültig (siehe Abschnitt 6.6). Um sicherzustellen, dass die Kalibrierfunktion für die Betriebsbedingungen, unter denen die Anlage betrieben wird, anwendbar ist, müssen die Konzentrationen während der Kalibrierung innerhalb der normalen Betriebsbedingungen der Anlage so weit wie möglich variiert werden. Dies soll sicherstellen, dass die Kalibrierung der AMS in einem größtmöglichen Bereich gültig ist und die meisten Betriebsbedingungen abdeckt.

Falls die normalen Betriebsbedingungen der Anlage eindeutige und unterscheidbare Betriebsmodi des Anlagenprozesses einschließen, beispielsweise Wechsel des Brennstoffs, kann es notwendig sein, für jeden Betriebsmodus eine Kalibrierung (und eine Ermittlung der Kalibrierfunktion) durchzuführen.

ANMERKUNG 2 Es wird empfohlen, in Voruntersuchungen zu ermitteln, ob eine vollständige Kalibrierung über den gesamten Konzentrationsbereich durchgeführt werden kann. Anderenfalls sollte ein Experte auf Grund seiner Erfahrung feststellen, ob es sinnvoll ist, eine Kalibrierfunktion aufzustellen, die alle normale Schwankungen im Anlagenprozess abdeckt.

Die Variabilitätsprüfung ist für jede Kalibrierfunktion, d. h. für jeden Betriebsmodus, durchzuführen (siehe Abschnitt 6.6).

## 6.4 Vergleichsmessungen mit dem SRM

Es sind mindestens fünfzehn gleichzeitige Vergleichsmessungen mit der AMS und dem SRM durchzuführen. Diese Messungen müssen gleichmäßig über mindestens drei Tage und gleichmäßig über jeden Messtag verteilt sein, der normalerweise acht bis zehn Stunden umfasst (z. B. nicht fünf Messungen am Vormittag und keine am Nachmittag).

ANMERKUNG 1 Die benötigte Verteilung der fünfzehn Messungen über die drei Tage trägt wesentlich zur Verringerung der gegenseitigen Beeinflussung aufeinanderfolgender Messergebnisse bei (d. h. die Autokorrelation zwischen den berechneten Differenzen der Ergebnisse der AMS- und SRM-Messung wird vermieden). Die alternative Durchführung von mehr Messungen in einem kürzeren Zeitintervall kann zur Aufstellung einer ungültigen Kalibrierfunktion führen.

ANMERKUNG 2 Die Anzahl von mindestens fünfzehn gültigen Messungen kann in der Praxis zur Folge haben, dass mehr als fünfzehn Proben genommen werden müssen, da einige auf Grund einer unzureichenden Qualität als ungültig erachtet werden können.

Ein Datensatz ist gültig, wenn alle nachfolgend aufgeführten Anforderungen erfüllt sind:

- die SRM-Messungen werden nach einer geeigneten Norm durchgeführt;
- die SRM-Messungen erfüllen alle Anforderungen der entsprechenden Norm;
- die Zeitspanne jedes Messsignals der AMS ist größer als 90 % der Mittelungszeit (unter Ausschluss aller Messsignale oberhalb von 100 % oder unterhalb von 0 % des Messbereiches der AMS sowie von Messsignalen, die während interner Überprüfungen, z. B. Prüfgasaufgabe, und während jeglicher Art von Fehlfunktion gewonnen werden).

Die Probenahmedauer für die Vergleichsmessungen muss mindestens dreißig Minuten oder mindestens das Vierfache der Einstellzeit der AMS einschließlich des Probenahmesystems (wie in QAL1 bestimmt) betragen, je nachdem welcher Wert größer ist. Im allgemeinen wird empfohlen, die Kalibrierung auf Basis der kürzesten dem Emissionsgrenzwert zugeordneten Mittelungszeit durchzuführen.

Falls die Probenahmedauer kürzer als eine Stunde ist, muss das Zeitintervall zwischen dem Beginn der Probenahmen größer als eine Stunde sein.

Die Mittelungszeit für das Messsignal der AMS muss gleich der Probenahmedauer des SRM sein.

Bei der Durchführung der Vergleichsmessungen mit der AMS und dem SRM besteht jedes Ergebnis aus einem Messwertepaar (jeweils ein AMS-Messsignal und ein SRM-Messwert), wobei jeder Wert dieselbe Zeitspanne überdecken muss.

Die mit dem SRM ermittelten Ergebnisse müssen den selben Bedingungen entsprechen, unter denen die unkorrigierten AMS-Ergebnisse gewonnen wurden.

BEISPIEL Falls die AMS HCl in  $\text{mg}/\text{m}^3$  in nassem Abgas misst, muss das SRM-Ergebnis in der selben Einheit ( $\text{mg}/\text{m}^3$  bezogen auf nasses Abgas) angegeben werden.

## 6.5 Kalibrierung

Wenn eine Wiederholkalibrierung der AMS durchgeführt wird (z. B. nach fünf Jahren oder wenn die Kalibrierung während der AST als ungültig erkannt wurde oder nach größeren Änderungen an der Anlage, die die Emissionen des betreffenden Abgasbestandteils beeinflussen), dürfen die Messdaten vorausgehender Kalibrierungen nicht verwendet werden.

