

PŘÍLOHA 1.3

MONITORING A MĚŘENÍ EMISÍ

Primární údaje o emisích a nároky na měření a analytické postupy

Základním stávajícím právním předpisem České republiky vztahujícím se k získávání údajů pro emisní inventury je vyhláška Ministerstva životního prostředí č. 356/2002 Sb., kterou se stanoví seznam znečišťujících látek, obecné emisní limity, způsob předávání zpráv a informací, zjišťování množství vypouštěných znečišťujících látek, tmavosti kouře, přípustné míry obtěžování zápachem a intenzity pachů, podmínky autorizace osob, požadavky na vedení provozní evidence zdrojů znečišťování ovzduší a podmínky jejich uplatňování, vydaná podle ustanovení § 54 odst. 3 zákona č. 86/2002 Sb. o ochraně ovzduší k provedení § 5 odst. 12, § 6 odst. 9, § 9 odst. 10, § 10 odst. 8, § 15 odst. 14 a § 17 odst. 10 zákona.

Způsob zjišťování množství emisí a technické prostředky pro měření jsou předmětem třetí hlavy cit. vyhlášky, kde jsou stanoveny podmínky a intervaly měření jednorázových (§ 8) a kontinuálních (§ 11). Zvláštní režim měření emisí je podle § 17 vyžadován u jmenovitě určených zdrojů znečišťování:

- a) zdroje spalující fosilní paliva v elektrárnách, teplárnách, plynárnách a v průmyslových kotlích s jmenovitým tepelným příkonem nad 50 MW,
- b) zařízení na pražení nebo sintrování (aglomeraci) kovových rud (včetně sulfidických) s kapacitou nad 150 t aglomerátu denně pro železné rudy nebo koncentrát a nad 30 t aglomerátu denně pro pražení rud mědi, olova nebo zinku nebo jakékoli zpracování rud zlata a rtuti,
- c) zařízení pro výrobu surového železa nebo oceli (primární nebo sekundární tavba, včetně elektrických obloukových pecí) včetně kontilití s kapacitou nad 2,5 t/hod.,
- d) slévárny železných kovů s produkční kapacitou nad 20 t/den,
- e) zařízení pro výrobu mědi, olova a zinku z rud, koncentrátů nebo sekundárních surovin metalurgickými procesy s kapacitou nad 30 t kovu denně pro primární zařízení a 15 t kovu denně pro sekundární zařízení nebo pro jakoukoli primární výrobu rtuti,
- f) zařízení pro tavení (zejména rafinaci, slévárenské odlévání) včetně výroby slitin mědi, olova, hliníku a zinku, včetně regenerovaných produktů, s kapacitou tavení nad 4 t/den pro olovo nebo 20 t/den pro měď, hliník a zinek,
- g) zařízení pro výrobu cementového slínku v rotačních pecích s výrobní kapacitou nad 500 t/den nebo v jiných pecích s výrobní kapacitou nad 50 t/den.

Požadavky na vedení provozní evidence a poskytování údajů, provozní řády, hlášení havárií a poruch podle § 13 odst. 8 zákona 86/2002 Sb. jsou předmětem hlavy V vyhlášky 356/2002 Sb.

Metody měření a technické požadavky pro jednorázová měření emisí jsou uvedeny v příloze č. 5 k vyhlášce 356/2002 Sb., metody měření a technické požadavky pro kontinuální měření emisí jsou pak uvedeny v příloze č. 6.

Zákon o ochraně ovzduší (č. 86/2002 Sb.) stanoví povinnosti provozovatelů zdrojů odděleně pro:

- zvláště velké, velké a střední stacionární zdroje znečišťování (§ 11)
- malé stacionární zdroje znečišťování (§ 12),

které jsou takto kategorizovány podle § 4 odst. 4 zákona.

Evidenci zdrojů znečišťování a vyhodnocování kvality ovzduší se řídí ustanovením § 13 zákona o ochraně ovzduší (registr emisí a zdrojů znečišťování podle odst. 1 a registr látek ovlivňujících klimatický systém Země podle odst. 2); podrobnosti jsou předmětem vyhlášky č. 356/2002 Sb.

Data potřebná pro naplnění výše uvedených registrů konkrétními údaji o objemu emisí se získávají autorizovaným měřením. Osvědčení o autorizaci vydává Ministerstvo životního prostředí fyzickým a právnickým osobám (§ 15 zákona o ochraně ovzduší); zákon stanoví též povinnosti autorizované osoby (§ 16 zákona).

Podrobnosti o způsobu zjišťování množství emisí a o technických prostředcích pro měření emisí, podmínky k udělování autorizace osob (kvalifikační požadavky) a ustanovení o registru informačního systému kvality ovzduší a vedení evidencí zdrojů jsou uvedeny ve vyhlášce č. 356/2002 Sb.

