

PRILOGA 3 2. POGLAVJE

1. UMERJANJE ANALIZATORJEV

1.1. Uvod

Vsak analizator se mora umerjati tako pogosto, kot je potrebno, da izpolnjuje zahteve za točnost iz tega pravilnika. Metoda umerjanja, ki se mora uporabiti, je za analizatorje iz točke 1.4.3. iz prvega poglavja te priloge, določena v tej točki.

1.2. Plini za umerjanje

Upoštevati je treba rok trajanja plinov za umerjanje.

Navesti je treba datum izteka uporabe plinov za umerjanje, ki ga navede proizvajalec.

1.2.1. Čisti plini

Zahtevana čistost plinov, ki morajo biti na voljo med izvajanjem preskusov, je določena z naslednjimi mejami onesnaženosti:

- prečiščeni dušik
(onesnaženost $\leq 1 \text{ ppm C}$, $\leq 1 \text{ ppm CO}$, $\leq 400 \text{ ppm CO}_2$, $\leq 0,1 \text{ ppm NO}$),
- prečiščeni kisik
(čistoča $>99,5\% \text{ vol. O}_2$),
- zmes vodika in helija
($40 \pm 2\% \text{ vodika}$, ostanek je helij),
(onesnaženost $\leq 1 \text{ ppm C}$, $\leq 400 \text{ ppm CO}_2$),
- prečiščeni sintetični zrak
(onesnaženost $\leq 1 \text{ ppm C}$, $\leq 1 \text{ ppm CO}$, $\leq 400 \text{ ppm CO}_2$, $\leq 0,1 \text{ ppm NO}$),
(delež kisika med $18 - 21\% \text{ vol.}$).

1.2.2. Plini za umerjanje in ugotavljanje razpona

Na razpolago morajo biti zmesi plinov, ki imajo naslednjo sestavo:

- C_3H_8 (propan) in prečiščeni sintetični zrak (točka 1.2.1.),
- CO in prečiščeni dušik,
- NO in prečiščeni dušik (delež NO_2 v tem plinu ne sme presegati $5\% \text{ deleža NO}$),
- O_2 in prečiščeni dušik,
- CO_2 in prečiščeni dušik,
- CH_4 in prečiščeni sintetični zrak,
- C_3H_8 in prečiščeni sintetični zrak.

Opomba: dovoljene so tudi druge kombinacije plinov, vendar plini ne smejo med seboj reagirati.

Dejanska koncentracija plinov mora biti znotraj $\pm 2\%$ nominalne vrednosti. Vse koncentracije plinov za umerjanje se podajajo v vol. enotah (prostorninski % ali vol. ppm).

Plini za umerjanje in plin za umerjanje razpona se lahko pridobivajo s pomočjo delilnika plinov, z redčenjem plinov, s prečiščenim N₂ ali s prečiščenim sintetičnim zrakom. Točnost mešalne naprave mora biti takšna, da je koncentracijo razredčenih plinov za umerjanje mogoče določiti s točnostjo, ki ne presega $\pm 2\%$.

1.3. Postopek dela z analizatorji in sistemom vzorčenja

Za delo z analizatorji je treba upoštevati navodila za zagon in za delo, ki jih določi proizvajalec instrumentov. Najmanjše zahteve so določene v točkah od 1.4. do 1.9.

1.4. Preskus puščanja

Preskus puščanja sistema je treba izvesti. Sonda se odklopi iz izpušnega sistema in njen konec se zamaši. Vkllopiti je treba črpalko analizatorja. Po začetni stabilizaciji morajo vsi merilci pretoka kazati ničelno vrednost. Če je vrednost drugačna, se morajo preveriti cevni vodi in napake odpraviti. Največje dovoljeno puščanje na strani vakuumu sme biti 0,5% delovnega pretoka za tisti del sistema, ki se preverja. Za oceno delovnih pretokov se lahko uporabijo podatki o pretokih skozi analizator in pretoka po obvodu.

Druga metoda temelji na postopni spremembi koncentracije na začetku vzorčevalne cevi s preklopom iz ničelnega plina na plin za umerjanje razpona.

Če po izteku določenega časovnega intervala, instrument kaže nižjo koncentracijo v primerjavi s koncentracijo dovedenega plina, to kaže na probleme z umerjanjem ali puščanjem.

