
**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)**

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**РД
52.04.909
-2021**

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ОКСИДА УГЛЕРОДА
В ПРОБАХ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА**

**Методика измерений с отбором проб воздуха
в пробоотборные пакеты**

Санкт-Петербург

2021

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Главная геофизическая обсерватория им. А.И. Воейкова» (ФГБУ «ГГО»)

2 РАЗРАБОТЧИК И.С. Яновский, ст. научн. сотр.

3 СОГЛАСОВАН:

- с Управлением мониторинга состояния и загрязнения окружающей среды (УМСЗ) Росгидромета 15.01.2021

- с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО Тайфун») письмом № 01-46/2838 от 26.11.2020.

4 УТВЕРЖДЕН Руководителем Росгидромета 18.01.2021.

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета № 89 от 08.04.2021.

5 АТТЕСТОВАНА Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации методики измерений № 205-18/RA.RU.311787/2019 от 18.12.2019

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации Росгидромета ФГБУ «НПО «Тайфун» 12.03.2-21.

ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА РД 52.04.909-2021.

7 ВЗАМЕН РД 52.04.186-89 «Руководство по контролю загрязнения атмосферы». Часть I «Анализ атмосферного воздуха с помощью газоанализаторов», подраздел 6.5 «Методы определения концентрации оксида углерода».

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2031 год

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 10 лет

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	2
3	Термины и определения	3
4	Метрологические характеристики	4
5	Требования к средствам измерений, стандартным образцам, вспомогательному оборудованию	4
6	Метод измерений	6
7	Требования к условиям измерений.....	7
8	Требования к квалификации операторов.....	7
9	Требования безопасности, охраны окружающей среды.....	8
10	Отбор и хранение проб	8
11	Подготовка к выполнению измерений	12
12	Порядок выполнения измерений	14
13	Обработка и оформление результатов измерений	15
14	Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории.....	16
	Приложение А (справочное) Модели газоанализаторов.....	19
	Приложение Б (рекомендуемое) Форма записи данных при измерении	21
	Библиография.....	22

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ОКСИДА УГЛЕРОДА В ПРОБАХ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

Методика измерений с отбором проб воздуха в пробоотборные пакеты

Дата введения – 2021-07-01

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерения массовой концентрации оксида углерода в атмосферном воздухе с отбором проб воздуха в пробоотборные пакеты (далее – методика) в точке наблюдения и доставки их в лабораторию для проведения измерений с использованием газоанализаторов. Диапазон определяемых разовых концентраций оксида углерода от 0 до 50 мг/м³.

Настоящий руководящий документ предназначен для контроля атмосферного воздуха и рекомендован для применения химико-аналитическими лабораториями структурных подразделений Росгидромета и другими лабораториями, осуществляющими анализ атмосферного воздуха.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 8.915-2016 Счётчики газа диафрагменные. Общие технические условия

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.004-91 Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность Общие требования

ГОСТ 17.2.3.01-86 Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населённых пунктов

ГОСТ 17.2.4.02-81 Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 13045-81 Ротаметры. Общие технические условия

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

РМГ 76-2014 ГСЦ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

РД 52.04.186-89 Руководство по контролю загрязнения атмосферы

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных документов:

- стандартов и гигиенических нормативов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год;

- межгосударственных рекомендаций (РМГ) – в аннотированном перечне «Нормативные документы национальной и межгосударственной систем стандартизации» по состоянию на 1 января текущего года;

- нормативных документов Росгидромета по РД 52.18.5-2012 «Перечень нормативных документов (по состоянию на 01.08.2012)» и ежегодно издаваемому информационному указателю нормативных документов, опубликованных по состоянию на 1 января текущего года.

Если ссылочный документ заменён (изменен), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться заменённым (изменённым) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

3.1 В настоящем руководящем документе применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **разовая концентрация**: Концентрация примеси в атмосферном воздухе, определяемая в пробе, отобранной в течение 20 – 30 минут.

3.1.2 **ротаметр**: Устройство для измерения расхода воздуха.

