

DIN EN 14793

Diese Norm ist Bestandteil des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5
ICS 13.040.40

Einsprüche bis 2015-01-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 14793:2005-06

Entwurf

**Emissionen aus stationären Quellen –
Nachweis der Gleichwertigkeit eines Alternativverfahrens mit einem
Referenzverfahren;
Deutsche Fassung prEN 14793:2014**

Stationary source emissions –
Demonstration of equivalence of an alternative method with a reference method;
German version prEN 14793:2014

Émissions de sources fixes –
Démonstration de l'équivalence d'une méthode 'alternative' avec une méthode de
référence;
Version allemande prEN 14793:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-11-14 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

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an krdl@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL, 40002 Düsseldorf, Postfach 10 11 39 (Hausanschrift: VDI-Platz 1, 40468 Düsseldorf).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 31 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL

Nationales Vorwort

Der Europäische Norm-Entwurf prEN 14793:2014 wurde im Europäischen Komitee für Normung (CEN) in der Arbeitsgruppe WG 16 „Referenzmessverfahren zur Ermittlung der Emissionen von NO_x, SO₂, O₂, CO und Wasserdampf“ (Sekretariat und Obmannschaft: Frankreich) des Technischen Komitees CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) unter Mitwirkung deutscher Experten, die von der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL – benannt worden sind, erarbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 134-04-01 AA „Emissionsmessverfahren“ der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN-Normenausschuss KRdL.

Für die in den Literaturhinweisen zitierten Internationalen Normen und Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen und Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 11095	siehe	DIN ISO 11095
ISO 11843-1	siehe	DIN ISO 11843-1
ISO/IEC Guide 98-3	siehe	DIN V ENV 13005

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 14793:2005-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel und Anwendungsbereich wurden präzisiert, da der zuvor verwendete Begriff der Validierung im Bereich der Luftreinheit bereits anderweitig belegt ist. Die Validierung eines Messverfahrens erfolgt bereits im Rahmen der Erarbeitung der Norm, in der das Messverfahren beschrieben wird. Der Anwender des standardisierten und validierten Verfahrens (Referenzverfahren) kann später den Nachweis der Gleichwertigkeit eines Alternativverfahrens mit dem Referenzverfahren führen.
- b) Die Symbole und Gleichungen wurden auf Fehler überprüft und korrigiert.
- c) Das Beispiel in Anhang A wurde überarbeitet und korrigiert.
- d) Ein Anhang C mit Anforderungen an Prüfstände, die für den Nachweis der Gleichwertigkeit von Emissionsmessverfahren eingesetzt werden, wurde hinzugefügt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 11095, *Lineare Kalibrierung unter Verwendung von Referenzmaterialien*

DIN ISO 11843-1, *Erkennungsfähigkeit — Teil 1: Begriffe*

DIN V ENV 13005, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*

Emissionen aus stationären Quellen — Nachweis der Gleichwertigkeit eines Alternativverfahrens mit einem Referenzverfahren

Émissions de sources fixes — Démonstration de l'équivalence d'une méthode 'alternative' avec une méthode de référence

Stationary source emissions — Demonstration of equivalence of an alternative method with a reference method

ICS:

Deskriptoren

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

C:\Marie Siewert\EN_14793_(D)_tr.doc STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Symbole	9
5 Nachweis der Gleichwertigkeit.....	10
5.1 Allgemeines	10
5.2 Beschreibung des Alternativverfahrens	11
5.3 Bestimmung der Verfahrenskenngrößen	11
5.3.1 Allgemeines	11
5.3.2 Manuelles Verfahren.....	12
5.3.3 Automatische Verfahren	12
5.4 Berechnung der erweiterten Unsicherheit des Alternativverfahrens.....	13
5.5 Nachweis der Gleichwertigkeit im Feld	13
5.5.1 Umfang des Nachweises im Feld	13
5.5.2 Ermittlung der Wiederholpräzision und der Richtigkeit von dem Referenzverfahren	14
6 Bericht über den Nachweis der Vergleichbarkeit.....	17
Anhang A (informativ) Beispiel für die Messung der Wiederholpräzision und der Richtigkeit des Thorin-Verfahrens durch Vergleich mit der Ionenchromatographie bei der SO ₂ -Messung im Abgaskanal.....	20
Anhang B (informativ) Statistische Tabellen	26
B.1 Verteilung der Student-Wahrscheinlichkeitsfunktion.....	26
B.2 Kritische Werte des Grubbs-Tests.....	27
Anhang C (normativ) Mindestanforderungen an Prüfstände	28
Schrifttum	29

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14793:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN/TS 14793:2005 ersetzen.

