ООО «Сиб-СТРИМ»

Методика (метод) измерений **МУ 08–47/359**

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ РТУТИ АНАЛИЗАТОРОМ ГАЗОРТУТНЫМ ПЕРЕНОСНЫМ АГП-01М

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.1.31.2014.17906

Томск
2014

gost.e-ecolog.ru

ООО «Сиб-СТРИМ»

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор ООО «Сиб-СТРИМ»

_____ В.В. Мошкин

14 апреля 2014 г.

Методика (метод) измерений

МУ 08–47/359

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ РТУТИ АНАЛИЗАТОРОМ ГАЗОРТУТНЫМ ПЕРЕНОСНЫМ АГП-01М

СВЕДЕНИЯ О РАЗРАБОТКЕ

РАЗРАБОТАНА

ТОО «МАНГИСТАУСКИЙ АТОМНЫЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ КОМБИНАТ-КАЗАТОМПРОМ»

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

ООО «Сиб–СТРИМ»

634055, г. Томск, ул. Вавилова, 16-52

тел/факс **(3822) 49-31-74**

e-mail: gost.e-ecolog.ru

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 (метода) измерений № 08–47/359.01.00143-2013.2014

выдано 04.04.2014

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2014.17906

Введена впервые

Национальный исследовательский
Томский Политехнический Университет

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

gost.e-ecolog.ru
e-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ
№ 08–47/359.01.00143-2013.2014

Методика измерений массовой концентрации паров ртути 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 08-47/359 Воздух рабочей зоны. Методика измерений массовой концентрации паров ртути анализатором газортутным переносным АГП-01М, 2014 г., 8 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, σ_r	Предел повторяемости при P=0,95, r	
От 0,0001 до 0,1 включ.	8	25	33

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

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

Дата выдачи свидетельства: 04.04. 2014 г.

Рекомендуемый срок пересмотра методики (метода) измерений 04.04 2019 г.

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ (МУ 08-47/359) предназначен для определения массовой концентрации паров ртути в воздухе рабочей зоны и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения концентраций при помощи анализатора газортутного переносного АГП-01М в диапазоне от 0,0001 до 0,1 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

П р и м е ч а н и е – 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.

4 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ

Методика измерений массовой концентрации паров ртути в воздухе рабочей зоны обеспечивает получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Относительные значения приписанных характеристик показателя повторяемости, значения предела повторяемости и точности методики при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, %	Предел повторяемости (относительное значение расхождения между тремя результатами анализа) $r_{отн}$, %
От 0,0001 до 0,1 включ.	8	33	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

6ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и (или) обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие опыт работы в химической лаборатории, изучившие руководство по эксплуатации прибора АГП-01М и освоившие методику измерений.

7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Выполнение измерений проводят в условиях, рекомендуемых в руководстве по эксплуатации анализатора.

8 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализатор газортутный переносной АГП-01М [1]

Средства измерений для определения микроклиматических условий, регламентированных в инструкции по эксплуатации анализатора.

9 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на явлении атомной абсорбции. Нормированный объем воздуха пропускают через ячейку с золотым сорбентом, пары ртути оседают на сорбенте с образованием амальгамы золота. Значительная часть мешающих компонентов с золотом не реагирует и выходит из ячейки. После накопления ртути ячейку нагревают, пары ртути вводят в измерительную кювету, через которую пропускают свет длиной волны 253,7 нм. По значению поглощения света парами ртути определяют массу ртути, содержащейся в кювете.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

Подготовку анализатора АГП-01 проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

ВНИМАНИЕ! Во избежание выхода из строя сорбента не допускается производить измерение содержания ртути в воздухе помещений, загрязненных парами органических соединений, растворителей, лаков и подобными веществами.

В подлежащем контролю помещении должны быть закрыты все окна и двери.

Перед началом измерений проводят измерения фонового содержания ртути в атмосфере, не имеющей повышенного содержания ртути. Среднее арифметическое значение пяти параллельных измерений не должно превышать 50 пг/дм^3 ртути. В противном случае проводят очистку сорбента или его замену в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

11 ИЗМЕРЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ РТУТИ

11.1 Определяют число точек измерения в обследуемом помещении по формуле:

$$N = \frac{S}{25},$$

где N – число точек измерения, результат округляют до большего целого,

S – площадь помещения, м^2.

11.2 Точки измерения располагаются равномерно по площади в узлах прямоугольной сетки. В помещении площадью менее 25 м^2 измерения проводят в середине помещения. В каждой точке измерения проводят минимум три раза.

11.3 Измерения проводят на уровне органов дыхания (на высоте 1,5 м от пола). Для выявления источника поступления паров ртути в помещение измерения могут производиться на уровне пола.

11.4 Для выбора оптимального объема пробы исследуемого воздуха делают пробное измерение при объеме пробы 0,5 дм^3, затем корректируют объем в большую или меньшую сторону, в зависимости от полученного результата. Измерения в каждой точке повторяют трижды.

11.5 В протоколе указывают все места отбора с усредненным значением в каждой точке.

11.6 В том случае, если в текущем измерении получен результат более 300 пг ртути, то следующее измерение выполняют только после очистки измерительного тракта от абсорбированных паров ртути. Для этого на приемный конец трубки одевают ртутепоглотительный патрон и выполняют несколько измерений до получения результата не более 50 пг. Очистка может быть выполнена без ртутепоглотительного патрона в помещении, свободном от паров ртути. Если после нескольких попыток очистки результат не уменьшается, следует выполнить принудительный отжиг сорбента, для чего надо нажать кнопку «Отжиг» и удерживать ее в течение 15 – 20 секунд, затем повторить измерения. Процесс отжига сорбента может быть повторен до пяти раз.

11.7 Концентрацию паров ртути вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(M - M_0) \cdot 10^3}{V_{20}},$$

где M – содержание ртути в исследуемом воздухе, мг,

M_0 – фоновое значение содержания ртути, мг,

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

$$V_{20} = \frac{V_1 \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33},$$

где V_1 – объем воздуха, отобранный для анализа,

P – барометрическое давление, кПа;

t – температура воздуха на месте отбора пробы.

11.8 В случае, когда имеется основание предполагать о наличии большой концентрации ртути в воздухе, измерения следует проводить в режиме ПОИСК. Показатель точности для данного режима не нормируется.

12 ВЫЧИСЛЕНИЕ ОКОНЧАТЕЛЬНОГО РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 За результат измерения $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных измерений в одной точке отбора (в условиях повторяемости), X_1, X_2, X_3, для которых выполняется условие:

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

где r - предел повторяемости, приведенный в таблице 1,

X_{max} и X_{min} – максимальное и минимальное значение концентрации ртути.

Значения предела повторяемости приведены в таблице 1.

12.2 При невыполнении условия (1) проводят измерения заново. При повторном невыполнении условия (1) руководствуются положениями раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

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

14 ПРОЦЕДУРЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для метода измерений массовой концентрации паров ртути 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] Анализатор газортутный переносной АГП-01-2М ТУ 41-08-030-85

УДК 543.26

Ключевые слова: воздух рабочей зоны, пары ртути, атомно-абсорбционный метод

gost.e-ecolog.ru