4 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и её составляющих) результатов измерений не превышает значений, приведенных в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

Определяемое вещество	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м ³	Границы погрешности измерений при P=0,95		Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости)	
		приведенной, $\pm\Delta$, мг/м ³	относительной $\pm\delta$, %	σ_R , мг/м ³	σ_R , %
Оксид углерода	от 0 до 3,0 включ.	0,75	–	0,36	–
	от 3,0 до 50 включ.	–	25	–	12

5 Требования к средствам измерений, стандартным образцам, вспомогательному оборудованию

5.1 Газоанализатор модификации «ЭЛАН плюс» [1] предел допускаемой основной абсолютной погрешности, мг/м³, не более: в диапазоне (0–3) мг/м³ составляет $\pm 0,6$ мг/м³; для диапазона (3–50) мг/м³ – $\pm 0,2C_x$ (где C_x – измеренная концентрация); расход анализируемого воздуха 0,5 дм³/мин, время установления показания измерения 60 с. Допускается применение других моделей газоанализаторов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных. Перечень газоанализаторов другого типа приведен в таблице А.1.

5.2 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1 [2]. Предел допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа (1,5 мм рт. ст.).

5.3 Термометр лабораторный ТЛ-4 [3], диапазон измерения от 0 °С до 55 °С.

5.4 Счетчик газа класса G1,6 по ГОСТ 8.915 основная допустимая погрешность при расходе воздуха до 5 дм³/мин не более 3 %.

5.5 Ротаметр РМ-0,063 ГУЗ по ГОСТ 13045, верхний предел измерения 1 дм³/мин, приведенная погрешность измерения 7 %.

5.6 Государственные стандартные образцы состава газовой смеси СО/Н₂ утверждённого типа, 2-го разряда [4] в баллонах высокого давления вместимостью не менее 5 дм³, номер Госреестра ГСО 10760-2015, массовая концентрация оксида углерода составляет (30 $\pm$ 5) мг/м³, относительная погрешность не более 12 %.

П р и м е ч а н и я

1 Для пересчёта значений объёмной доли, выраженных в млн⁻¹, в значения массовой концентрации, выраженные в мг/м³ (при температуре 0 °С и давлении 101,3 кПа), следует применять коэффициент 1,25 для оксида углерода.

2 Допускается применение поверочных газовых смесей (ПГС), указанных в методике поверки на используемый газоанализатор, если значение массовой концентрации оксида углерода в ПГС не превышает 50 мг/м³.

5.7 Емкости для отбора проб воздуха латексные или полиэтиленовые, вместимостью от 5 до 20 дм³ с клапаном или зажимом в комплекте с пробоотборным насосом:

- пробоотборные пакеты с клапаном, тип ППЭ [5], для отбора проб воздуха, в комплекте с насосом пробоотборником НПГ-1,5 для разовых отборов или с наполнителем газовых пакетов модели НПГ-4А для отбора проб воздуха в автоматическом режиме 4 раза в сутки;

- пакеты SKC FlexFoilPlus, артикул 252-05 и пробоотборный насос

с встроенным фильтром SKC 224-PCXR4, артикул 224-PCXR4;

- камера латексная с запирающим клапаном для отбора проб воздуха [6] в комплекте с побудителем расхода воздуха МПР 1-68.

Для забора пробы воздуха могут быть использованы также малорасходные компрессоры П-31, ПМЭ-5-3006, ПМЭ-2-1006, МКМ-7, ПР-7, ПРГ-2Б и аналогичные.

5.8 Трубки силиконовые медицинские 6×2, 8×2 [7];

5.9 Поверочный нулевой газ (ПНГ) азот (марка А) [8] в баллоне вместимостью не менее 6 дм³.

5.10 Вентиль баллонный точной регулировки ВТР-1-М160 [9] с манометром.

П р и м е ч а н и я

1 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы – действующие паспорта.

2 Допускается использование других типов средств измерений, вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже приведенных в разделе 5.

6 Метод измерений

6.1 Данная методика устанавливает комплексную процедуру измерений, включающую в себя стадии отбора пробы воздуха в пробоотборный пакет, хранения, доставки пакета в лабораторию и измерения массовой концентрации оксида углерода газоанализатором.

6.2 Заполнение пакета атмосферным воздухом проводится методом аспирации с помощью пробоотборного компрессора. Средняя за 20 мин концентрация оксида углерода образуется за счет физического усреднения при заполнении пакета воздухом.

6.3 Принцип действия газоанализатора «ЭЛАН плюс» основан

на электрохимическом методе измерения.

