ООО «Сиб-СТРИМ»

	Методика (метод) измерений	***МУ 08–47/358***

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ

Аттестована аккредитованной
метрологической службой ТПУ
Аттестат аккредитации
№ *01.00143–2013 от 11.12.2013*

Регистрационный номер
в Федеральном информационном
фонде по обеспечению единства
измерений ФР.1.31.2014.17903

Томск
2014

gost.e-ecolog.ru

ООО «Сиб-СТРИМ»

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «Сиб-СТРИМ»
_____В.В. Мошкин
30 апреля 2014 г.

Методика (метод) измерений

МУ 08–47/358

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ

СВЕДЕНИЯ О РАЗРАБОТКЕ

РАЗРАБОТАНА

ООО «Сиб–СТРИМ»

634055, г. Томск, ул. Вавилова, 16-52

тел/факс (3822) 49-31-74

e-mail: gost.e-ecolog.ru

ТОО «МАНГИСТАУСКИЙ АТОМНЫЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ КОМБИНАТ-КАЗАТОМПРОМ»

130000, Казахстан, Мангистауская обл., г. Актау, Промзона, а/я 248,
тел/факс 8 (7292) 31-43-64

СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

АТТЕСТОВАНА аккредитованной метрологической службой Томского политехнического университета,

аттестат об аккредитации № 01.00143–2013 от 11.12.2013

634050, г. Томск, пр. Ленина, 30,

e-mail: gost.e-ecolog.ru

Свидетельство об аттестации методики измерений № 08–47/358.01.00143-2013.2014,

выдано 07.04.2014

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2014.17903

Введена впервые

Национальный исследовательский
Томский Политехнический Университет

Россия, 634050, г. Томск, проспект Ленина, дом 30

http://tpu.ru
e-mail: metrolog@tpu.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ
№ 08–47/358.01.00143-2013.2014

Методика измерений массовой концентрации пыли в воздухе рабочей зоны,

разработанная ТОО «Мангистауский атомный энергетический комбинат - Казатомпром» (Казахстан, 130000, Мангистауская обл., г. Актау, Промзона) и ООО «Сиб-СТРИМ» (Россия, 634055, г. Томск, ул. Вавилова, 16-52)

и регламентированная в МУ 08-47/358 Воздух рабочей зоны. Гравиметрический метод измерений массовой концентрации пыли, 2014 г., 12 с.

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (ГОСТ 8.010)

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы и теоретических исследований методики измерений.
В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатели прецизионности (относительные значения), %		Показатель точности (границы относительной погрешности при P= 0, 95), ±δ %
	Стандартное отклонение повторяемости,	Предел повторяемости при P=0,95, r	
От 0,5 до 250 включ.	15	42	25

Проректор по научной работе и инновациям _____ **М.А. Сонькин**

Директор Центра метрологии _____ **Т.В. Данилова**

Дата выдачи: 07.04.2014 г.

Рекомендуемый срок пересмотра методики (метода) измерений 07.04.2019 г.

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ (МУ 08-47/358) предназначен для измерений массовой концентрации пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок и устанавливает гравиметрический метод измерений в диапазоне концентраций от 0,5 до 250 мг/м^3.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике измерений использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009–83 Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 450–77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 21241–89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 24104 – 2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*)

ГОСТ 25336 – 82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры. Размеры

Примечание - При использовании настоящей методики целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории РФ (РК) по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими методическими указаниями, следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящей методике применены термины и определения по ГОСТ 12.1.005.

---

*) В РФ действует ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования

4 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ

Методика измерений массовой концентрации пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок обеспечивает получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Относительные значения приписанных характеристик случайной (показатель воспроизводимости, показатель повторяемости) и общей (показатель точности) погрешности методики при P = 0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатели прецизионности	
	повторяемость (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_r, %	точность (границы относительной погрешности) ±δ,%
От 0,5 до 250 мг/м^3	15	25

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений соблюдают следующие требования:

5.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности, установленные при работе с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

5.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

5.3 Лаборатория должна иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.4 При работе с электроприборами необходимо соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и (или) обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие опыт работы в химической лаборатории, освоившие методику измерений и получившие удовлетворительные результаты оперативного контроля процедуры измерений.