Spolehlivost získaných primárních údajů o objemu emisí podmiňuje kvalitu emisních inventur. Ve výsledném údaji, který je zanesen do výše uvedených registrů a evidencí, jde o konsekvenci v řetězci různých činností, počínaje odběrem vzorků a jejich analýzou a konče vyhodnocením a interpretací dílčích dat v konečném datovém souboru. Pro ověření objektivity konečných údajů jsou používány postupy verifikace a validace dat, z nichž zcela speciální pro emisní inventury je uveden v metodice CORINAIR/EMEP [1].

Metrologická návaznost měření

Jedním z důležitých předpokladů spolehlivosti dat pro emisní inventury je metrologická návaznost měření, která je podmínkou pro práci laboratoře (subjektu provádějícího měření) v akreditovaném režimu, tzn. splňující mezinárodní normu ISO/IEC 17025 "Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří"². Uvedená norma je natolik významná pro zajištění spolehlivosti dat, že by její aplikace v laboratoři (subjektu provádějícího měření) měla být podmínkou autorizace ve smyslu zákona o ochraně ovzduší a § 19 vyhlášky č. 356/2002 Sb.

Mezinárodní norma ČSN EN ISO/IEC 17025 byla zpracována na základě rozsáhlých zkušeností s uplatňováním pokynů ISO/IEC 25 a EN 45 001, které nahrazuje. Rovněž byla věno-

¹ Atmospheric Emission Inventory Guidebook, Volume 1. CORINAIR/EMEP, European Environment Agency, 3rd edn., 2001.

² Česká verze ČSN EN ISO/IEC 17025.

vána pozornost tomu, aby do této normy byly zahrnuty i veškeré požadavky z norem ISO 9001 a ISO 9002, které se vztahují k předmětu činnosti zkušebních a kalibračních laboratoří a jsou pokryty systémem jakosti laboratoře. Uvedená norma ČSN EN ISO/EC 17025 obsahuje všechny požadavky, které musí jak zkušební, tak i kalibrační laboratoře splňovat, aby mohly prokázat, že mají zavedený systém jakosti a že jsou odborně způsobilé a schopné dosahovat objektivních výsledků.

Problém metrologické návaznosti v oblasti analýzy ovzduší a emisí je dosti náročný a v České republice je řešen v rámci strukturovaného systému, jehož součástí bylo z počátku sdružení METROCHEM, působící od r. 1998 a spolupracující vedle Českého metrologického institutu s mezinárodními organizacemi (např. Euromet). Hlavní aktivity sdružení METROCHEM se soustřeďují zejména na zavedení a uplatňování národního schématu návaznosti, vzdělávání a diskusi s laboratořemi a konkrétní služby laboratořím v oblasti metrologické návaznosti. Členské laboratoře sdružení se akreditují jako kalibrační laboratoře u Českého institutu pro akreditaci, který je národním akreditačním orgánem.

Členské laboratoře sdružení METROCHEM zajišťují metrologickou návaznost především v oborech:

- anorganická a organická chemie pro životní prostředí,
- analýza vod,
- analýza ovzduší (imise a emise ze stacionárních zdrojů),
- analýza matričních vzorků půdy, potravin, odpadů, klinické biochemie aj.

Metrologické návaznosti k SI jednotkám je při analýze ovzduší a emisí dosahováno mj. použitím certifikovaných referenčních materiálů (CRO). Mezi členy sdružení METROCHEM působí i laboratoře Českého hydrometeorologického ústavu a TESO – Technické služby ochrany ovzduší, a.s., které zajišťují kalibraci analyzátorů pro polutanty a mají metrologickou návaznost přes korektní referenční materiály, jak je uvedeno v následujících tabulkách.

Monitoring imisí v ovzduší a kalibrace analyzátorů laboratoří ČHMÚ

veličina	rozsah	metoda	nejistota	návaznost
konc. SO ₂	0 - 3000 μg / m ³	fluorescence	3 %	Primární referenční materiál
konc. NO-NO _x	0 - 2000 μg / m ³	chemiluminiscence	3 %	Primární referenční materiál
konc. CO	0 - 50 mg / m ³	IR absorbce	2 %	Primární referenční materiál
konc. O ₃	0 - 1000 μg / m ³	UV absorbce	2 %	primární standard NIST EPA, USA
konc. BTX (benzen, toluen, xylén)	0 - 500 μg / m ³	plynová chromatografie	5 %	kalibrační směs
příprava kalibr. směsí SO ₂ , NO _x , CO	podle rozsahu	statická objemová injektáž	3 %	referenční plyny ověřené objemy
příprava kalibr. směsí org. látek (BTX)	podle rozsahu	statická objemová injektáž	5 %	ref. plyny a kapaliny ověřené objemy