Перед проведением измерений газоанализатор градуируют в соответствии с руководством по эксплуатации [1] с использованием бинарной газовой смеси CO-N₂ с известными значениями массовой концентрации оксида углерода. Периодичность проведения градуировки установлена в руководстве по эксплуатации конкретной модели газоанализатора.

7 Требования к условиям измерений

7.1 При выполнении измерений в химической лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 20±5;
- относительная влажность воздуха, % не более 95 %;
- атмосферное давление, мм. рт. ст. от 630 до 800;

7.2 Параметры отбираемого для анализа воздуха:

- температура, °C от – 30 до + 40;
- атмосферное давление, мм. рт. ст. от 630 до 800;
- относительная влажность, % от 15 до 95.

П р и м е ч а н и е – Концентрация неопределяемых (неизмеряемых) газовых примесей, не более значений, указанных в Руководстве по эксплуатации газоанализатора [1].

8 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим техническим или со средним профессиональным образованием, имеющие навыки работы с газоаналитической

и компьютерной техникой, освоивших настоящую методику и правила безопасной работы с электрооборудованием и газовыми баллонами высокого давления.

9 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений массовой концентрации оксида углерода необходимо соблюдать правила по технике безопасности [10], а также:

- требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации газоанализатора [1] или газоанализатора другого типа, приведенного

в таблице А.1;

- правила безопасной работы с электрооборудованием по ГОСТ 12.1.019;

- инструкции по охране труда при обращении с газовыми баллонами высокого давления;

- указания по хранению и эксплуатации, приведенные в паспортах на используемые ПГС в баллонах;

- требования к контролю загрязнения атмосферы, приведенные в РД 52.04.186.

Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005.

10 Отбор и хранение проб

10.1 Подготовка пробоотборного пакета.

10.1.1 Пакеты, предназначенные для отбора проб воздуха должны

быть промаркированы с тем, чтобы в дальнейшем можно было идентифицировать их по месту и времени отбора проб воздуха.

10.1.2 Для проверки герметичности пакет полностью заполняется воздухом, перекрывается входной клапан. Производится обмыливание пакета. Отсутствие пузырей при нажатии на пакет подтверждает его герметичность. Возможен вариант проверки герметичности методом погружения для пакетов емкостью менее 10 дм³. После заполнения пакета он погружается в емкость с водой, отсутствие пузырей подтверждает достаточную герметичность пробоотборного пакета.

10.1.3 После отбора пробы воздуха для подготовки пакета к следующему циклу отбора необходимо провести многократную (2 – 3 раза) продувку пакета поверочным нулевым газом (ПНГ) из баллона.

10.2 С помощью пробоотборного компрессора из пакета удаляется остаточный воздух. Входной штуцер пакета перекрывается встроенным вентилем. Для пакетов без встроенного вентиля используется специальный зажим из комплекта поставки.

10.3 В месте проведения забора пробы атмосферного воздуха к входному штуцеру пакета присоединяется выход компрессора. Забор воздуха может проводиться как непосредственно через входной штуцер компрессора, либо через силиконовую трубку, если необходимо отбирать пробу из труднодоступного места. При отборе проб в павильоне поста наблюдения входной штуцер компрессора соединяется силиконовой трубкой с распределительной гребенкой, соединенной с пробозаборным зондом поста. При работе в павильоне с развитой системой подачи воздуха перед подключением пакета следует произвести предварительную прокачку из воздухозаборной системы в течение 1–2 мин, после которой производится подключение пакета для его заполнения анализируемым воздухом.

При использовании компрессора необходимо обеспечить соответствующий расход воздуха при заполнении пакета.

Допустимый расход воздуха вычисляется по формуле

$$Q = 0,8V/T, \quad (1)$$

где Q – расход воздуха, $\text{дм}^3/\text{мин}$;

0,8 – коэффициент запаса, исключающий возможность переполнения пакета;

V – объем пробоотборного пакета, дм^3 ;

T – время заполнения пакета пробой воздуха, 20 мин.

Минимальный объем пробоотборного пакета V , дм^3 , определяется потребляемым газоанализатором расходом воздуха Q_{Γ} , $\text{дм}^3/\text{мин}$, и временем установки показаний газоанализатора T_{Γ} , мин. Значение объема рассчитывается по формуле с учетом коэффициента запаса равного 2

$$V = 2Q_{\Gamma}T_{\Gamma} \quad (2)$$

Для газоанализатора «ЭЛАН плюс» минимальный объем пробоотборного пакета составляет 0,8 дм^3 .