1.5. Postopek umerjanja

1.5.1. Sestav merilnih inštrumentov

Sestav merilnih instrumentov se umerja, krivulje umerjanja pa preverja glede na standardne pline. Uporabijo se iste vrednosti pretokov kot pri vzorčenju izpušnih plinov.

1.5.2. Čas ogrevanja

Čas ogrevanja analizatorjev mora biti skladen s priporočili proizvajalca. Če tega proizvajalec ni določil, se za ogrevanje analizatorjev priporočata najmanj dve uri.

1.5.3. NDIR in HFID analizatorji

Analizator NDIR se mora po potrebi nastaviti, na detektorju HFID pa optimirati plamen (točka 1.8.1.).

1.5.4. Umerjanje

Vsako območje merjenja, ki se ga običajno uporablja, se mora umeriti.

Analizatorji CO, CO₂, NO_x, HC in O₂ se z uporabo prečiščenega sintetičnega zraka (ali dušika) nastavijo na ničelno vrednost.

V analizatorje se dovede ustrezne pline za umerjanje, zapišejo se vrednosti in skladno s točko 1.5.6. se določi krivulja umerjanja.

Če je treba, se ponovno preveri nastavitev ničelne vrednosti in ponovi postopek umerjanja.

1.5.5. Določitev krivulje umerjanja

1.5.5.1. Splošna navodila

Krivulja umerjanja analizatorja je določena z najmanj petimi točkami (brez ničle), ki so čimbolj enakomerno razporejene. Najvišja nazivna koncentracija mora biti enaka ali večja od 90% obsega skale instrumenta.

Krivulja umerjanja se izračuna z metodo najmanjših kvadratov. Če je red izračunanega polinoma večji od tri, mora biti število točk pri umerjanju (vključno z ničlo) za najmanj 2 večje od reda polinoma.

Krivulja umerjanja ne sme odstopati pri posamezni točki umerjanja za več kot $\pm 2\%$ od nazivne vrednosti in pri ničli za več kot $\pm 1\%$ obsega skale.

S krivuljo umerjanja in vrednostmi v točkah krivulje je možno preveriti, da se je umerjanje izvajalo pravilno. Navesti je treba karakteristične parametre analizatorja, zlasti pa:

- območje merjenja,
- občutljivost,
- datum izvajanja umerjanja.

1.5.5.2. Umerjanje pod 15% obsega skale

Krivulja umerjanja analizatorja se mora določiti z najmanj desetimi točkami (brez ničle), razporejenimi tako, da se jih 50% nahaja v območju pod 10% obsega skale.

Krivulja umerjanja se izračuna po metodi najmanjših kvadratov.

Krivulja umerjanja ne sme odstopati pri posamezni točki umerjanja za več kot $\pm 4\%$ od nominalne vrednosti in pri ničli ne več kot $\pm 1\%$ polnega obsega skale.

1.5.5.3. Nadomestne metode

Nadomestne metode se lahko uporabijo, če je mogoče dokazati, da taka nadomestna tehnologija (na primer računalnik, elektronsko krmiljeni preklopniki območij) zagotavlja enako točnost.

1.6. Preverjanje umerjanja

Pred posamezno analizo se mora vsako običajno območje uporabe analizatorja preveriti skladno z naslednjim postopkom.

Umerjanje se preveri z ničelnim plinom in plinom za umerjanje razpona, katerega nazivna vrednost je več kot 80% obsega skale območja merjenja.

Če ugotovljena vrednost pri nobeni od obeh obravnavanih točk ne odstopa od deklarirane referenčne vrednosti za več kot $\pm 4\%$ obsega skale, se parametri nastavitve lahko spremenijo. Če temu ni tako, se mora skladno s točko 1.5.4. določiti nova krivulja umerjanja.