Kalibrace a ověření kontinuálních emisních systémů laboratoří TESO, a.s.
(CRM – certifikovaný referenční materiál; MLPZ – mezilaboratorní porovnávací zkoušky)

veličina	rozsah	metoda	nejistota	návaznost	porovnání
koncentrace SO ₂	0-15.000 mg/m ³	IR absorpce	2 % rel.	CRM	MLPZ
koncentrace NO	0-1.000 mg/m ³	UV absorpce	2 % rel.	CRM	MLPZ
koncentrace CO	0-10.000 mg/m ³	IR absorpce	2 % rel.	CRM	MLPZ
koncentrace O ₂	0-10/25 %	paramagnet.	2 % rel.	CRM, upravený vzduch	
koncentrace tuhých látek	1-10.000 mg/m ³	gravimetrie	10 % rel.	kalibrační sada závaží	etalon
koncentrace TOC	0-20.000 mg/m ³	FID detekce	2 % rel.	kalibrační směs	MLPZ
rychlost plynu v potrubí	3- 50 m/s	sondáž profilu	5 % rel.	rychlostní tunel s referenční sondou	

Důležitou součástí pracovního režimu akreditované laboratoře je uvádění nejistot měření, což norma ČSN EN ISO/IEC 17025 v kapitole 5 striktně vyžaduje: „Kalibrační laboratoř nebo zkušební laboratoř provádějící vlastní kalibrace musí mít a používat pro všechny kalibrace a typy kalibrací postup pro odhad nejistot“. Pro oblast analytických měření byla mezinárodní organizací EURACHEM vydaná zvláštní příručka pro jednotné a co nejjednodušší vyhodnocování nejistoty analytických měření³.

Jsou-li dílčí výsledky měření emisí doprovázeny údaji o nejistotě měření, lze pro emisní inventury získat spolehlivější datové soubory. Tím se také dosáhne vyšší kvalifikace údajů o emisních inventurách ve smyslu výše uvedené příručky CORINAIR/EMEP.

Správná praxe získávání primárních dat pro emisní inventury

K určitému jednotnému provedení analytických postupů na různých pracovištích a k dosažení souměřitelných charakteristik výstupních analytických informací (tzn. výsledků) napomáhá konzistence postupů s některými normativními předpisy, např. s uvedenou normou ČSN EN ISO/IEC 17025 či předpisy, označovanými jako správná laboratorní praxe (*Good Laboratory Practice*, GLP).

K pojmu správná laboratorní praxe (GLP) je třeba uvést, že je užíván ve dvou odlišných rovinách: v rovině právního významu a v rovině standardizace analytické práce.

V rovině právního významu pojmu GLP jsou východiskem mezinárodně uznávané dokumenty (např. OECD), které ustanovují způsob provedení a dokumentace těch analytických prací, od nichž se odvíjí závažná rozhodnutí, mající účinnost nebo aplikaci v mezinárodní spolupráci nebo v právním systému určitého státu. Např. v české legislativě se takto rozumí soubor pravidel tvořících systém práce testovacích zařízení při provádění neklinických studií bezpečnosti chemických látek a přípravků a rovněž pravidel, podle nichž se tyto studie plánují, provádějí, kontrolují, zaznamenávají, předkládají a archivují. Právním předpisem v České republice je vyhláška Ministerstva životního prostředí č. 283/2001 Sb. (vydaná v souladu s ustanovením zákona č. 157/1998 Sb. o chemických látkách a chemických příprav-

³ Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements. Eurachem, 2000.

cích, kde je v § 2 odst. 11 správná laboratorní praxe definována jako „mezinárodně dohodnutý systém zabezpečení a kontroly kvality práce laboratoří, který se ověřuje a jeho splnění se potvrzuje vydáním osvědčení“). Příloha č. 1 k této vyhlášce uvádí „Zásady správné laboratorní praxe“ podle stejnojmenného dokumentu OECD, Sekce životního prostředí OECD č. 1, přijatého Radou OECD dne 26. 11. 1997 pod signaturou C(97)186(Final). Podle uvedené přílohy jsou obsahem Zásad správné laboratorní praxe následující kapitoly (v závorce jsou uvedeny hlavní podkapitoly):

1. Organizace a zaměstnanci testovacího zařízení (vedoucí testovacího zařízení, vedoucí studie, vedoucí dílčího zkoušení, zaměstnanci provádějící studie).
2. Program zabezpečování jakosti (obecně, zaměstnanci zabezpečující jakost).
3. Prostory (obecně, prostory pro testovací systémy, prostory se zacházení s testovanými a referenčními položkami, prostory pro archiv, odstraňování odpadů).
4. Přístroje, materiály a činidla.
5. Testovací systémy (fyzikální a chemické, biologické).
6. Testované a referenční položky (příjem, manipulace, vzorkování, uskladnění, charakterizace).
7. Standardní operační postupy.
8. Provedení studie (plán studie, obsah plánu studie, provedení studie).
9. Zpráva o výsledcích studie (obecně, obsah závěrečné zprávy).
10. Ukládání a uchovávání záznamů a materiálů.