Es wird grundsätzlich vorausgesetzt, dass die Kalibrierfunktion linear ist und eine konstante Reststandardabweichung aufweist. Dies wird durch folgenden Modellansatz beschrieben (ISO 11095):

$$y_i = \alpha + \beta x_i + \varepsilon_i \quad (1)$$

Dabei ist:

- $x_i$  das  $i$ -te Ergebnis der AMS mit  $i = 1$  bis  $N$  und  $N \geq 15$
- $y_i$  das  $i$ -te Ergebnis der AMS mit  $i = 1$  bis  $N$  und  $N \geq 15$
- $\varepsilon_i$  die Abweichung zwischen  $y_i$  und dem Erwartungswert
- $\alpha$  der Achsenabschnitt der Kalibrierfunktion
- $\beta$  die Steigung der Kalibrierfunktion

Dieses allgemeine Verfahren setzt einen ausreichend großen gemessenen Konzentrationsbereich voraus, damit die Kalibrierfunktion für den gesamten Konzentrationsbereich, der unter normalen Betriebsbedingungen auftreten kann, gültig ist. Nach Abschnitt 6.3.1 ist es wesentlich, dass der Konzentrationsbereich innerhalb der normalen Betriebsbedingungen der Anlage so groß wie möglich ist, um eine gültige Kalibrierfunktion zu erhalten. Jedoch ist es bei einer großen Anzahl von Anlagen fast unmöglich, innerhalb der normalen Betriebsbedingungen einen ausreichend großen Konzentrationsbereich einzustellen. Für diese Fälle, in denen der Konzentrationsbereich (gemessen mit dem SRM) kleiner als 15 % des Emissionsgrenzwertes beträgt, wird nachfolgend ein anderes (ähnliches) Verfahren beschrieben.

Für die Kalibrierung müssen die mit dem SRM gewonnenen Messwerte in einer Konzentrationseinheit (z. B.  $\text{mg}/\text{m}^3$ ) vorliegen, dagegen können die Messsignale der AMS entweder durch ein Messsignal in elektrischen Einheiten (z. B. in mA oder V) oder in einer Konzentrationseinheit (z. B.  $\text{mg}/\text{m}^3$ ) angegeben werden.

Es sind die folgenden Größen zu berechnen:

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

$$\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i \quad (3)$$

Es ist die Differenz ( $y_{\max} - y_{\min}$ ) zu berechnen.

- a) Falls ( $y_{\max} - y_{\min}$ ) größer oder gleich 15 % des ELV ist, dann gilt:

$$\hat{\beta} = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2} \quad (4)$$

$$\hat{\alpha} = \bar{y} - \hat{\beta} \bar{x} \quad (5)$$

b) Falls  $(y_{\max} - y_{\min})$  kleiner als 15 % des ELV ist, dann gilt:

$$\hat{\beta} = \frac{\bar{y}}{\bar{x}} \quad (6)$$

$$\hat{\alpha} = 0 \quad (7)$$

Für die Berechnung nach Alternative b) ist es wichtig, dass vor den Vergleichsmessungen gezeigt wird, dass die AMS bei Aufgabe von Referenzmaterial am Nullpunkt (wie in Abschnitt 5 gefordert) ein Messsignal an oder unterhalb der Nachweisgrenze liefert (wie in QAL1 nachgewiesen)

## 6.6 Kalibrierfunktion der AMS und deren Gültigkeit

Die Kalibrierfunktion ist nach Gleichung (8) zu berechnen:

$$\hat{y}_i = \hat{\alpha} + \hat{\beta} x_i \quad (8)$$

Dabei ist

$\hat{y}_i$  der Messwert (kalibrierter Wert) der AMS

$x_i$  das Messsignal der AMS

Jedes Messsignal  $x_i$  der AMS ist mit Hilfe der Kalibrierfunktion nach Gleichung (8) in einen Messwert (kalibrierten Wert)  $\hat{y}_i$  umzurechnen.

ANMERKUNG 1 Es wird empfohlen, die Kalibrierfunktion im Datenerfassungssystem der Anlage zu implementieren.

ANMERKUNG 2  $\hat{y}_i$  ist das kalibrierte Ergebnis der AMS: Nach den EU-Richtlinien ist zum Vergleich mit dem Emissionsgrenzwert die geforderte Unsicherheit vom Ergebnis abzuziehen. Dieses Verfahren ist nicht Bestandteil dieser Norm. Das kalibrierte Ergebnis  $\hat{y}_i$  der AMS beinhaltet nicht die Subtraktion der geforderten Unsicherheit.

Die Kalibrierfunktion ist nur gültig, wenn die Anlage innerhalb des gültigen Kalibrierbereichs betrieben wird. Dieser gültige Kalibrierbereich umfasst den in der QAL2 ermittelten Bereich zwischen  $\hat{y}_{\min}$  und  $\hat{y}_{\max}$  zuzüglich einer Erweiterung von 10 % des Kalibrierbereiches oberhalb des höchsten und unterhalb des kleinsten Wertes. In Fällen mit begrenzter Variation der Konzentrationen der Abgasbestandteile umfasst der gültige Kalibrierbereich jedoch den Bereich zwischen 0 und  $1,1 \times \hat{y}_{\max}$ .

Bei Messungen außerhalb des Kalibrierbereiches muss die Kalibrierfunktion extrapoliert werden, damit die Konzentrationswerte, die den gültigen Kalibrierbereich überschreiten, ermittelt werden können.

Die Gültigkeit der mit der AMS ermittelten Messwerte ist durch den Anlagenbetreiber wöchentlich zu überprüfen (Montag bis Sonntag). Eine vollständig neue Kalibrierung (QAL2) ist innerhalb von sechs Monaten durchzuführen, mitzuteilen und umzusetzen, wenn eines der folgenden Ereignisse eintritt:

- mehr als 5 % der Anzahl der Messwerte der AMS, die innerhalb dieser Woche berechnet werden (bezogen auf kalibrierte Werte und in den selben Einheiten der Kalibrierung), liegen zwischen zwei AST für mehr als fünf Wochen außerhalb des gültigen Kalibrierbereiches.