OBSAH

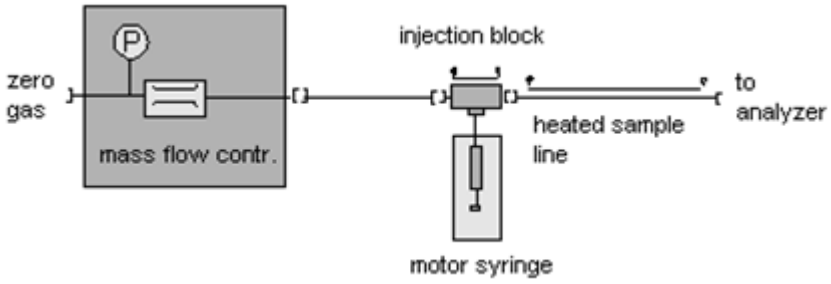
1. Předmět standardního operačního postupu 2
   1.1. Zjednodušený popis 2
2. Statut Výzkumného energetického centra 3
3. Související normy 4
4. Stanovované parametry 4
   4.1. Přímo stanovované parametry 4
   4.2. Počítané parametry 4
   4.3. Doplňující parametry 5
5. Požadované přístroje a pomůcky 5
6. Požadované podmínky 5
7. Popis postupu přípravy referenční koncentrace H_2O v plynu 5
   7.1. Obecně 5
   7.2. Příprava zkoušky 5
   7.3. Zahájení zkoušky 6
   7.4. Průběh zkoušky 6
   7.5. Ukončení zkoušky 6
8. Výpočet 7
9. Nejistota měření 8
   9.1. Nejistota měření přímo měřených veličin 8
   9.2. Šíření nejistot ve výpočtových vzorcích pro určení nejistoty nepřímo měřených veličin 8

1. Předmět standardního operačního postupu

Předmětem SOP (standardní operačního postupu) je příprava referenční koncentrace H_2O v plynu.

1.1. Zjednodušený popis

Referenční koncentrace H_2O v plynu je připravena pomocí dynamické kalibrační jednotky SYCOS K-DPG/M od firmy Ansyco GmbH (dále jen kalibrátor H_2O). Princip je založen na přesném dávkování vody do proudu plynu o známém průtoku.



obr. č. 1 Schéma dynamické kalibrační jednotky SYCOS K-DPG/M

Voda (kapalina) je dávkována do nosného (nulového) plynu pomocí injekční pumpy. Na píst zvolené stříkačky, zavedené prostřednictvím jehly do vyhřívané dávkovací komory, tlačí blok (zarážka) umístěný na závitové tyči, která se otáčí definovanou rychlostí pomocí krokového motoru. Vyhřívanou dávkovací komorou protéká nosný plyn, jehož průtok je regulován a měřen pomocí hmotnostního průtokoměru. Připravený kalibrační plyn proudí vyhřívanou trubicí z PTFE do analyzátoru, měřicí nebo odběrové aparatury.
Velikost stříkačky, rychlost injekční pumpy a průtok nosného plynu jsou nastavitelné. Množství vody (kapaliny) vydávkované do nosného plynu za dobu měření nebo odběru vzorku je zjištěno z rozdílu hmotností injekční stříkačky před a po měření.



obr. č. 2 Fotografie dynamické kalibrační jednotky SYCOS K-DPG/M

2. Statut Výzkumného energetického centra

Výzkumné energetické centrum (VEC) při VŠB – TUO je specializované pracoviště zabývající se výzkumnými a vývojovými (VaV) činnostmi primárně v oblasti energetiky. VEC bylo od roku 2002 do roku 2020 samostatným vysokoškolským ústavem ve smyslu Zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách. Od roku 2021 je součástí Centra energetických a environmentálních technologií (CEET). Náplní jeho činnosti je, mimo jiné, výzkum a vývoj v oblasti spalování a zplyňování tuhých paliv, zejména biomasy, obecně oblast modernizace zařízení, efektivní energetiky a jejích environmentálních vlivů. Další významnou činností je zkoušení kotlů a spalovacích zařízení, a to jak ve vlastní zkušebně, tak u provozovatele. Součástí VEC je akreditovaná zkušební laboratoř č. 1166.3 pro měření tepelně-technických veličin a analýzu tuhých paliv, pracoviště má autorizaci MŽP ČR pro měření emisí škodlivin a pověření pro vzdělávání pracovníků v oblasti měření emisí znečišťujících látek ve všech kvalifikačních úrovních. VEC má statut školícího pracoviště doktorského studijního programu "Energetické stroje a zařízení". Organizace všech činností pracoviště, preferující zapojení doktorandů je zárukou dalšího rozvoje pracoviště.