Osvědčení o dodržení zásad správné laboratorní praxe vydává Ministerstvo životního prostředí právnické osobě a fyzické osobě oprávněné k podnikání na základě žádosti podané podle § 5 zákona č. 157/1998 Sb. V České republice působí Národní inspekční orgán správné laboratorní praxe⁴.

V právním systému Evropské unie je problematika správné laboratorní praxe zakotvena od roku 1987 a dosud byly vydány následující právní předpisy (směrnice a rozhodnutí).

Správná laboratorní praxe v právních předpisech EU

rok vydání	název právního předpisu
1987	Council directive 87/18/EEC of 18 December 1987 on the harmonisation of laws, regulations and administrative provisions relating to the application of the principles of good laboratory practice and the verification of their applications for tests on chemical substances.

⁴ ASLAB – Národní inspekční orgán SLP, Středisko pro posuzování způsobilosti laboratoří, Výzkumný ústav vodohospodářský T. G. Masaryka, Podbabská 30, 160 62 Praha 6 (ředitel Ing. Ivan Koruna, CSc., inspektor Ing. Petr Finger).

rok vydání	název právního předpisu
1988	Council directive 88/320/EEC of 9 June 1988 on the inspection and verification of good laboratory practice (GLP).
1989	Council decision 89/569/EEC of 28 July 1989 on the acceptance by the European Economic Community of an OECD decision/recommendation on compliance with principles of good laboratory practice.
1989	Commission directive 90/18/EEC of 18 December 1989 adapting to technical progress the annex to Council directive 88/320/EEC on the inspection and verification of good laboratory practice (GLP).
1999	Commission directive 99/11/EC of 8 March 1999 adapting to technical progress the principles of good laboratory practice as specified in Council directive 87/18/EEC on the harmonisation of laws, regulations and administrative provisions relating to the application of the principles of good laboratory practice and the verification of their applications for tests on chemical substances.
1999	Commission directive 99/12/EC of 8 March 1999 adapting to technical progress for the second time the annex to Council directive 88/320/EEC on the inspection and verification of good laboratory practice (GLP).

V rovině standardizace analytické práce je pojem správné laboratorní praxe (GLP) chápán jako nástroj zabezpečení jakosti technickými prostředky instrumentace, použitím referenčních materiálů, vytvořením systému mezilaboratorních porovnávacích zkoušek, dodržováním metrologické návaznosti, kalibračními postupy apod. V tomto pojetí jsou i vydávány příručky GLP vedoucími výrobci analytické instrumentace, vesměs pracujícími v režimu ISO řady 9000, které vycházejí z doporučení ISO (ISO/IEC Guide 25).

Správná laboratorní praxe v tomto pojetí se opírá více o normativní předpisy než o předpisy právní nebo administrativně správní, klade důraz na nové vědecké a technické poznatky, optimalizaci pracovních režimů, využití databází (chromatografických, spektroskopických apod.) a zajištění systému jakosti (QA/QC) včetně využití softwarových informačních prostředků.

Pro tyto účely jsou určeny i laboratorní informační systémy (LIMS), které přispívají ke standardizaci analytických postupů, zajišťují evidenci dat (vstupních i výstupních), řídí zadaný systém jakosti, vyhodnocují nejistoty měření, vedou regulační diagramy, usnadňují tvorbu protokolů o výsledcích a zpřístupňují oprávněným osobám databázové soubory k dalšímu využití. Systémy LIMS pracují v síťovém uspořádání a aplikují možnost on-line napojení na analytickou instrumentaci.

V oblasti registrace a vyhodnocování emisních dat snímaných kontinuálně pracujícími analyzátory jsou aplikovány softwarové prostředky, umožňující vytvářet databázové soubory pro statistické a výkaznické účely. Těmito prostředky se např. usnadňuje a urychluje vyhodnocení kontinuálních měření podle § 12 vyhlášky Ministerstva životního prostředí č. 356/2002 Sb. (výpočet třicetiminutové střední hodnoty koncentrace příslušné znečišťující látky, výpočet průměrné denní střední hodnoty koncentrace znečišťující látky a porovnání s hodnotou emisního limitu, výpočet ročních průměrů denních středních hodnot apod.).