При использовании малорасходных компрессоров, приведенных в 5.7 отбор пробы воздуха в пакет производится применением газовой схемы, изображенной на рисунке 1.

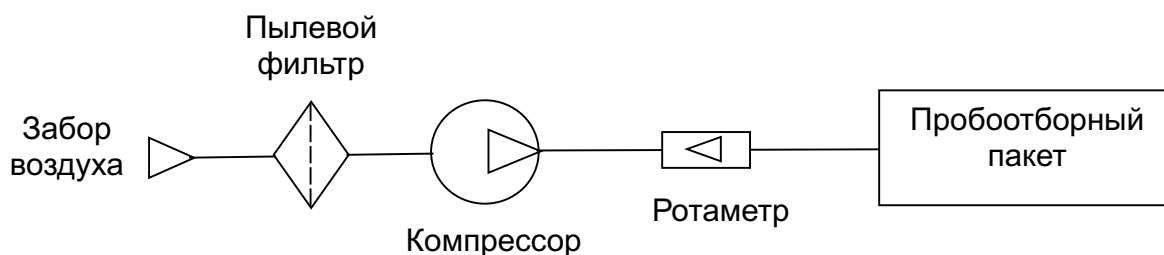


Рисунок 1 – Схема заполнения пробоотборного пакета воздухом

Перед заполнением пакета производится настройка расхода воздуха. Для этого включается компрессор и с помощью регулирующего вентиля ротаметра устанавливается необходимый расход воздуха в соответствии

таблицей А.3. При использовании пакетов с объемами, отличными от указанных в таблице А.3, расход воздуха устанавливается в соответствии с расчетом по формуле (1).

10.4 Компрессор НПГ-1,5, имеющий встроенную регулировку расхода воздуха, предварительно настраивается на требуемый расход. Для компрессора модели SKC 224-PCXR4 программируется время и расход отбора пробы воздуха. Для начала отбора пробы открывается входной клапан пакета и включается насос, при этом отпадает необходимость использования ротаметра для этих моделей компрессоров. Отбор пробы прекращается автоматически. При использовании других моделей компрессоров время отбора пробы контролируется по часам или с применением таймера любой модели. Следует отметить, что при выполнении условий отбора по формуле (1) и применением малорасходных вибрационных компрессоров процесс забора пробы воздуха самопроизвольно заканчивается после полного заполнения пробоотборного пакета без необходимости принудительного отключения компрессора по истечении времени отбора.

По завершению отбора воздуха клапан пакета закрывается. Такая же процедура повторяется и для остальных пакетов (число и места отборов проб устанавливается программой измерений). В процессе работы необходимо провести разовое измерение температуры окружающего воздуха

и атмосферного давления по показаниям городской метеостанции или метеодатчиков на посту наблюдения.

10.5 Время хранения отобранной пробы воздуха не более 48 ч. Место хранения пакета с отобранной пробой выбирается из температурных условий, указанных в 7.1.

11 Подготовка к выполнению измерений

11.1 Газоанализатор по 5.1 и ротаметр по 5.5 должны быть подготовлены в соответствии с указаниями, приведёнными в инструкциях (руководствах) по эксплуатации. При этом должны быть проведены все регламентированные процедуры диагностики и настройки.

11.2 При необходимости, в сроки предусмотренные руководством по эксплуатации, проводят проверку (корректировку) показаний газоанализатора с использованием баллонов с ПНГ и ПГС.

Баллоны с ПГС должны быть выдержаны в месте размещения газоанализатора не менее 24 ч.

11.2.1 ПНГ и ПГС подают на вход газоанализатора по схеме, показанной на рисунке 2.