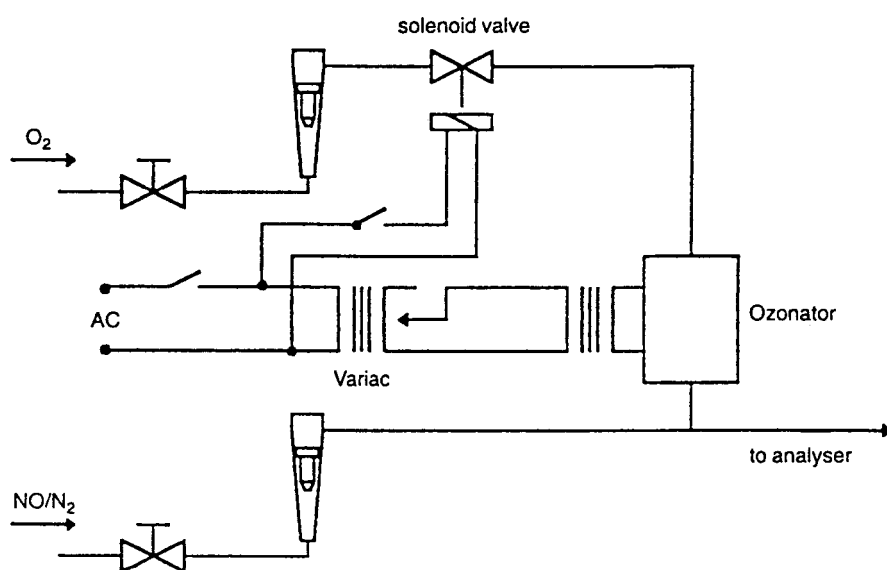
1.7. Preskus učinkovitosti pretvornika NO_x

Učinkovitost pretvornika, ki se uporablja za pretvorbo NO_x v NO , se preskuša tako, kot je opisano v točkah od 1.7.1. do 1.7.8. (Slika 1).

1.7.1. Preskusna nastavitve

Pri preskusni nastavitvi, ki je prikazana na sliki 1 (prvo poglavje, točka 1.4.3.4.), in po postopku, ki je opisan v nadaljevanju, se učinkovitost pretvornika lahko preskusi s pomočjo ozonizatorja.

Slika 1
Shema opreme za preskušanje učinkovitosti pretvornika NO_x



LEGENDA:

»SOLENOID VALVE« POMENI »ELEKTROMAGNETNI VENTIL«

»TO ANALYZER« POMENI »K ANALIZATORJU«

»AC« POMENI »IZMENIČNI TOK«

»VARIAC« POMENI »NASTAVLJIVI TRANSFORMATOR«

1.7.2. Umerjanje

Kemoluminiscenčni detektor (CLD) in ogrevani kemoluminiscenčni detektor (HCLD) se umerjata v območju, ki se običajno uporablja po navodilih proizvajalca, z uporabo ničelnega plina in plina za umerjanje razpona (v katerem je delež NO okoli 80% območja merjenja, koncentracija NO₂ v plinski mešanici pa manjša od 5% koncentracije NO). Analizator NO_x mora biti v režimu merjenja NO in plin za umerjanje razpona ne sme teči skozi pretvornik. Prikazano koncentracijo je treba zabeležiti.

1.7.3. Izračun

Učinkovitost NO_x pretvornika se izračuna na naslednji način:

$$\text{učinkovitost (\%)} = \left(1 + \frac{a - b}{c - d}\right) \cdot 100$$

- (a) NO_x koncentracija iz točke 1.7.6.,
- (b) NO_x koncentracija iz točke 1.7.7.,
- (c) NO koncentracija iz točke 1.7.4.,
- (d) NO koncentracija iz točke 1.7.5.

1.7.4. Dodajanje kisika

Kisik ali ničelni plin se morata dovajati neprekinjeno skozi T priključek, dokler koncentracija, prikazana na instrumentu ni za okrog 20% manjša od prikazane koncentracije plina za umerjanje, kot je določena v točki 1.7.2. (Analizator je v režimu merjenja NO).

Na instrumentu prikazana koncentracija (c) se mora zabeležiti. Ozonizator mora biti med celotnim procesom izključen.

1.7.5. Aktiviranje ozonizatorja

Ozonizator se mora aktivirati tako, da proizvede dovolj ozona za znižanje koncentracije NO na okoli 20% (najmanj 10%) koncentracije, navedene v točki 1.7.2. Na instrumentu prikazana koncentracija (d) se mora zabeležiti. (Analizator je v režimu obratovanja NO).

1.7.6. Režim obratovanja NO_x

Analizator NO analizator se mora prekllopiti na režim NO_x tako, da zmes plinov (ki jo sestavljajo iz NO, NO₂, O₂ in N₂) teče skozi pretvornik. Na instrumentu prikazana koncentracija (a) se mora zabeležiti. (Analizator je v režimu obratovanja NO_x).