Problematika měření emisí u spalovacích procesů

Měření emisí nepřináší jen problémy metrologické návaznosti a kalibrace, jak bylo ukázáno výše, ale též problémy s vlastním technickým provedením měření. Jde především o měření dynamického procesu, kde je nutno počítat s proměnlivými parametry jak v čase, tak i

v místě, kde má být měření uskutečněno. Oba tyto faktory se uplatňují jak při měření s odběrem vzorku (manuální metody měření), tak i při měření bez odběru vzorku (kontinuální metody měření) *in situ*.

Manuální metody využívají analytické postupy, které zpravidla vycházejí z mezinárodně přijatých norem a opírají se o správnou laboratorní praxi (jak uvedeno výše) nebo o akreditované standardní operační postupy či autorizované postupy (např. ve smyslu §15 zákona č. 86/2002 Sb. o ochraně ovzduší).

Kontinuální metody používají vhodnou instrumentaci, umožňující převod některé kontinuálně měřitelné fyzikálně chemické vlastnosti emisního média na údaj o koncentraci sledované složky média. Základním požadavkem je metrologická návaznost měření a možnost kalibrace přístroje. Uplatnění instrumentace pro kontinuální měření je investičně náročné, a proto se omezuje pouze na některé sledované emisní složky, a to s ohledem i na možnost využití výstupu z měření (dat) k optimalizaci spalovacího procesu.

Jedním z rozhodujících faktorů, které ovlivňují správnost výsledku⁵, je postup odběru vzorků, u něhož je třeba určit a ověřit následující parametry:

- místo odběru vzorku s ohledem na distribuci sledovaných látek (zda místo zaručuje reprezentativní vzorek pro všechny sledované látky i při různém výkonu zařízení),
- konstrukce a provedení odběrové trasy (tvar sondy a její umístění v odběrovém profilu, zanášení sondy, isokinetické podmínky odběru, absorpce a kondensace po trase, netěsnosti trasy a případná kontaminace vzorku),
- v případě automatických analyzátorů s optickými plochami (např. pro stanovení tuhých částic) znečištění optických prvků (prachem, rosením),
- měření průtoku.

V případě odběru vzorků pro laboratorní analýzu je dále třeba ověřit stabilitu vzorku během dopravy a skladování.

Pro celý analytický postup (jak u metod kontinuálních, tak i manuálních) je nutné zjistit nejistotu měření. Nejistota měření je definována⁶ jako parametr související s výsledkem měření, který charakterizuje rozptyl hodnot, které by bylo možno důvodně přiřadit měřené veličině. K této definici se přiřazují tři vysvětlující poznámky:

1. Parametrem může být např. směrodatná odchylka (nebo její násobek), šíře intervalu spolehlivosti apod.
2. Nejistota měření se sestává z mnoha složek, z nichž některé mohou být určeny ze statistického rozdělení výsledků série měření a mohou být charakterizovány výběrovými směrodatnými odchylkami. Jiné složky, které mohou být rovněž charakterizovány vý-

⁵ Pojem správnost vyjadřuje odchylku výsledku od skutečné hodnoty a je kombinací pravdivosti a přesnosti měření. Pravdivost vyjadřuje těsnost střední hodnoty souboru výsledků ke skutečné hodnotě a její mírou je odchylka (bias), přesnost vyjadřuje variabilitu výsledků získaných za stanovených podmínek.

⁶ Stanovení nejistoty analytického měření. Kvalimetrie 6. Eurachem-ČR, Praha 1996.

běrovými směrodatnými odchylkami, se vyhodnocují z předpokládaných rozdělení pravděpodobností na základě zkušeností nebo jiných informací.

3. Rozumí se, že výsledek měření je nejlepším odhadem měřené veličiny a že všechny složky nejistoty, včetně složek způsobených systematickými vlivy, jako jsou složky odpovídající korekcím a referenčním etalonům, přispívají k rozptylu hodnot.

Metody a technické požadavky měření jsou uvedeny v příloze č. 5 k vyhlášce Ministerstva životního prostředí č. 356/2002 Sb. (pro jednorázová měření) a v příloze č. 6 k téže vyhlášce (pro kontinuální měření). Protože vývoj měřících postupů a instrumentace postupuje velmi rychle, obě uvedené přílohy stanoví, že za součást přílohy je dále nutno považovat veškeré platné normy ČSN, ČSN ISO a ČSN EN, které jsou a nebo budou vydány Českým normalizačním institutem a které souvisejí s prováděním měření emisí.