Kontakt:
Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (VŠB-TUO)
Centrum energetických a environmentálních technologií (CEET)
Výzkumné energetické centrum (VEC)
17. listopadu 2172/15
708 00 Ostrava – Poruba

Osoba odpovědná za kalibrátor H_2O:
Ing. Milan Dej, Ph.D.
Tel.: 597324934, 603565928
E-mail.: milan.dej@vsb.cz

Osoby oprávněné obsluhovat kalibrátor H_2O:
Ing. Milan Dej, Ph.D.
Tel.: 597324934, 603565928
E-mail.: milan.dej@vsb.cz

Miroslav Jaroch
Tel.: 597324906
E-mail: miroslav.jaroch@vsb.cz

Martin Rybář
Tel.: 597324905
E-mail: martin.rybar@vsb.cz

Martin Chmelář
Tel.: 597324910
E-mail: martin.chmelar@vsb.cz

3. Související normy

ČSN EN 14790 Stacionární zdroje emisí – Stanovení vodní páry v potrubí – Standardní referenční metoda.

4. Stanovované parametry

Stanovované parametry je možno rozdělit do tří skupin.

- Přímo stanovované parametry
- Počítané parametry
- Doplňující parametry

4.1. Přímo stanovované parametry

- Hmotnost dávkovací stříkačky, naplněné vodou, s jehlou před zkouškou [g]
- Hmotnost dávkovací stříkačky, se zbylou vodou, s jehlou po zkoušce [g]
- Doba dávkování vody [h:min:s]
- Objemový průtok nosného plynu (technický vzduch) do vyhřívané dávkovací komory při normálních stavových podmínkách (0°C a 101325 Pa) [l/min]

4.2. Počítané parametry

- Objemový tok dávkované vody v plynném skupenství (pára) během zkoušky [l/min]
- Průměrná objemová koncentrace vody za dobu zkoušky [% obj.]

4.3. Doplňující parametry

- Počáteční čas zkoušky [h:min]
- Konečný čas zkoušky [h:min]
- Atmosférický tlak okolního prostředí [kPa]
- Teplota okolí [°C]
- Relativní vlhkost okolního vzduchu [%]

5. Požadované přístroje a pomůcky

Přístroj, zařízení, pomůcka	Výrobce	Ident. číslo
Dynamická kalibrační jednotka SYCOS K-DPG/M	Ansyco GmbH	IČ 978
Laboratorní váhy PS 4500.R, d=0,01g	RADWAG	IČ 981
Digitální časovač	INSPIRION (Vitrum)	IČ 928
Injekční dávkovací stříkačka Gastight objem 1ml, 10ml a 50ml	HAMILTON	

6. Požadované podmínky

Při měření je nutno dodržet podmínky požadované všemi používanými přístroji (uvedené v návodech k obsluze přístrojů).

Parametry dynamické kalibrační jednotky:

- Nosný plyn: technický vzduch v tlakové láhvi s redukčním ventilem
- Dávkovaná kapalina: destilovaná nebo demineralizovaná voda
- Průtok nosného plynu: 1 až 5 l/min (za normálních stavových podmínek, tj. 0°C, 101325 Pa)
- Nastavená teplota dávkovací komory: 180°C
- Nastavená teplota výstupní trubice: 180°C

7. Popis postupu přípravy referenční koncentrace H_2O v plynu

7.1. Obecně

Referenční hodnota průměrné koncentrace H_2O v plynu za zkoušku je stanovována z objemového toku dávkované vody v plynném skupenství (pára) a objemového průtoku nosného plynu v l/min. Objemový tok dávkované vody během měření nebo odběru vzorku je vypočten z rozdílu hmotností injekční stříkačky před a po zkoušce a z doby trvání zkoušky.