1.7.7. Izključitev ozonizatorja

Ozonizator se izključi. Zmes plinov, opisana v točki 1.7.6., teče skozi pretvornik v detektor. Na instrumentu prikazana koncentracija (b) se mora zabeležiti. (Analizator je v režimu obratovanja NO_x).

1.7.8. Režim obratovanja NO

Ko je analizator prekllopljen v režim NO in je ozonizator izključen, se mora prekiniti tudi pretok kisika ali sintetičnega zraka. Na analizatorju prikazana vrednost NO_x ne sme odstopati za več kot ± 5% od vrednosti, izmerjene v skladu z točko 1.7.2. (Analizator je v režimu obratovanja NO)

1.7.9. Preskusni interval

Učinkovitost pretvornika se mora preverjati pred vsakim umerjanjem NO_x analizatorja.

1.7.10. Zahteva v zvezi z učinkovitostjo

Učinkovitost pretvornika ne sme biti manjša od 90%, zelo pa se priporoča, da je večja od 95%.

Opomba: če ozonizator takrat, ko je analizator nastavljen na običajno območje merjenja, ne more doseči nižanja koncentracije od 80% na 20% v skladu z zahtevo iz točke 1.7.5., je treba uporabiti najvišje območje merjenja analizatorja, pri katerem pride do zahtevanega nižanja.

1.8. Nastavitev detektorja s plamensko ionizacijo za merjenje ogljikovodikov (FID)

1.8.1 Optimizacija odziva detektorja

HFID je treba nastaviti v skladu z navodili proizvajalca instrumenta. Za optimizacijo odziva v najobičajnejšem območju merjenja se za plin za umerjanje razpona uporablja propan v zraku.

Ko je pretok goriva in zraka nastavljen v skladu s priporočili proizvajalca, se v analizator spusti plin za umerjanje razpona s koncentracijo 350 ppm $\pm$ 75 ppm C. Odziv pri danem pretoku goriva se ugotavlja iz razlike med odzivom na plin za umerjanje razpona in odzivom na ničelni plin. Pretok goriva se diferencialno naravna nad in pod specifikacijo, ki jo je navedel proizvajalec. Zapisati je treba odziva na plin za umerjanje razpona in na ničelni plin. Razlika odzivov se mora grafično prikazati v obliki diagrama in pretok goriva nastaviti na bogatejšo stran krivulje.

1.8.2 Faktorji odzivnosti na ogljikovodike

Analizator se mora umerjati z zmesjo propana v zraku in z prečiščenim sintetičnim zrakom, v skladu s točko 1.5.

Faktorji odzivnosti se morajo preveriti pred uporabo analizatorjev in po daljših prekinitvah uporabe. Faktor odzivnosti (R_f) je za določeno vrsto ogljikovodikov razmerje med prikazanim FID C1 in koncentracijo plinov v jeklenki, izraženo v ppm C1.

Koncentracije plina za preskušanje mora biti na takšni ravni, da je odziv približno 80% obsega skale. Koncentracija mora biti navedena s točnostjo $\pm$ 2% glede na standardno gravimetrično vrednost, izraženo v prostorninskih enotah. Jeklenko s plinom je treba predhodno kondicionirati 24 ur pri temperaturi 298 K (25°C) $\pm$ 5K.

Uporabljati je treba naslednje preskusne pline in priporočena območja relativnih faktorjev odzivnosti:

- metan in prečiščeni sintetični zrak $1,00 \leq R_f \leq 1,15$,
- propilen in prečiščeni sintetični zrak $0,90 \leq R_f \leq 1,1$,
- toluen in prečiščeni sintetični zrak $0,90 \leq R_f \leq 1,1$.

Vrednosti so relativne glede na faktor odzivnosti (R_f) za propan in prečiščeni sintetični zrak, ki je enak 1,0.

1.8.3 Preverjanje interference zaradi kisika

Preverjanje interference zaradi kisika se opravi, ko se začne analizator uporabljati, ali po vsaki daljši prekinitvi uporabe.

Faktor odzivnosti se opredeli in določi na način iz točke 1.8.2. Preskusni plin, ki se uporablja, in priporočeno območje relativnega faktorja odvisnosti sta:

- za propan in dušik $0,95 \leq R_f \leq 1,05$.

Vrednosti so relativne glede na faktor odzivnosti (R_f) za propan in prečiščeni sintetični zrak, ki je enak 1,0.

