МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.04.830–2015

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ВЗВЕШЕННЫХ ЧАСТИЦ PM10 и PM2.5 В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Методика измерений гравиметрическим методом

Санкт-Петербург

2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

2 РАЗРАБОТЧИКИ Н.Ш. Вольберг (руководитель разработки), И.С. Яновский (ответственный исполнитель), Е.Ю. Фариди

3 СОГЛАСОВАН:

с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 12.11.2015;

с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 19.11.2015

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 20.11.2015

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 04.12.2015 №736

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «НПО «Тайфун»

Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 18.18.830/01.00305-2011/2015

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ФГБУ «НПО «Тайфун» от 26.11.2015 за номером РД 52.04.830-2015

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2021 год

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

Содержание

1 Область применения..... 1
2 Нормативные ссылки..... 1
3 Термины, определения и сокращения..... 3
3.1 Термины и определения..... 3
3.2 Сокращения..... 4
4 Требования к показателям точности измерений..... 5
5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам..... 7
6 Метод измерений..... 9
7 Требования безопасности, охраны окружающей среды..... 10
8 Требования к квалификации операторов..... 11
9 Требования к условиям измерений..... 11
10 Подготовка к выполнению измерений..... 11
10.1 Оборудование весовой комнаты..... 11
10.2 Подготовка эксикатора..... 12
10.3 Подготовка фильтров..... 13
10.4 Калибровка весов..... 14
10.5 Подготовка аспиратора..... 15
10.6 Отбор проб..... 16
11 Порядок выполнения измерений..... 17
12 Вычисление и оформление результатов измерений..... 18
13 Контроль качества результатов измерений..... 19
Приложение А (обязательное) Расчет основной погрешности измерений..... 22
Приложение Б (обязательное) Установление калибровочного коэффициента для автоматического анализатора..... 24
Приложение В (обязательное) Форма журнала записи результатов измерения массы чистых фильтров..... 27

Приложение Г (обязательное) Форма журнала записи результатов отбора проб воздуха при наблюдениях за концентрациями взвешенных частиц PM10 и PM2.5..... 28
Приложение Д (обязательное) Форма журнала записи результатов измерений концентрации взвешенных частиц PM..... 29
Библиография..... 30

Введение

Во многих странах мира всё большее внимание уделяется принятию действенных мер по уменьшению загрязнения воздуха мелкодисперсными взвешенными частицами PM10 и PM2.5. Признано, что именно мелкие частицы, попадая в организм человека и проникая глубоко в дыхательный тракт, наносят существенный вред здоровью. Стандарты качества воздуха для мелких частиц установлены в официальных документах Всемирной Организации Здравоохранения ВОЗ и Евросоюза (EN 12341:2014), используются в документообороте организаций системы ООН (ЕЭК ООН, Евростат, ЕМЕП). В Российской Федерации постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 19.04.2010 № 26 ГН 2.1.6.2604-10, дополнение № 8 ГН 2.1.6.1338-2003 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест» утверждены предельно допустимые концентрации взвешенных частиц PM10 и PM2.5. Поэтому особую важность приобретает организация в Российской Федерации мониторинга загрязнения атмосферного воздуха взвешенными частицами PM10 и PM2.5.

Европейской комиссией по стандартизации (CEN) разработан референтный (эталонный) метод для отбора проб и измерения взвешенных частиц PM. Директивы Европейского Союза устанавливают, что эталонным методом является гравиметрический метод измерений, остальные методы измерения концентрации взвешенных частиц рассматриваются как эквивалентные. Подтверждение эквивалентности производится при сравнительных испытаниях стандартного (эталонного) метода или средства измерения и аттестуемого. Испытания проводятся в специальных международно-признанных сертификационных лабораториях. Для Европы процедуру сравнения и сертификационную

лабораторию определяет Европейское Агентство по защите окружающей среды (EEA).

Согласно Директиве 2008/50/EC, страны обязаны представлять в Еврокомиссию данные мониторинга, полученные эталонным или эквивалентным методом.

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ВЗВЕШЕННЫХ ЧАСТИЦ PM10 и PM2.5 В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

Методика измерений гравиметрическим методом

Дата введения – 2016–03–01

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерения (далее – методика) гравиметрическим методом массовой концентрации взвешенных частиц диаметром менее 10 мкм PM10 и взвешенных частиц диаметром менее 2.5 мкм PM2.5 в атмосферном воздухе.

Настоящий руководящий документ также устанавливает порядок определения корректировочного коэффициента для автоматического анализатора с использованием гравиметрического метода

Настоящий руководящий документ предназначен для выполнения измерений при осуществлении мониторинга состояния и загрязнения атмосферного воздуха.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 51945-2002 Аспираторы. Общие технические условия

РД 52.04.186-89 Руководство по контролю загрязнения атмосферы

РД 52.18.5-2012 Перечень нормативных документов

ГН 2.1.6.1338-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест

ГН 2.1.6.2604-10 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест. Дополнение № 8 ГН 2.1.6.1338-2003

Примечания

1 Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделе 5.