7.2. Příprava zkoušky

Před zkouškou je potřeba specifikovat požadavky na měření, tj. požadovaný objemový průtok nosného plynu, doba měření nebo odběru plynného vzorku, minimální a maximální měřitelná/stanovitelná objemová koncentrace H_2O v nosném plynu.

Přípravné kroky:

- Připojení kalibrátoru H_2O na tlakovou láhev s technickým vzduchem prostřednictvím nevyhřívané trubice z PTFE a kontrola těsnosti spojů
- Zapnutí kalibrátoru H_2O a nahřátí dávkovací komory a výstupní trubice z PTFE na teplotu 180°C
- Zadání parametrů zvolené injekční dávkovací stříkačky (výrobce, objem) do menu injekční pumpy
- Výpočet dávkování vody v kapalném skupenství (kapalina) v ml/h na základě nastaveného objemového průtoku nosného plynu a požadované úrovně referenční koncentrace H_2O pomocí výpočetního programu v MS Excel
- Zadání dávkování vody (kapaliny) v ml/h do menu injekční pumpy
- Zadání maximálního objemu vydávkované vody v ml do menu injekční pumpy, po jehož dosažení injekční pumpa zastaví dávkování – pojistka proti zničení stříkačky
- Vynulování počítadla aktuálního objemu vydávkované vody (kapaliny) v menu inječní pumpy
- Naplnění injekční dávkovací stříkačky vodou a její zvážení (včetně jehly)
- Instalace injekční dávkovací stříkačky s vodou do injekční pumpy, přičemž je nutné dbát na to, aby nedošlo k úniku vody z již zvážené stříkačky, při jakékoli pochybnosti vážení stříkačky zopakovat
- Vyplnění vstupních údajů do checklistu P 02/1 – datum zkoušky, místo zkoušky, jméno a příjmení operátora, nastavený průtok nosného plynu (vzduchu), nastavené dávkování vody (kapaliny), předpokládaná objemová koncentrace H_2O v nosném plynu, objem zvolené injekční dávkovací stříkačky, počáteční hmotnost stříkačky s jehlou

7.3. Zahájení zkoušky

Připojení analyzátoru nebo odběrové aparatury k vyhřívané výstupní trubici z PTFE je realizováno přímo nebo přes izolovanou spojku ve tvaru T s napojenou silikonovou hadicí délky cca 2 m, která umožňuje únik přebytku plynu a zabraňuje tak vzniku přetlaku v odběrové aparatuře.

Start zkoušky:

- Nastavení a jemné seřízení objemového průtoku nosného plynu na žádanou hodnotu
- V jednom okamžiku je stisknuto tlačítko „Run/Stop“ injekční pumpy a spuštěno měření času [h:min:s], počáteční čas zkoušky [h:min] je zaznamenán do checklistu

7.4. Průběh zkoušky

- Na displeji injekční pumpy bliká šipka a je zobrazován aktuální objem vydávkované vody (kapaliny) v ml, jakožto orientační údaj o provozu kalibrátoru
- Sledování časomíry a kontrola průtoku nosného plynu a dávkování vody
- Měření doplňujících parametrů (atmosférický tlak, teplota a vlhkost okolí)

7.5. Ukončení zkoušky

Ukončení dávkování vody (kapaliny) do nosného plynu je provedeno až po ukončení měření analyzátorem nebo odběru plynného vzorku.