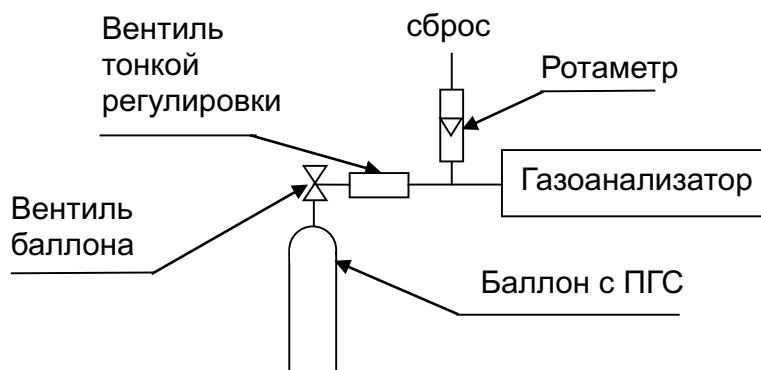


Рисунок 2 - Схема для проверки показаний газоанализатора

11.2.2 Проверку проводят в следующей последовательности:

- открывают вентиль баллона;
- вентилем тонкой регулировки устанавливают объёмный расход газовой смеси так, чтобы часть газа сбрасывалась через ротаметр, что регистрируется поплавком ротаметра;

- на вход газоанализатора подают ПНГ из баллона. Результаты проверки признают удовлетворительными, если показания по каналу оксида углерода не более $0,75 \text{ мг/м}^3$.

- на вход газоанализатора подают ПГС из баллона. Отклонение показаний газоанализатора A , ppm, от значения, указанного в паспорте на ПГС рассчитывают по формуле

$$100|A - C_{\text{ПГС}}| / C_{\text{ПГС}}, \quad (3)$$

где $C_{\text{ПГС}}$ – концентрация поверочного газа в баллоне, ppm.

Результаты проверки признаются удовлетворительными, если отклонение не превышает $\pm 17 \%$.

11.2.3 При неудовлетворительных результатах проверки корректируют нуль и чувствительность газоанализатора в соответствии с руководством

по эксплуатации газоанализатора [1]. При технической невозможности провести корректировку показаний газоанализатор подвергают ремонту и настройке.

11.2.4 Допускается альтернативный вариант проверки показаний газоанализатора с использованием контрольных пробоотборных пакетов. Для этого используются два пакета, заполненные из баллонов с нулевым газом и ПГС. Пакеты подсоединяют непосредственно к входу в газоанализатор и проводят процедуры по 11.2.2.

11.3 Градуировка газоанализатора

Градуировку проводят по процедуре, установленной в руководстве по эксплуатации на газоанализатор. Периодичность градуировки установлена в руководстве по эксплуатации газоанализатора.

Баллоны с поверочными газовыми смесями должны быть выдержаны в месте размещения газоанализатора не менее 24 ч.

Градуировка проводится по двум точкам диапазона измерения –

нулевой и концентрации, соответствующей 0,6-0,8 от верхней границы аттестованного диапазона. Все газоанализаторы, приведенные в таблице А.1, кроме модели «Палладий-3М, имеют встроенную функцию установки нуля, перед подачей ПГС необходимо активировать эту функцию. После установки нуля в меню газоанализатора выбирается пункт «калибровка» и на дисплее устанавливается значение концентрации ПГС, приведенной в паспорте на баллон. При выполнении градуировки необходимо регистрировать показания газоанализатора через 60 с после подачи ПГС на вход газоанализатора. При градуировке газоанализатора рекомендуется выбрать единицы измерения и концентрацию ПГС, $C_{ПГС}$, ppm.

Необходимо снять не менее 3-х показаний газоанализатора A , ppm. Удовлетворительным результатом следует считать выполнение неравенства

$$|A - C_{ПГС}| / C_{ПГС} \leq 0,25 \quad (4)$$

В противном случае следует подтвердить запись калибровочного коэффициента.

12 Порядок выполнения измерений

12.1 Измеряют атмосферное давление P , кПа барометром по 5.2 и температуру окружающего воздуха t , °C термометром по 5.3.

12.2 При выполнении измерений выбирают единицы измерения, выраженные в мг/м³.

12.3 К входу газоанализатора подключают пробоотборный пакет с пробой воздуха.

12.4 Открывают клапан и подают воздух в газоанализатор, который автоматически проводит измерение массовой концентрации оксида углерода.

13 Обработка и оформление результатов измерений

13.1 После установления показаний газоанализатора регистрируют значение измеренной массовой концентрации оксида углерода $C_{\text{ИЗМ}}$.