Einleitung

In der Fachliteratur wurde viel über die Validierung von Verfahren durch gemeinsame Untersuchungen veröffentlicht. Die Arbeitsgruppen des CEN/TC 264 bemühen sich, dieser Art der Validierung von Verfahren zu folgen, wenn eine neue Norm erarbeitet wird. Dabei ist die gemeinsame Untersuchung wahrscheinlich die bevorzugte Vorgehensweise zur Durchführung der Validierung. Jedoch ist dies nicht immer eine geeignete Vorgehensweise für akkreditierte Labors. Die Anwendung, für die das Verfahren benötigt wird, kann so einzigartig sein, dass kein anderes Labor an einer Zusammenarbeit interessiert ist. Labore, die Interesse haben, können Konkurrenten sein.

Diese Europäische Norm liefert eines der möglichen Verfahren zur Überprüfung der Gleichwertigkeit eines Alternativverfahrens mit dem Standardreferenzverfahren oder einem Referenzverfahren, falls der Gesetzgeber kein Standardreferenzverfahren festgelegt hat.

ANMERKUNG In dieser Norm wird der Begriff "Referenzverfahren" verwendet, um sowohl Referenzverfahrens als auch Standardreferenzverfahren abzudecken.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zum Nachweis der Gleichwertigkeit eines Alternativverfahrens (AM) mit dem Referenzverfahren (RM) oder dem Standardreferenzverfahren (SRM) fest, wobei beide zur Bestimmung derselben Messgröße eingesetzt werden.

Diese Europäische Norm enthält insbesondere die statistischen Methoden und verschiedene Kriterien zur Bewertung des Alternativverfahrens. Das entbindet aber nicht die für den Nachweis der Gleichwertigkeit zuständige Stelle von der Aufgabe, die Auswertung der verschiedenen Kriterien technisch und analytisch zu beurteilen.

Der Nachweis der Gleichwertigkeit beinhaltet drei Schritte:

- Beschreibung des Alternativverfahrens und Festlegung des Anwendungsbereichs (Messbereich und Abgasmatrix);
- Bestimmung der Verfahrenskenngrößen des Alternativverfahrens und gegebenenfalls Berechnung der erweiterten Unsicherheit sowie Überprüfung der Einhaltung der maximal zulässigen erweiterten Unsicherheit für das Referenzverfahren;
- Überprüfung der Wiederholpräzision und des Fehlens systematischer Abweichungen des Alternativverfahrens beim Einsatz im Feld oder an einem anerkannten Prüfstand durch Vergleich mit dem Referenzverfahren für die Abgasmatrix, die im Äquivalenzbereich festgelegt ist.

Diese Europäische Norm setzt voraus, dass das Referenzverfahren eindeutig festgelegt und validiert wurde.

Diese Europäische Norm ist nur bei linearen quantitativen Verfahren anwendbar.

Diese Europäische Norm wurde für Laboratorien erstellt, die Messungen im Bereich der Luftreinhaltung durchführen. Anhang A zeigt ein entsprechendes Beispiel aus diesem Bereich.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 14956:2002, *Luftbeschaffenheit – Beurteilung der Eignung eines Messverfahrens durch Vergleich mit einer geforderten Messunsicherheit (ISO 14956:2002)*.

EN ISO/IEC 17043, *Konformitätsbewertung – Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen (ISO/IEC 17043:2010)*

ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions*

ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*.

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

anerkannter Referenzwert

Wert, der als Referenzwert (oder vereinbarter wahrer Wert) der Probe dient und durch das Referenzverfahren (3.16) oder Standardreferenzverfahren (3.18) geliefert wird

3.2

Alternativverfahren

AM

(en: alternative method)

Messverfahren (3.14), das die in dieser Europäischen Norm festgelegten Kriterien in Bezug auf das Referenzverfahren einhält

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Alternativverfahren kann aus der Vereinfachung des Referenzverfahrens bestehen.

3.3

automatische Messeinrichtung

AMS

(en: automated measuring system)

Messeinrichtung, die ständig an der Anlage zwecks kontinuierlicher Überwachung von Emissionen oder Messung von Bezugsgrößen installiert ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine automatische Messeinrichtung ist ein Verfahren, das auf ein Referenzverfahren rückführbar ist.