Ukončení zkoušky:

- Stisknutí tlačítka „Run/Stop“ injekční pumpy a stopnutí měření času v min, nejlépe v celou minutu
- Vyjmutí injekční dávkovací stříkačky se zbylou vodou z inječní pumpy a její zvážení (včetně jehly)
- Vypnutí průtoku nosného plynu, pokud nenavazuje další zkouška
- Zaznamenání údajů do checklistu P 02/1 – konečný čas zkoušky [h:min], přesná doba dávkování vody [h:min:s], objem vydávkované vody (kapaliny) zobrazený na displeji injekční pumpy (pro orientační kontrolu), konečná hmotnost stříkačky s jehlou, doplňující parametry (atmosférický tlak, teplota a vlhkost okolí), poznámky k průběhu zkoušky

8. Výpočet

Používané jednotky vycházejí z jednotek nastavení kalibrátoru H_2O, které jsou dány.
Výpočty jsou prováděny pomocí výpočetního programu v MS Excel, do kterého jsou přeneseny následující vstupní údaje:

m_1 hmotnost stříkačky před zkouškou [g]
m_2 hmotnost stříkačky po zkoušce [g]
τ doba dávkování vody vyjádřená v minutách [min]
$Q_{vz,N}$ objemový průtok nosného plynu během zkoušky [l/min]

Konstanta vstupující do výpočtu:
k hmotnostní objem vody 1,244 [l/g]
vypočtený jako podíl molárního objemu vody 22,41 l/mol a molární hmotnosti vody 18,015 g/mol

Vypočtené hodnoty:

m hmotnost vydávkované vody za dobu zkoušky [g]

$$m = m_1 - m_2$$

$Q_{H2O,N}$ objemový tok dávkované vody (páry) během zkoušky [l/min]

$$Q_{H2O,N} = \frac{m \cdot k}{\tau}$$

c_{H2O} průměrná objemová koncentrace vody za dobu zkoušky [% obj.]

$$c_{H2O} = \frac{Q_{H2O,N}}{Q_{H2O,N} + Q_{vz,N}} \cdot 100$$

9. Nejistota měření

9.1. Nejistota měření přímo měřených veličin

Každý použitý měřicí přístroj je charakterizován svou nejistotou měření, jež je dokladována kalibračními listy v provozních denících přístrojů.
Nejistoty je možno rozdělit na:

- **nejistotu typu A**, která je stanovena jako výběrová směrodatná odchylka aritmetického průměru naměřených hodnot při mnohonásobném měření stejné matrice.
- **nejistoty typu B**, tato nejistota je určena zvážením všech zdrojů chyb

Pomocí součtu čtverců pod odmocninou se z nejistoty typu B a nejistoty typu A se stanoví kombinovaná standardní nejistota každé přímo měřené veličiny.

$$u_i = \sqrt{u_{Ai}^{\ 2} + u_{Bi}^{\ 2}}$$

u_i standardní kombinovaná nejistota i-té veličiny,
u_{Ai} nejistota typu A i-té veličiny,
u_{Bi} nejistota typu B i-té veličiny.

Naměřené průměrné hodnoty se vyjádří se standardní kombinovanou nejistotou.

Rozšířená kombinovaná nejistota je součinem standardní nejistoty měření a koeficientu rozšíření k=2, což pro normální rozdělení odpovídá pravděpodobnosti pokrytí asi 95%.

9.2. Šíření nejistot ve výpočtových vzorcích pro určení nejistoty nepřímo měřených veličin

Nechť nepřímo měřená veličina f je funkcí $f(x_1, x_2, x_2, …., x_p)$ hodnot přímo měřených nebo jinak stanovených veličin x_j , j = 1, 2, …., p. Jako naměřenou hodnotu (nejlepší odhad skutečné hodnoty) veličiny f vezmeme hodnotu funkce $f(x_j)$ v naměřených hodnotách x_{mj} veličin x_j :

$$f_m = f(x_{m1}, x_{m2}, ..., x_{mp})$$

K určení nejistoty veličiny f použijeme vztah

$$u_{bj} = \sqrt{\sum_{j=1}^{p} A_j^2 \cdot u_{bj}^2}$$

kde součinitele citlivosti A_j jsou nyní totožné s parciálními derivacemi $\frac{\partial f}{\partial x_j}$:

$$u_{bf} = \sqrt{\sum_{j=1}^{p} \left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \right)^2 \cdot u_{bj}^2}$$

Všechny derivace vyhodnocujeme v bodě odpovídajícím naměřeným hodnotám x_{mj} veličin x_j.