13.2 Массовую концентрацию оксида углерода в пробе атмосферного воздуха, приведенную к нормальным условиям $C_{\text{ПРИВ}}$ вычисляют по формуле

$$C_{\text{ПРИВ}} = 0,37C_{\text{ИЗМ}} \times (273+t)/P \quad (5)$$

где t – температура воздуха, °С;

P – атмосферное давление, кПа.

13.3 Результат анализа записывают в рабочем журнале и/или протоколе с указанием даты отбора проб воздуха, количества заполненных пакетов с указанием их маркеров. Результат измерения массовой концентрации оксида углерода представляют с одним знаком после запятой в интервале от 0,1 до 14,9 мг/м³, целым числом в интервале от 15 до 50 мг/м³.

13.4 Результаты измерений температуры (при отборе), температуры и атмосферного давления при измерении в лаборатории, показания газоанализатора и окончательный результат измерения записывают в рабочем журнале и/или в протоколе измерения с указанием даты отбора проб воздуха, времени отбора, даты и времени измерений в лаборатории, маркера заполненного пакета.

13.5 Заполняют протокол измерений. Ориентировочная форма записи данных при измерении представлена в приложении Б.

13.6 За результат измерения принимают результат единичного определения.

13.7 Результат измерения массовой концентрации оксида углерода,

C , мг/м^3 , в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде, в диапазоне от 0 до 3 мг/м^3

$$C \pm \Delta, \text{мг/м}^3 \text{ при } P = 0,95, \quad (6)$$

где C – значение массовой концентрации оксида углерода в анализируемой пробе, мг/м^3 ;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной суммарной погрешности измерений, мг/м^3 (см. таблицу 1);

P – доверительная вероятность;

в диапазоне свыше 3 мг/м^3 представляют в виде

$$C \pm \delta, \text{мг/м}^3 \text{ при } P = 0,95, \quad (7)$$

где $\pm \delta$ – границы относительной погрешности измерений, %.

Рекомендуемая форма записи результатов измерений представлена в приложении Б.

14 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

14.1 Требования к контролю качества.

При реализации методики в лаборатории осуществляют контроль качества результатов измерений по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (пункт 6.2.3), используя методы контроля стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта в соответствии с РМГ 76-2014 (раздел 6) и ГОСТ Р ИСО 5725-6-2020 (пункт 6.2.23).

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений.

14.2 Оперативный контроль повторяемости результатов измерений газоанализатором.

Периодически (не реже, чем через каждые пять измерений) проводят из одного пакета два параллельных измерения массовой концентрации компонента (не отсоединяя пакета от входа газоанализатора).

Проводят первый замер массовой концентрации оксида углерода, подавая анализируемый воздух в газоанализатор в течение 2 мин. Затем перекрывают подачу воздуха из пробоотборного пакета. Газоанализатор переводят в режим «установка нуля» через меню и по завершению процесса установки нуля открывают подачу анализируемого воздуха из пробоотборного пакета на вход газоанализатора, выполняют второе измерение.

$$100(C_{\text{МАКС}} - C_{\text{МИН}})/C_{\text{СР}} < d, \quad (8)$$

где $C_{\text{МАКС}}$, $C_{\text{МИН}}$ и $C_{\text{СР}}$ – наибольшее, наименьшее и среднее значение массовой концентрации компонента, мг/м³.

Норматив d равен 10 % (для $P=0,95$).

Если условие (8) выполняется, то режим однократных измерений считается подтверждённым.

Если d превышает 10 %, то качество работы по методике признают неудовлетворительным, окончательный результат измерений не оформляют.

14.3 Контроль состояния пробоотборного пакета.

14.3.1 Проверка герметичности.

Проверку проводят в соответствии с планом внутрилабораторного контроля (но не реже одного раза в квартал) согласно 10.1.

14.3.2 Контроль стабильности состава пробы в пакете при хранении.

Контроль проводят в соответствии с планом внутрилабораторного контроля (но не реже одного раза в 6 мес).

Собирают схему, показанную на рисунке 3.