Aktuální stav norem vztahujících se k příloze č. 5 Vyhlášky MŽP č. 356/2002 Sb je uveden v následující tulle.

Aktuální stav norem vztahujících se k příloze č. 5 Vyhlášky MŽP č. 356/2002 Sb.

číslo normy	název normy	účinnost od
Metody analýzy pro jednorázové měření emisí podle Přílohy č. 5 k vyhlášce č. 356/2002 Sb.		
ČSN ISO 9096 (83 4615)	<i>Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace a hmotnostního toku tuhých částic v potrubí</i> - Manuální gravimetrická metoda	1.7.1998
ČSN ISO 7934 (83 4702)	<i>Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace emisí oxidu siřičitého</i> - Odměrné stanovení chloristanem barnatým	1.7.1998
ČSN EN 1948-1 (83 4745)	<i>Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF</i> - Část 1: Vzorkování	1.8.1998
ČSN EN 1948-2 (83 4745)	<i>Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF</i> - Část 2: Extrakce a čištění	1.8.1998
ČSN EN 1948-3 (83 4745)	<i>Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace PCDD/PCDF</i> - Část 3: Identifikace a kvantitativní stanovení	1.8.1998
ČSN EN 1911-1 (83 4750)	<i>Stacionární zdroje emisí - Manuální metoda stanovení HCl</i> - Část 1: Vzorkování (Nahrazuje normy ČSN 83 4751-1 a ČSN 84 4751-2 od 1.6.1999)	1.6.1999
ČSN EN 1911-2 (83 4750)	<i>Stacionární zdroje emisí - Manuální metoda stanovení HCl</i> - Část 2: Absorpce plyných sloučenin (Nahrazuje normy ČSN 83 4751-1 a ČSN 84 4751-2 od 1.6.1999)	1.6.1999
ČSN EN 1911-3 (83 4750)	<i>Stacionární zdroje emisí - Manuální metoda stanovení HCl</i> - Část 3: Analýza absorpčního roztoku a výpočty (Nahrazuje normu ČSN 83 4751-5 od 1.6.1999)	1.6.1999
ČSN ISO 10780 (83 4772)	<i>Stacionární zdroje emisí - Měření rychlosti a objemového průtoku plynů v potrubí</i>	1.7.1998
ČSN 83 4011	<i>Ochrana ovzduší. Zdroje znečišťování ovzduší. Názvosloví.</i> NORMA BYLA 1.8.2000 ZRUŠENA	1.7.1985
ČSN 83 4501	<i>Ochrana ovzduší. Měření emisí ze zdrojů znečišťování ovzduší. Základní pojmy, názvosloví a rozdělení.</i> NORMA BYLA 1.8.2000 ZRUŠENA	1.10.1988
ČSN 83 4511	<i>Ochrana ovzduší. Klasifikace emisí ze zdrojů znečišťování ovzduší.</i> NORMA BYLA 1.8.2000 ZRUŠENA	1.12.1982
ČSN 83 4611	<i>Ochrana ovzduší. Měření tuhých emisí ze zdrojů znečišťování ovzduší</i>	1.1.1983
ČSN 83 4711-1	<i>Měření emisí oxidu siřičitého, oxidu sírového, kyseliny sírové a celkového obsahu oxidů síry ze zdrojů znečišťování ovzduší. Všeobecná část</i>	1.3.1983
ČSN 83 4711-2	<i>Měření emisí oxidu siřičitého, oxidu sírového, kyseliny sírové a celkového obsahu oxidů síry ze zdrojů znečišťování ovzduší. Odběr vzorku pro manuální metody měření</i>	1.3.1983