7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке проб к анализу соблюдают выполнение внешних условий, указанных в руководстве по эксплуатации применяемого аспиратора. При выполнении измерений соблюдают выполнение следующих внешних условий:

- температура окружающей среды (15 – 30) °С;
- относительная влажность воздуха не более 80% при 25 °С;

8 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ПОСУДА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

8.1 Средства измерений

Аспиратор, обеспечивающий отбор проб воздуха с указанными в данной методике параметрами, например, ПУ-4Э [1]

Весы лабораторные аналитические с ценой деления

не более 0,1 мг ГОСТ 24104

Средства измерений для определения микроклиматических условий (температура, давление во время отбора) с техническими характеристиками в соответствии с ГОСТ 12.1.005

8.2 Вспомогательные устройства

Фильтр типа АФА-ВП-10, АФА-ВП-20, АФА-ХП-20, АФА-ХП-10	ТУ 95-1892-89
Фильтродержатель открытый ИРА-10-1, ИРА-20-1	ТУ 95-1021-82
Фильтродержатель закрытый ИРА-10-2, ИРА-20-2	ТУ 95-1021-82
Эксикатор	ГОСТ 25336
Пинцет медицинский	ГОСТ 21241

8.3 Реактивы

Кальций хлористый	ГОСТ 450-77

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Допускается использование другого оборудования, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

9 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Гравиметрический метод основан на определении прироста массы пыли, уловленной фильтром из определенного объема исследуемого воздуха.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Подготовка фильтров

Выбор площади фильтра, скорости и длительности аспирации производят на основании имеющейся информации о содержании пыли в воздухе предполагаемых мест отбора проб. При этом должны быть соблюдены следующие условия:

10.1.1 Масса осажденной на фильтре пыли должна быть в следующих пределах:

для фильтра АФА-ВП-10, АФА-ХП-10 свыше 1 мг, не более 25 мг;

для фильтра АФА-ВП-20, АФА-ХП-20 свыше 1 мг, не более 50 мг;

10.1.2 Скорость аспирации не должна превышать 30 $дм^3$/мин для фильтра АФА-ВП-10 и 60 $дм^3$/мин для фильтра АФА-ВП-20. Если скорость аспирации превосходит предельные значения, то фильтры должны быть установлены на опорных сетках.

Рекомендуемые режимы отбора проб в зависимости от предполагаемой концентрации пыли приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Рекомендуемые режимы отбора проб воздуха

Содержание пыли, мг/$м^3$	Скорость аспирации, $дм^3$/мин	Длительность аспирации, мин	Площадь фильтра, $см^2$	Опорная сетка
менее 0,5 до 2,0 включ.	100	30	10	Есть
св. 2,0 до 10,0 включ.	100	20	10	Есть
св. 10,0 до 50,0 включ.	50	10	20	Есть
св. 50,0 до 250,0 включ.	20	5	20	Нет

Выбранные фильтры выдерживают в лабораторных условиях не менее двух часов и взвешивают на аналитических весах в следующем порядке:

- извлекают из ячейки упаковочного листа защитное бумажное кольцо и фильтр. Фильтр АФА-ВП-10 с помощью пинцета складывают вдвое (Фильтр АФА-

ВП-20 складывают вчетверо) и помещают в центр чашки весов так, чтобы фильтр не выступал за ее края;

- взвешивают фильтр;

- после взвешивания фильтр осторожно расправляют за опрессованные края с помощью пинцета и вкладывают в защитное кольцо;

- записывают номер фильтра и его массу в миллиграммах с точностью до 0,1 мг на выступе кольца и заносят эти данные в рабочий журнал;

- помещают собранные фильтры в ячейки упаковочного листа и переносят к месту отбора проб.

10.2 Отбор проб воздуха рабочей зоны

Подготовку аспиратора к работе производят в соответствии с указаниями эксплуатационной документации. Аспиратор устанавливают вблизи места отбора пробы, открытые фильтродержатели закрепляют на штативе на уровне дыхания и соединяют шлангами с всасывающими патрубками аспиратора. Одновременно проводят отбор двух параллельных проб, подключенных к одному аспиратору фильтродержатель располагают так, чтобы плоскость всасывания образовывала угол 90° с направлением движения потока воздуха. Если направление воздушного потока выражено неясно, поверхность фильтра направляют в сторону источника пылеобразования. Извлекают фильтр из ячейки упаковочного листа и устанавливают его в гнездо фильтродержателя и закрепляют его накидной гайкой.

Включают аспиратор, при помощи регулировочных вентилей устанавливают по ротаметру необходимую скорость аспирации и фиксируют время начала отбора пробы в рабочем журнале. Фиксируют температуру, давление и влажность воздуха в месте отбора пробы.

По истечении времени отбора пробы аспиратор выключают, фиксируют время окончания. Фильтродержатель поворачивают фильтром вверх и в этом положении отворачивают накидную гайку, снимают фильтр с защитными кольцами. Защитные кольца раскрывают, фильтр перегибают пополам запыленной стороной внутрь и вновь зажимают между створками защитного кольца. Помещают фильтр в ячейку упаковочного листа и переносят в лабораторию для повторного взвешивания.