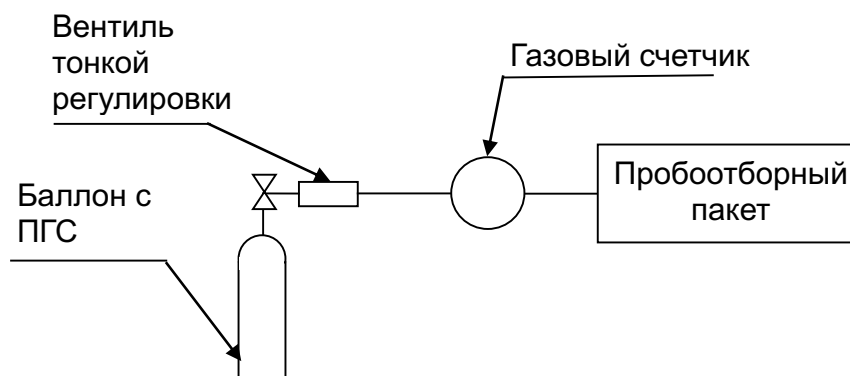


Рисунок 3 - Схема заполнения пробоотборного пакета газом

Пропускают в пакет от 0,8 до 1,0 дм³ ПГС из баллона, контролируя объем по газовому счетчику. Затем полностью заполняют пакет воздухом пробоотборным компрессором. Через 5–10 мин после заполнения пакета производят измерение концентрации газовой смеси C_1 , мг/м³, согласно разделу 12 настоящей методики.

Выдерживают заполненный пакет при комнатной температуре в течение 48 ч. После этого проводят измерение концентрации оксида углерода в пакете C_2 , мг/м³ согласно раздела 12 настоящей методики.

Результат контроля признают удовлетворительным при выполнении условия

$$100 |C_1 - C_2|/C_1 \leq 10. \quad (9)$$

Если условие не выполняется, проводят обработку пакета по 10.1.3 и повторный контроль состояния пакета. Если после повторного контроля условие не выполняется, пакет бракуется.

Приложение А

(справочное)

Модели газоанализаторов

Перечень моделей газоанализаторов, рекомендуемых для применения при выполнении измерений в соответствии с данной методикой представлен в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1

Модель газоанализатора	Производитель	Аттестованный диапазон измерения массовой концентрации, мг/м³	Границы погрешности Измерения при Р=0,95		Расход анализируемого воздуха, дм³/мин	Время измерения, с
			приведенная, мг/м³	относительная, %		
Палладий ЗМ	НПО Аналитприбор, Россия	0 – 3	0,75	-	0,5	45
		3 – 50	0,75 + 0,085(С-3)			
ЭЛАН плюс	НПО «Экоинтех», Россия	0 – 3	0,6	-	0,3	60
		3 – 50	-	20		
К-100	ЗАО «ОПТЭК», Россия	0 – 3	0,6	-	1,0	120
		3 – 50	-	20		
Т300	«Teledyne API», США	0 – 1,25	0,25	-	0,8	60
		1,25 – 500	-	15		
48i	«Thermo Electron», США	0 – 2,5	0,38	-	1,3	40
		2.5 – 125	-	15		
СО 12е	«Environnement S.A.», Франция	0 – 2,5	0,38	-	1,2	60
		2,5 – 62	-	15		
АРМА 370	HORIBA, Япония	0 – 3	0,45	-	1,5	50
		3 – 125	-	15		

Для газоанализаторов, указанных в таблице А.1 минимальные объемы пробоотборного пакета приведены в таблице А.2.

Т а б л и ц а А.2

Модель газоанализатора	Палладий 3М	ЭЛАН плюс	К-100	Т300	48i	СО 12е	АРМА 370
Минимальный объем пробоотборного пакета, дм ³	0,8	0,8	4,0	1,6	1,8	2,4	2,5

Для пакетов разных объемов значение требуемого расхода воздуха по формуле (1) приведено в таблице А.3.

Т а б л и ц а А.3

Объем пробоотборного пакета, дм ³	5	10	15	20
Расход воздуха, дм ³ /мин	0,2	0,4	0,6	0,8

Приложение Б

(рекомендуемое)

Форма записи данных при измерении

Место отбора проб воздуха _____

Дата отбора проб воздуха _____

Количество точек отбора проб воздуха _____

Отбор проб воздуха

Маркер пакета	Точка отбора	Время отбора	Температура воздуха, °С	Атмосферное давление, кПа	Компонент

Результаты измерения в лаборатории

Маркер пакета	Температура воздуха, °С	Атмосферное давление, кПа	С _{ИЗМ} мг/м ³	С _{ПРИВ} мг/м ³	С ± Δ мг/м ³	Подпись

Результаты отбраковки _____

Исполнитель _____

П р и м е ч а н и е – Температура воздуха и атмосферное давление измеряются в лаборатории при измерении концентрации.