číslo normy	název normy	účinnost od
ČSN 83 4711-3	Měření emisí oxidu siřičitého, oxidu sírového, kyseliny sírové a celkového obsahu oxidů síry ze zdrojů znečišťování ovzduší. Stanovení celkového obsahu oxidů síry	1.3.1983
ČSN 83 4711-4	Měření emisí oxidu siřičitého, oxidu sírového, kyseliny sírové a celkového obsahu oxidů síry ze zdrojů znečišťování ovzduší. Stanovení obsahu kyseliny sírové a celkového obsahu oxidu siřičitého a sírového	1.3.1983
ČSN 83 4711-5	Měření emisí oxidu siřičitého, oxidu sírového, kyseliny sírové a celkového obsahu oxidů síry ze zdrojů znečišťování ovzduší. Stanovení celkového obsahu oxidu sírového a kyseliny sírové a obsahu oxidu siřičitého	1.3.1983
ČSN 83 4711-6	Měření emisí oxidu siřičitého, oxidu sírového, kyseliny sírové a celkového obsahu oxidů síry ze zdrojů znečišťování ovzduší. Stanovení obsahu oxidu sírového	1.3.1983
ČSN 83 4712-1	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí sirovodíku ze stacionárních zdrojů.</i> Všeobecná část	1.6.1988
ČSN 83 4712-2	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí sirovodíku ze stacionárních zdrojů.</i> Odběr vzorku pro manuální metody měření	1.6.1988
ČSN 83 4712-3	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí sirovodíku ze stacionárních zdrojů.</i> Metoda odměrného stanovení	1.6.1988
ČSN 83 4712-4	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí sirovodíku ze stacionárních zdrojů.</i> Metoda fotometrického stanovení	1.6.1988
ČSN 83 4713-1	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí sirouhlíku ze stacionárních zdrojů.</i> Všeobecná část	1.6.1988
ČSN 83 4713-2	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí sirouhlíku ze stacionárních zdrojů.</i> Odběr vzorku pro manuální metody měření	1.6.1988
ČSN 83 4713-3	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí sirouhlíku ze stacionárních zdrojů.</i> Metoda argentometrická	1.6.1988
ČSN 83 4713-4	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí sirouhlíku ze stacionárních zdrojů.</i> Metoda jodometrická	1.6.1988
ČSN 83 4721-1	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí oxidů dusíku ze stacionárních zdrojů.</i> Všeobecná část	1.1.1988
ČSN 83 4721-2	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí oxidů dusíku ze stacionárních zdrojů.</i> Odběr vzorku pro manuální metody měření	1.1.1988
ČSN 83 4721-3	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí oxidů dusíku ze stacionárních zdrojů.</i> Metoda alkalimetrické titrace	1.1.1988
ČSN 83 4728-1	<i>Ochrana ovzduší. Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší.</i> Všeobecná část	1 4 1986
ČSN 83 4728-2	<i>Ochrana ovzduší. Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší.</i> Odběr vzorku pro manuální metody měření	1 4 1986
ČSN 83 4728-3	<i>Ochrana ovzduší. Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší.</i> Metoda odměrného stanovení	1 4 1986
ČSN 83 4728-4	<i>Ochrana ovzduší. Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší.</i> Metoda fotometrického stanovení	1 4 1986
ČSN 83 4728-5	<i>Ochrana ovzduší. Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší.</i> Metoda potenciometrická	1 4 1986
ČSN 83 4751-3	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí chloru a chlorovodíku ze stacionárních zdrojů.</i> Stanovení chloru. Fotometrická metoda	1.8.1988
ČSN 83 4751-4	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí chloru a chlorovodíku ze stacionárních zdrojů.</i> Stanovení chloru. Odměrná metoda	1.8.1988
ČSN 83 4751-6	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí chloru a chlorovodíku ze stacionárních zdrojů.</i> Stanovení chloru a chlorovodíku vedle sebe	1.8.1988
ČSN 83 4752-1	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí fluoru ze stacionárních zdrojů.</i> Všeobecná část	1.8.1990
ČSN 83 4752-2	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí fluoru ze stacionárních zdrojů.</i> Odběr vzorků pro manuální metody měření	1.8.1990
ČSN 83 4752-3	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí fluoru ze stacionárních zdrojů.</i> Potenciometrická metoda stanovení	1.8.1990
ČSN 83 4752-4	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí fluoru ze stacionárních zdrojů.</i> Fotometrická metoda stanovení	1.8.1990
ČSN 83 4752-5	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí fluoru ze stacionárních zdrojů.</i> Metoda odměrného stanovení	1.8.1990
Metody analýzy pro kontinuální měření emisí podle Přílohy č. 5 k vyhlášce č. 356/2002 Sb.		
ČSN ISO 10155 (83 4616)	<i>Stacionární zdroje emisí - Automatizovaný monitoring hmotnostní koncentrace částic -</i> Charakteristiky, zkušební metody a specifikace	1.7.1998
ČSN ISO 10396 (83 4770)	<i>Stacionární zdroje emisí - Odběr vzorků pro automatizované stanovení hmotnostních koncentrací plyných složek</i>	1.7.1998
ČSN ISO 7935 (83 4701)	<i>Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace emisí oxidu siřičitého -</i> Charakteristiky automatizovaných měřicích metod	1.7.1998