10.3 Отбор проб воздуха из систем вентиляционных установок

Для отбора проб выбирают преимущественно вертикальные участки воздуховодов. Отверстия для отбора располагают в выбранном сечении

воздуховода, которое должно располагаться на расстоянии не менее четырех гидравлических диаметров за ближайшим местным сопротивлением и не менее двух гидравлических диаметров до последующего местного сопротивления. Гидравлический диаметр воздуховода определяется по формуле:

$$D_г = \frac{4 \cdot F}{П},$$

где $D_г$ - гидравлический диаметр воздуховода,

F – площадь сечения, м^2,

П – периметр воздуховода.

В каждом обследуемом сечении следует предусмотреть два отверстия для обеспечения аэродинамических и пылевых замеров в двух взаимно перпендикулярных направлениях.

Для реализации принципа изокинетичности измеряют среднюю скорость потока воздуха в воздуховоде при помощи микроманометра. Микроманометр готовят к работе согласно руководству по эксплуатации. Затем выходы полного и статического давления пневмометрической трубки с помощью шлангов подсоединяют к входным штуцерам микроманометра со знаком «+» и «-», соответственно. Пневмометрическую трубку вводят в отверстие воздуховода так, чтобы длинная часть трубки располагалась перпендикулярно оси воздуховода, а напорный конец (головка) располагалась параллельно оси воздуховода и была направлена навстречу потоку. При помощи микроманометра измеряют скоростное давление согласно руководству по эксплуатации.

Вычисляют скорость потока воздуха в выбранном сечении:

$$L = \sqrt{\frac{2 \cdot g \cdot P}{\rho_в}},$$

где L – линейная скорость потока, м/с,

g – ускорение свободного падения, g=9,81м/с^2,

P – скоростное давление, измеренное микроманометром, кгс/м^2,

$\rho_в$ – весовая плотность воздуха кгс/м^3.

Исходя из предполагаемой концентрации пыли по таблице 2 определяют режим аспирации: скорость аспирации **V** и продолжительность τ. Для реализации принципа изокинетичности измерения вычисляют внутренний диаметр наконечника пылеотборной трубки:

$$d = 4.6\sqrt{\frac{V}{L}},$$

где d – внутренний диаметр наконечника пылеотборной трубки, мм;

V – скорость аспирации, дм^3/мин;

L – линейная скорость потока воздуха в воздуховоде, м/с.

Из имеющегося набора выбирают наконечник с диаметром, ближайшим к вычисленному. Корректируют значение скорости аспирации в зависимости от диаметра выбранного наконечника $d_в$:

$$V = 0.0473 \cdot L \cdot d_в^2,$$

где L - линейная скорость потока, м/с,

$d_в$ – диаметр выбранного наконечника, мм.

Подготовку аспиратора к работе производят в соответствии с указаниями эксплуатационной документации. Аспиратор устанавливают вблизи места отбора пробы. Извлекают фильтр из ячейки упаковочного листа и устанавливают его в гнездо нижнего конуса закрытого фильтродержателя и плотно зажимают верхним конусом. Патрубок нижнего конуса соединяют шлангом с всасывающим патрубком аспиратора. Выбранный наконечник привинчивают к пылеотборной трубке, другой конец которой вставляют в отросток верхнего конуса фильтродержателя и герметизируют место соединения эластичной резиновой муфтой или изоляционной лентой. Наружный диаметр пылеотборной трубки должен быть чуть меньше внутреннего диаметра отростка верхнего конуса. Недопустимо соединение встык вследствие оседания пыли в зазоре.

Собранное пылеотборное устройство проверяют на герметичность следующим образом: плотно закрывают отверстие наконечника, включают аспиратор и открыв вентиль ротаметра наблюдают положение поплавка. При отсутствии подсоса воздуха поплавок должен оставаться на нулевом делении.

Вводят пылеотборную трубку в воздуховод навстречу потоку, включают аспиратор и регулировочным вентилем устанавливают рассчитанный расход воздуха V. Фиксируют время начала отбора пробы в рабочем журнале. Фиксируют температуру, давление и влажность воздуха в месте отбора пробы.

Отбор проб производят интегральным способом путем равномерного перемещения пылеотборной трубки по двум взаимно перпендикулярным направлениям. Недопустимо касание наконечником стенок воздуховода, что может привести к грубым искажениям результата.