2 При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных нормативных документов:

- национальных стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарт», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году;

- нормативных документов Росгидромета – по РД 52.18.5 и дополнений к нему – ежегодно издаваемым информационным указателям нормативных документов.

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

3 Термины, определения и сокращения

3.1 Термины и определения

В настоящем руководящем документе применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **гравиметрический метод измерений**: Метод определения массовой концентрации взвешенных частиц, основанный на отборе проб воздуха с применением сертифицированного пробоотборного устройства на аналитические фильтры с последующим взвешиванием с целью определения навески и расчета значения концентрации, выраженной в мг/м^3.

3.1.2 **аспиратор**: Автоматическое устройство обеспечивающее прокачку пробы атмосферного воздуха через аналитический фильтр с целью измерения концентраций взвешенных частиц PM10 и PM2.5 гравиметрическим методом.

3.1.3 **импактор**: Селективное устройство для отделения анализируемой фракции взвешенных частиц PM.

3.1.4 **автоматический анализатор**: Прибор на физическом методе измерений (радиоизотопный, нефелометрический, счетчик частиц,

микробаланс и др.), предназначенный для прямого измерения массовой концентрации взвешенных частиц в воздухе.

3.1.5 **PM10**: (от англ. particulate matter — «взвешенные частицы»). Частицы, которые проходят через селективное устройство для разделения фракций взвешенных веществ, обеспечивающее отсеивание частиц с диаметром более 10 мкм [1].

3.1.6 **PM2.5**: (от англ. particulate matter — «взвешенные частицы»). Частицы, которые проходят через селективное устройство для разделения фракций взвешенных веществ, обеспечивающее отсеивание частиц с диаметром более 2,5 мкм [1].

3.1.7 **аналитические фильтры**: Фильтры, используемые для проведения гравиметрического анализа.

3.1.8 **тестовый фильтр**: Чистый фильтр, используемый в процессе отбора проб без установки в аспиратор.

3.2 Сокращения

В настоящем руководящем документе использованы следующие сокращения:

- ПДК – предельно допустимая концентрация;
- ПДКм.р. – максимальная разовая предельно допустимая концентрация;
- ПДКс.с. – среднесуточная предельно допустимая концентрация;
- ПДКс.г. – среднегодовая предельно допустимая концентрация;
- СКО – среднее квадратическое отклонение;
- ТЗА – таблица записи ежедневных наблюдений за загрязнением атмосферы.

4 Требования к показателям точности измерений

4.1 Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в атмосферном воздухе установлены ГОСТ 17.2.4.02 и РД 52.04.186. Относительная погрешность метода не должна превышать 25 % во всем диапазоне массовых концентраций и обеспечивать измерение с указанной погрешностью концентрации взвешенных частиц от 0,048 до 0,6 мг/м^3 для фракции PM10 и от 0,028 до 0,35 мг/м^3 для фракции PM2.5.

4.2 Для указанных фракций взвешенных частиц установлен суточный (24 ч) режим отбора проб, как основной для гравиметрического метода измерений. Допускается вариант определения разовой концентрации, средней за час, но только для автоматических анализаторов взвешенных частиц на радиоизотопном методе.

4.3 В соответствии с ГН 2.1.6.2604, дополнение N 8 к ГН 2.1.6.1338 установлены нормативы содержания взвешенных частиц, приведенные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Нормативы содержания взвешенных частиц

Наименование вещества	ПДК, мг/м^3		
	Максимальная разовая, ПДКм.р.	Среднесуточная, ПДКс.с.	Среднегодовая, ПДКс.г.
Взвешенные частицы PM10	0,3	0,06	0,04
Взвешенные частицы PM2.5	0,16	0,035	0,025

4.4 Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностями, не превышающими значений показателей приведенных в таблице 2.

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) методики измерений – повторяемости, воспроизводимости, точности

Определяемый компонент	Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение результатов единичного определения, полученных по методике в условиях повторяемости) σ_r, мг/м^3	Показатель воспроизводимости* (среднее квадратическое отклонение всех результатов измерений, полученных по методике в условиях воспроизводимости) σ_R, мг/м^3	Показатель точности (границы, в которых погрешность результатов измерений, полученных по методике, находится с принятой вероятностью P=0,95) $\pm\Delta$, мг/м^3
Взвешенные частицы PM10	Максимальная разовая от 0,240 до 3,0 включ.	0,09·X**	0,13·X	0,25·X
	Среднесуточная от 0,048 до 0,6 включ.			
Взвешенные частицы PM2.5	Максимальная разовая от 0,12 до 1,6 включ.	0,09·X	0,13·X	0,25·X
	Среднесуточная от 0,028 до 0,35 включ.			