Koncentracija kisika v zraku, ki prihaja v gorilnik detektorja FID, mora biti znotraj ± 1 mol % koncentracije kisika v zraku gorilnika, ki je bila uporabljena pri zadnjem preverjanju interference zaradi kisika. Če je ta razlika večja, je treba preveriti interferenčne vplive zaradi kisika in, če je treba, tudi ponovno nastaviti analizator.

1.9 Interferenčni vplivi pri analizatorjih NDIR in CLD

Drugi plini v izpušnih plinih, razen tistih, ki se analizirajo lahko tudi vplivajo na odčitane vrednosti na različne načine. Do pozitivne interference pride v analizatorjih NDIR, če ima interferenčni plin isti učinek kot merjeni plin, vendar v manjši meri. Do negativne interference pri analizatorjih NDIR prihaja, ker interferenčni plin širi pas absorpcijske valovne dolžine plina, ki se meri, v detektorjih CLD pa če interferenčni plin duši sevanje. Pred prvo uporabo analizatorja in po daljših prekinitvah uporabe je treba preveriti interferenčne vplive na način iz točk 1.9.1. in 1.9.2.

1.9.1 Preverjanje interferenčnih vplivov pri analizatorju CO

Voda in CO_2 lahko z interferenco vplivata na delovanje analizatorja CO. Zato se skozi vodo pri sobni temperaturi pošljejo mehurčki plina za umerjanje CO_2 s koncentracijo od 80 do 100% obsega skale največjega območja merjenja, ki se uporablja med preskušanjem, odziv analizatorja pa se mora zabeležiti. Odziv analizatorja ne sme biti večji od 1% obsega skale za območja merjenja, ki so enaka ali večja od 300 ppm, in večja od 3 ppm za območja, ki so pod 300 ppm.

1.9.2 Preverjanje dušenja pri analizatorju NO_x

Plina CO_2 in vodna para lahko interferenčno vplivata na delovanje detektorjev CLD ali HCLD. Odzivi na dušenje s tema dvema plinoma so sorazmerni z njuno koncentracijo, zato je treba preskusiti vplive dušenja pri najvišjih koncentracijah, ki se pričakujejo med preskušanjem.

1.9.2.1. Preverjanje dušenja zaradi CO₂

CO₂ plin za umerjanje s koncentracijo od 80 do 100% obsega skale največjega območja merjenja se spusti skozi analizator NDIR, odčitano vrednost koncentracije CO₂ pa zabeleži kot A. Nato se plin za umerjanje 50% razredči z NO plinom za umerjanje in se ga spusti skozi NDIR in (H)LCD, vrednost koncentracije CO₂ pa se zabeleži kot B in vrednost koncentracije NO kot C. Dotok CO₂ se nato zapre in skozi (H)CLD spusti samo plin za umerjanje NO, prikazano vrednost NO pa se zabeleži kot D.

Dušenje se nato izračuna na naslednji način:

$$\text{dušenje CO}_2 \% = \left[1 - \left(\frac{(C \cdot A)}{(D \cdot A) - (D \cdot B)} \right) \right] \cdot 100$$

in ne sme biti večje od 3% obsega skale instrumenta.

Pri tem je:

- A: koncentracija nerazredčenega CO₂ plina izmerjena z NDIR, v %,
- B: koncentracija razredčenega CO₂ izmerjena z NDIR, v %,
- C: koncentracija razredčenega NO izmerjena s CLD, v ppm in
- D: koncentracija nerazredčenega NO izmerjena s CLD, v ppm.

1.9.2.2. Preverjanje dušenja zaradi vode

Preverjanje dušenja zaradi vode se izvaja samo za merjenje koncentracije vlažnih plinov. Pri izračunu dušenja zaradi vode je treba upoštevati redčenje plina za umerjanje NO razpona z vodno paro in stopnjo koncentracije vodne pare v mešanici s koncentracijo, pričakovano med preskušanjem. Skozi detektor (H)CLD se spusti plin za umerjanje NO razpona s koncentracijo od 80 do 100% obsega skale običajnega območja merjenja, vrednost koncentracije NO pa se zabeleži kot D. Mehurčki plina za umerjanje NO razpona se nato spustijo skozi vodo pri sobni temperaturi in skozi detektor (H)LCD, izmerjena vrednost koncentracije NO pa se zabeleži kot C. Izmeri se temperatura vode in se jo zabeleži kot F. Ovrednoti se tlak nasičene pare v mešanici, ki ustreza temperaturi vode z mehurčki (F), in se ga zabeleži kot G. Koncentracija vodne pare (v %) v mešanici se izračuna na naslednji način:

$$H = 100 \cdot \left(\frac{G}{E} \right)$$

Pričakovana koncentracija razredčenega (v vodni pari) plina za umerjanje NO razpona se izračuna na naslednji način:

$$D_e = D \cdot \left(1 - \frac{H}{100} \right)$$

Največja pričakovana koncentracija vodne pare (v %) v izpušnih plinih dizel motorja pri predpostavljenem razmerju atomov H/C v gorivu 1,8:1 se oceni iz največje koncentracije

CO₂ v izpušnih plinih ali iz koncentracije nerazredčenega plina za umerjanje CO₂ razpona (vrednost A, ki je izmerjena na način iz točke 1.9.2.1.) na naslednji način:

$$Hm = 0,9 \cdot A.$$

Dušenje zaradi prisotnosti vode pa se izračuna na naslednji način:

$$\text{Dušenje zaradi vode (\%)} = 100 \cdot \left(\frac{D_e - C}{D_e} \right) \cdot \left(\frac{Hm}{H} \right)$$

in ne sme biti večje od 3% obsega skale.

Pri tem je:

- D_e: pričakovana koncentracija razredčenega NO (ppm),
- C: koncentracija razredčenega NO (ppm),
- Hm: največja koncentracija vodne pare (%) in
- H: dejanska koncentracija vodene pare (%).

Opomba: za to preverjanje je pomembno, da plin za umerjanje NO razpona vsebuje najmanjšo možno koncentracijo NO₂, ker se absorpcija NO₂ v vodi ne upošteva pri izračunu dušenja.

1.10. Intervali umerjanja

Analizatorji se morajo umerjati na način iz točke 1.5. najmanj vsake tri mesece ali vsakič, ko je bil izveden servis sistema ali sprememba, ki bi utegnila vplivati na rezultate umerjanja.

2. UMERJANJE MERILNEGA SISTEMA ZA DELCE

2.1. Uvod

Vsak sestavni del se mora umerjati tako pogosto, kot je potrebno za izpolnjevanje zahtev tega pravilnika. V tem delu je opisana metoda umerjanja, ki jo je treba uporabljati za sestavne dele, navedene v točki 1.5. iz prvega poglavja priloge 3 tega pravilnika in v prilogi 6 tega pravilnika.

2.2. Merjenje pretoka

Umerjanje plinskih merilnikov pretoka plinov ali instrumentov za merjenje pretoka mora biti dokazljivo z nacionalnimi in / ali mednarodnimi etaloni.

Največja napaka izmerjene vrednosti mora biti znotraj $\pm 2\%$ odčitane vrednosti.

Če se pretok plina ugotavlja z merjenjem razlike tlakov, sme biti največja napaka razlike tlakov le tolikšna, da je točnost G_{EDF} znotraj $\pm 4\%$ (uporablja se tudi priloga 6, točka 1.2.1.1. EGA). Največjo napako se lahko izračuna tudi kot srednjo vrednost kvadratov napak vsakega instrumenta.

2.3. Preverjanje razmerja redčenja

Če se uporablja sistem vzorčenja delcev brez EGA (priloga 6 tega pravilnika, točka 1.2.1.1.), se mora razmerje redčenja preveriti ob vsaki namestitvi motorja tako, da se med obratovanjem motorja meri koncentracija CO_2 ali NO_x v nerazredčenih in razredčenih izpušnih plinih.

Izmerjeno razmerje redčenja mora biti znotraj $\pm 10\%$ vrednosti razmerja, izračunanega na podlagi izmerjenih koncentracij CO_2 ali NO_x .

2.4. Preverjanje pogojev delnega toka

Preveriti je treba območje hitrosti in tlaka izpušnih plinov in jih po potrebi nastaviti kot se zahteva v prilogi 6, točka 1.2.1.1., EP.

2.5. Pogostost umerjanja

Instrumenti za merjenje pretokov se morajo umerjati najmanj vsake tri mesece ali po vsaki spremembi sistema, ki bi lahko vplivale na umerjanje.