Anmerkung 2 zum Begriff: Neben dem Analysegerät gehören zu einer automatischen Messeinrichtung auch Einrichtungen zur Probenahme (z. B. Probenahmesonde, Probegasleitungen, Volumenstrommessgeräte, Regler, Förderpumpen) und zur Probenaufbereitung (z. B. Staubfilter, Trocknungseinrichtungen, Konverter, Verdünnungseinrichtungen). Diese Definition schließt auch Geräte zur Prüfung und Einstellung ein, die zur regelmäßigen Funktionsprüfung benötigt werden.

[QUELLE: prEN 14181:2014]

3.4

Kalibrierung

Tätigkeiten, die unter festgelegten Bedingungen der Ermittlung der systematischen Abweichung dienen, die zwischen den von der Messeinrichtung angezeigten Werten der Messgröße und den entsprechenden Werten einer Referenzeinrichtung bestehen kann, wobei die Referenzeinrichtung durch Referenzmaterialien mit ihren anerkannten Werten repräsentiert wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Definition ist abgeleitet aus VIM 6.11 und ISO 11095:1996, Abschnitt 4).

Anmerkung 2 zum Begriff: Das Ergebnis einer Kalibrierung erlaubt sowohl die Zuordnung der Werte der Messgröße zu Messanzeigen als auch die Bestimmung von Korrekturen für die Messanzeigen.

Anmerkung 3 zum Begriff: Durch Kalibrierungen können auch andere metrologische Eigenschaften bestimmt werden, beispielsweise die Wirkung von Einflussgrößen.

3.5

Nachweis der Gleichwertigkeit

Untersuchung eines Messverfahrens (3.14) nach einem standardisierten und/oder anerkannten Protokoll zum Nachweis, dass das Messverfahren innerhalb seines Anwendungsbereichs vorher aufgestellte Mindestanforderungen einhält

Anmerkung 1 zum Begriff: Im Rahmen dieser Europäischen Norm besteht der Nachweis der Gleichwertigkeit eines Verfahrens hauptsächlich aus einer Untersuchung im Feldeinsatz, die einen Vergleich mit dem Referenzverfahren einschließt.

3.6

Anwendungsbereich

Verknüpfung der verschiedenen Arten der Matrix (3.11) mit dem abgedeckten Konzentrationsbereich der Messkomponente (3.13), für die das Messverfahren (3.14) angewendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Anwendungsbereich des Messverfahrens weist nicht nur auf die Bedingungen für zufrieden stellende Leistung für jeden Faktor hin, sondern kann auch Warnungen bezüglich bekannter Querempfindlichkeiten durch andere Komponenten oder die Nichtanwendbarkeit bestimmter Matrizen bei bestimmten Bedingungen enthalten.

WARNUNG 1 Der Anwendungsbereich eines Alternativverfahrens kann den Anwendungsbereich des Referenzverfahrens teilweise oder ganz abdecken. Wenn er aber den Anwendungsbereich mehrerer Referenzverfahren abdeckt (Horizontalmethode), müssen für jedes Referenzverfahren Untersuchungen durchgeführt werden, beispielsweise bei Mehrkomponenten-Messverfahren wie FTIR.

WARNUNG 2 Die Definition des Anwendungsbereichs hängt ganz von dem Laboratorium ab, das das Alternativverfahren anwendet, und von dem Wissen, das während der Entwicklung des Verfahrens erworben wurde. Es ist manchmal günstig, den Anwendungsbereich in kleinere Bereiche aufzuteilen, statt zu versuchen, das Verfahren über einen weiten Bereich zu validieren. In diesem Fall muss für jeden Anwendungsbereich eine Dokumentation der Validierung angelegt werden.

3.7

Lack-of-fit

systematische Abweichung innerhalb des Anwendungsbereichs zwischen dem Messergebnis, das durch Anwendung der linearen Modellgleichung auf das beobachtete Signal der Messeinrichtung bei der Messung von Referenzmaterialien erhalten wird, und dem entsprechenden anerkannten Wert dieses Referenzmaterials

Anmerkung 1 zum Begriff: Lack-of-fit kann eine Funktion des Messergebnisses sein.

Anmerkung 2 zum Begriff: Weil Bias als zu speziell und zu schwierig experimentell zu bestimmen angesehen wird, wurde für diese Europäische Norm der Begriff Lack-of-fit gewählt..