číslo normy	název normy	účinnost od
ČSN ISO 10849 (83 4704)	<i>Stacionární zdroje emisí - Stanovení hmotnostní koncentrace emisí oxidů dusíku - Charakteristiky automatizovaných měřících metod</i>	1.7.1998
ČSN EN 12619 (83 4742)	<i>Stacionární zdroje emisí. Stanovení nízkých hodnot hmotnostní koncentrace celkového plynného organického uhlíku ve spalínách.</i> Kontinuální metoda s použitím plamenového ionizačního detektoru	1.5.2000
ČSN 83 4611	<i>Ochrana ovzduší. Měření tuhých emisí ze zdrojů znečišťování ovzduší.</i>	
ČSN 83 4711-7	Měření emisí oxidu siřičitého, oxidu sírového, kyseliny sírové a celkového obsahu oxidů síry ze zdrojů znečišťování ovzduší. Kontinuální stanovení celkového obsahu oxidu siřičitého	1.3.1983
ČSN 83 4740	<i>Ochrana ovzduší. Stanovení emisí oxidu uhelnatého ze stacionárních zdrojů.</i> Metoda infračervené absorpční spektroskopie	1.6.1991

Data získaná měřením je třeba ověřit verifikačními a validačními postupy. V oblasti chemické analýzy se pro pojmy verifikace a validace zpravidla používají následující definice.

Verifikace je použití specifických zkoušek k určení chyb způsobených nestandardním průběhem pracovního postupu nebo dílčí operace.

Konkrétními nástroji verifikace je napří uplatnění referenčních materiálů, provedení zkoušky postupem založeným na jiném fyzikálně chemickém principu, použití metod standardních přísadků, použití modelových kalibračních roztoků apod.

Validace je objektivní posouzení činností, tj. provedení celého analytického procesu, na základě:

- definice činností (dílčích kroků) a mezi jejich reprodukovatelnosti,
- zjištění průběhu činností v definovaných mezích,
- jednoznačné a trvalé dokumentace provedených činností.

Z výše uvedeného pak pro chemickou analýzu vyplývá:

- postupy verifikace je ověřována kvalita dílčích dat, z nichž jsou zpravidla vytvářeny soubory pro interpretaci analytické informace,
- postupy validace je posuzována platnost celého systému činností získávání souboru dat z hlediska udržení (setrvání) systému činností ve stanovených nebo zdůvodněných mezích.

Jedním z nástrojů k ověření správných postupů při měření emisí jsou mezilaboratorní porovnávací zkoušky (MPZ), které v České republice pro oblast měření emisí organizuje Asociace autorizovaných laboratoří pro měření emisí (ALME) od roku 1996. Pravidelně jsou testovány zkoušky:

- stanovení vybraných plyných škodlivin (CO, NO, SO₂),
- stanovení koncentrace methanu,
- stanovení vybraných těžkých kovů v popílku (As, Pb, Cr, Cu, V aj. ve vybraném certifikovaném referenčním materiálu),
- stanovení fluoridů a chloridů v alkalickém absorpčním roztoku

Účast v MPZ ALME se pohybuje kolem 30 subjektů a jejich celková úspěšnost se blíží 90% (v r. 2001 88%, u stanovení plyných škodlivin 96%).

Kromě toho mají laboratoře specializované na stanovení kovů možnost zúčastnit se dalších mezilaboratorních zkoušek pořádaných jinými organizacemi, zejména pro oblast stanovení kovů atomovou absorpční spektrometrií (AAS) nebo optickou emisní spektrometrií s induktivně vázaným plazmatem (ICP OES, případně s hmotnostní detekcí ICP MS).

Měření emisí těžkých kovů je technicky náročná operace, jak v části odběru vzorků, tak i v části vlastního stanovení jednotlivých kovů, je však současnými prostředky analytické instrumentace dobře zvládnutelná. Za upozornění stojí skutečnost, že nejen české právní předpisy, ale i zahraniční se při kontrole dodržování emisních limitů opírají nejen o stanovení jednotlivých kovů, ale i skupiny kovů⁷, což lze považovat za určitou komplikaci při bilancování emisí, zejména pak v těch případech, kdy je třeba vyjádřit stav emisí jednotlivých kovů, jako v případě protokolu o těžkých kovech, tedy pro kadmium, rtuť a olovo (a nově i pro další kovy). Uvedené tři kovy se objevují v sumárním výsledku několika skupin a stávajícími administrativně technickými prostředky evidence zdrojů znečištění ovzduší je nelze separovat na samostatné položky.

Lze doporučit, aby orgány kraje, v případě, že budou stanovovat emisní limity, pamatovaly na potřebu stanovovat je pro jednotlivé kovy v emisích samostatně, tzn. ve smyslu přílohy č. 1 k vyhlášce 356/2002 Sb. jako položky 2.1 až 2.18. Tento postup je žádoucí pro následné provádění emisních bilancí.

⁷ Příloha č. 1 k vyhlášce č. 356/2002 Sb., odst. 2.