По истечении времени отбора пробы аспиратор выключают, фиксируют время окончания. Извлекают пылеотборную трубку из воздуховода, фильтродержатель поворачивают верхним конусом вверх, отвертывают его и вынимают фильтр из гнезда. Защитные кольца раскрывают, фильтр перегибают пополам запыленной стороной внутрь и вновь зажимают между створками защитного кольца. Помещают фильтр в ячейку упаковочного листа и переносят в лабораторию для повторного взвешивания. Если в месте отбора проб возможно загрязнение фильтра или потеря уловленной пыли, то разборку фильтродержателя следует выполнить в лабораторных условиях.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ

Доставленные в лабораторию фильтры с пробами извлекают из ячеек упаковочного листа и выдерживают в течение 30 – 40 мин. Если отбор проб проходил при относительной влажности воздуха более, чем 75 %, пробы помещают в эксикатор с осушителем (хлористым кальцием) на 2 часа, затем выдерживают в течение 2-х часов на воздухе. При первом и повторном взвешивании фильтров допускается изменение температуры воздуха в пределах ± 2 °С и относительной влажности воздуха ± 10%.

Определение привеса производится на тех же весах при точном соблюдении первоначальных условий взвешивания: фильтры АФА-ВП-10 распрямляют пинцетом и кладут на чашку весов запыленной стороной вверх, фильтры АФА-ВП-20 складывают вчетверо.

Производят взвешивание фильтров, фиксируют их массу в миллиграммах с точностью до 0,1 мг, результаты заносят в рабочий журнал. Содержание пыли в воздухе **X** определяют по формуле:

$$X = \frac{(G - G_0) \cdot 1000}{V_{20}},$$

где X – массовая концентрация пыли, мг/м^3;

G – масса фильтра после отбора пробы, мг;

G_0 – масса фильтра до отбора пробы, мг;

1000 – коэффициент пересчета дм^3 в м^3;

V_{20} – объем аспирированного воздуха, дм^3, приведенный к стандартным условиям по формуле:

$$V_{20} = \frac{V \cdot \tau \cdot P \cdot 293}{(273 + t) \cdot 101.33},$$

где V – объемный расход воздуха при аспирации, дм^3/мин;

τ - продолжительность аспирации, мин;

P – барометрическое давление, кПа;

t – температура воздуха на месте отбора пробы, °С.

Номера фильтров и вычисленные результаты заносят в рабочий журнал.

12 ВЫЧИСЛЕНИЕ ОКОНЧАТЕЛЬНОГО РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 За результат измерения $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости X_1, X_2 (параллельных определений), для которых выполняется условие:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \cdot \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (1)$$

где r - предел повторяемости.

Значения предела повторяемости приведены в таблице 3.

12.2 При невыполнении условия (1) результаты измерений считаются не действительными и отбор проб повторяют заново.

Таблица 3 – Относительные значения пределов повторяемости для двух результатов единичного анализа и критической разности для трех результатов анализа

Диапазон концентраций, мг/м^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости), r, %
От 0,5 до 250 мг/м^3	42

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1 Результат анализа представляют в виде:

$$(\overline{X} \pm \Delta),\ \text{мг/м}^3,\ P = 0{,}95,$$

где $\overline{X}$ – результат анализа, полученный в соответствии с настоящим документом;

$\pm\Delta$ – абсолютное значение показателя точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0{,}01 \cdot (\pm\delta) \cdot \overline{X},\ \text{мг/м}^3, \qquad (4)$$

где $\pm\delta$ – относительное значение показателя точности методики, приведенное в таблице 1.

13.2 Результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, допустимо представлять в виде:

$$(\overline{X} \pm \Delta_л),\ мг/м^3,$$

где $\pm\Delta_л$ абсолютное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание – Характеристика погрешности (показатель точности результатов анализа) $\Delta_л$ может быть установлена на основе выражения:

$$\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta,\ мг/м^3 \qquad (5)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

13.3 При представлении результатов анализа указывают количество результатов единичных определений, использованных для расчёта результатов анализа.

14 ПРОЦЕДУРЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для метода измерений массовой концентрации пыли в воздухе рабочей зоны нет стандартных образцов. Обеспечение достоверности измерений в пределах лаборатории организуют и проводят путем контроля стабильности результатов измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» и РМГ 76 «ГСОЕИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа». Для контроля стабильности показателей качества результатов анализа используют контрольные карты Шухарта (контроль повторяемости). Контрольные процедуры для контроля повторяемости осуществляют с использованием рабочих проб.

Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

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

Приложение А

(справочное)

Нормативные ссылки

[1] Электроаспиратор ПУ-4Э ТУ 25-11-1413-78

УДК 543.26
Ключевые слова: воздух рабочей зоны, концентрации пыли, системы вентиляционных установок, гравиметрический метод

gost.e-ecolog.ru