3.8

Nachweisgrenze

L_D

kleinste Konzentration der Messgröße (3.12), die unter den für das Messverfahren beschriebenen Bedingungen nachgewiesen, aber nicht quantitativ bestimmt werden kann

3.9

Bestimmungsgrenze

L_Q

kleinste Konzentration der Messgröße (3.12), die unter den für das Messverfahren beschriebenen Bedingungen quantitativ bestimmt werden kann

3.10

Linearität

Vermögen eines Messverfahrens (3.14), innerhalb bestimmter Grenzen ein Messsignal oder Ergebnis zu liefern, das der Messgröße (3.12), die für die Probe zu bestimmen ist, proportional ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Proportionalität wird durch eine a priori definierte mathematische Gleichung ausgedrückt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Linearitätsgrenzen sind die Grenzen der Konzentrationen im Experiment, zwischen denen ein lineares Kalibriermodell mit einem bekannten Vertrauensniveau angewendet werden kann.

3.11

Matrix

alle Komponenten einer Probe außer der Messkomponente (3.13), die die Messung beeinflussen können

3.12

Messgröße

Größe, die gemessen werden soll

[QUELLE: JCGM 200:2012]

3.13

Messkomponente

Bestandteil des Abgases, für den eine festgelegte Messgröße durch Messung zu ermitteln ist

[QUELLE: EN 15259:2007]

Anmerkung 1 zum Begriff: Messkomponente wird im Englischen auch als „determinand“ bezeichnet.

3.14

Messverfahren

Verfahren, das schriftlich niedergelegt ist und alle Mittel und Anweisungen zur Probenahme und Analyse enthält, einschließlich Anwendungsbereich, Grundlagen und/oder Reaktionen, Definitionen, Einrichtungen, Anweisungen, Darstellung der Ergebnisse, Wiederholpräzision (3.17) und anderer Anforderungen, Messbericht

3.15

Referenzmaterial

Substanz oder Mischung von Substanzen mit einer in festgelegten Grenzen bekannten Konzentration oder ein Gerät mit bekannten Eigenschaften

3.16

Referenzverfahren

RM

(en: reference method)

per Konvention als Referenz verwendetes Messverfahren, das den anerkannten Referenzwert der Messgröße liefert

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Referenzverfahren ist vollständig beschrieben.

Anmerkung 2 zum Begriff: Ein Referenzverfahren kann ein manuelles oder ein automatisches Verfahren sein.

Anmerkung 3 zum Begriff: Alternative Verfahren können verwendet werden, wenn die Äquivalenz zum Referenzverfahren nachgewiesen wurde.

[QUELLE: EN 15259:2007]

3.17

Wiederholpräzision

Maß für die Annäherung zwischen unabhängigen Messergebnissen, die unter vorgegebenen Bedingungen erhalten werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Wiederholpräzision hängt ausschließlich von der Verteilung von Zufallsfehlern ab und hängt nicht mit dem wahren oder spezifizierten Wert zusammen.

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Maß der Wiederholpräzision wird aus der Standardabweichung der Messergebnisse berechnet. Eine niedrigere Wiederholpräzision bildet sich in einer größeren Standardabweichung ab.

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Begriff „unabhängiges Messergebnis“ bezeichnet Ergebnisse, die so gefunden wurden, dass sie nicht von einem vorherigen Messergebnis vom gleichen oder einem ähnlichen Messgerät beeinflusst werden konnten. Quantitative Messungen der Wiederholpräzision hängen wesentlich von den vorgegebenen Bedingungen ab. Die Bedingungen für die Messung der Wiederhol- und der Vergleichpräzision sind spezielle Gruppen von Extrembedingungen.

[QUELLE: ISO 5725-1:1994]

3.18

Standardreferenzverfahren

SRM

(en: standard reference method)

Referenzverfahren, dessen Anwendung in europäischen oder nationalen Gesetzen vorgeschrieben ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Standardreferenzverfahren werden beispielsweise zur Kalibrierung und Validierung automatischer Messeinrichtungen und bei wiederkehrenden Messungen zur Überprüfung der Einhaltung von Grenzwerten eingesetzt.

[QUELLE: EN 15259:2007]

3.19

Richtigkeit

Ausmaß der Annäherung zwischen dem Mittelwert, der aus einer langen Reihe von Messergebnissen berechnet wurde, und dem anerkannten Referenzwert

[QUELLE: ISO 5725-1:1994]

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Maß für die Richtigkeit wird gewöhnlich ausgedrückt durch einen Bias oder eine systematische Abweichung.