Библиография

- | | | |
|------|--|---|
| [1] | ЭКИТ 413411.029 РЭ
Руководство по эксплуатации | Газоанализатор «ЭЛАН плюс». |
| [2] | Технические условия
ТУ 25-11.1513-79 | Барометр-анероид метеорологический
БАММ-1 |
| [3] | Технические условия
ТУ25-2021.003-80 | Термометр лабораторный ТЛ-4 |
| [4] | Технические условия
ТУ 6-16-2956-92 | Смеси газовые поверочные -
стандартные образцы состава |
| [5] | Паспорт
ЕМИЮ.320100.103ПС | Пакеты ППЭ с клапаном |
| [6] | Технические условия
ТУ 38.106495-88 | Камера латексная для спортивных
мячей |
| [7] | Технические условия
ТУ 9398-002-72474991-2006 | Трубки силиконовые медицинские |
| [8] | Технические условия
ТУ 6-21-39-96 | Газы поверочные нулевые. Азот |
| [9] | Технические условия
ТУ 3742-002-29035580-2014 | Вентиль баллонный точной регулировки |
| [10] | Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета (утвержден приказом Госкомгидромета от 26.07.83 № 156) | |
-

Ключевые слова: анализ атмосферного воздуха, оксид углерода, отбор проб воздуха, пробоотборные пакеты, мониторинг загрязнения атмосферы, газоанализатор оксида углерода.

Лист регистрации изменений

Порядковый номер изменения	Номер страницы				Номер регистрации изменения в ГОС, дата	Подпись	Дата	
	изме- ненной	замене- нной	новой	аннули- рованной			внесения изм.	введения изм.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

119361, Москва, ул. Озерная, 46 Факс: 8 (495) 437 56 66 E-mail: office@vniims.ru

ФГУП «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»**СВИДЕТЕЛЬСТВО**

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 205-18/RA.RU.311787/2019

Методика измерений Массовая концентрация оксида углерода в пробах
атмосферного воздуха. Методика измерений с отбором проб воздуха
в пробоотборные пакеты,
разработанная Федеральным государственным бюджетным учреждением
«Главная геофизическая обсерватория (ГГО) им. А.И. Воейкова»
(194021, Россия, г. Санкт-Петербург, ул. Карбышева, д. 7)

и регламентированная в документе: «Массовая концентрация оксида углерода
в пробах атмосферного воздуха. Методика измерений с отбором проб воздуха
в пробоотборные пакеты»,

обозначение и наименование документа

утвержденном в 2019 г. и содержащем 15 стр.

аттестована в соответствии с Приказом Минпромторга России от 15.12.2015 N 4091,
ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений.
Методики (методы) измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и
прецизионность) методов и результатов измерений».

Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке методики измерений,
исследований методики измерений.

теоретическое или экспериментальное исследование методики измерений, др. виды работ

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует
предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными
метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне
настоящего свидетельства.

Первый заместитель директора по науке



Ф.В. Булыгин

Начальник отдела 205

С.В. Вихрова

« 18 » декабря 2019 г.

MC16/ 11855

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Определяемое вещество	Диапазон измерения массовой концентрации, мг/м ³	Границы погрешности измерений при P=0,95		Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости)	
		абсолютной, $\pm\Delta$, мг/м ³	относительной, $\pm\delta$, %	σ_R , мг/м ³	σ_R , %
Оксид углерода	От 0 до 3,0 включ.	0,75	-	0,36	-
	св 3,0 до 50 включ.	-	25	-	12

Начальник отдела 205



С.В. Вихрова

Ведущий инженер отдела 205



Л.Е. Якутенко

Подписано в печать 26.04.2021
Формат 60×84 ¹/₁₆. Гарнитура Times New Roman. Бумага офсетная.
Усл. печ. л. 1,8. Тираж 350 экз. Заказ № 1702-21/26041.

Отпечатано в соответствии с предоставленными материалами
в ООО «Амирит», 410004, г. Саратов, ул. Чернышевского, 88.

Тел.: 8-800-700-86-33 | (845-2) 24-86-33

E-mail: zakaz@amirit.ru

Сайт: amirit.ru