* Показатель воспроизводимости получен по результатам экспериментальных исследований в пяти лабораториях.

** Измеренное значение определяемого компонента.

Таблица 3 – Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) методики измерений — пределов повторяемости, воспроизводимости

Определяемый компонент	Диапазон измерений, мг/м^3	Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений r, мг/м^3	Предел воспроизводимости для двух результатов измерений R, мг/м^3
Взвешенные частицы PM10	Максимальная разовая от 0,240 до 3,0 включ.	0,25·X	0,36·X
	Среднесуточная от 0,048 до 0,6 включ.		
Взвешенные частицы PM2.5	Максимальная разовая от 0,240 до 3,0 включ.	0,25·X	0,36·X
	Среднесуточная от 0,028 до 0,35 включ.		

4.5 В связи с отсутствием утвержденных государственных эталонов содержания взвешенных частиц PM10 и PM2.5 в атмосферном воздухе основная погрешность определяется расчетным методом, приведенным в приложении А.

5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам

5.1 При выполнении измерений применяют средства измерений, указанные в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 – Средства измерений

Наименование средств измерений	Тип (модель), стандарт	Метрологические характеристики
Аспиратор	LVS 3.1	Диапазон установки расхода воздуха от 1 до 5 $м^3$/ч. с относительной погрешностью установки 5 %
Весы аналитические:		
а) высокой точности	ME 235P (ГОСТ Р 53228-2008)	Диапазон измерения массы от 0 до 50 г с абсолютной погрешностью измерения 0,15 мг
б) средней точности	CE 224-C (ГОСТ Р 53228-2008)	Диапазон измерения массы от 0 до 50 г с абсолютной погрешностью измерения 0,5 мг

5.2 Применение весов высокой точности (таблица 4) обеспечивает показатель точности δ равным 9 % при отборе проб воздуха в течение 24 ч для фракции PM10 и 18 % для фракции PM2.5.

5.3 Применение весов средней точности (таблица 4) обеспечивает показатель точности δ равным 24 % при отборе проб воздуха в течение 24 ч для фракции PM10 и 48 % для фракции PM2.5.

5.4 При нормативе максимальной погрешности измерения, равной 25 %, применение весов средней точности для фракции PM2.5 возможно лишь при переходе к периоду отбора проб воздуха в течение 2 сут.

5.5 Допускается использование других типов средств измерений, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в таблице 4.

5.6 При выполнении измерений применяют следующие вспомогательные устройства:

- аналитические фильтры типа GF-10 (Whatman, Германия) или РСП-10 (ТУ 95 1892-89, Россия) с коэффициентом улавливания не менее 0,98;

- эксикатор стеклянный без крана диаметром 230 мм по ГОСТ 25336—82 –1 шт.;

- пинцет технический 150 мм по ТУ 64-1-37—78 – 1 шт.;

- полиэтиленовые пакеты размером 50х100 мм с гриппером по ГОСТ Р 52903—2007 – 30 шт.;

- мера массы класса E_1 100 мг по ГОСТ OIML R 111-1—2009;

- датчик температуры и влажности типа DICKSON (630) 543-3747;

- газовый счетчик барабанный типа G1,6 по ТУ 25-04-2261—75;

- секундомер механический СОПпр-2а-3-000 по ТУ 25.1894.003—90;

- барометр-анероид метеорологический БАММ-1 по ТУ 25-11.1513-79;

- лабораторный стакан объемом 150 мл по ГОСТ 25336—82 – 1 шт.;

- металлическая сетка тканая средняя размером 200х200 мм с площадью ячейки 25 мм^2 по ГОСТ 2715—75;

- муфта из плиты пенополистирольной теплоизоляционной ППС10-Р-А-1000х1000х50 ГОСТ 15588—2014;

- смазка ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433—80.

5.7 Допускается использование других вспомогательных устройств, технические характеристики которых не уступают указанным.

5.8 При выполнении измерений применяют следующие материалы и реактивы:

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

- 4-водный азотнокислый кальций чистый по ГОСТ 4142—77.

6 Метод измерений

6.1 Гравиметрический метод основан на измерении массы навески осажденных на аналитический фильтр взвешенных в атмосферном

воздухе частиц с использованием аспиратора для отбора проб воздуха взвешенных частиц PM10 или PM2.5.

6.2 Гравиметрический метод измерений позволяет использовать фильтры с навеской для последующего определения химического состава взвешенных частиц. Фильтры используются для определения концентраций бенз(а)пирена, тяжелых металлов, сажи и некоторых других загрязняющих веществ в атмосферном воздухе, входящих в состав взвешенных частиц.

6.3 Гравиметрический метод измерений используется для корректировки показаний автоматических анализаторов взвешенных частиц PM10 и PM2.5.

Установление калибровочного коэффициента для автоматического анализатора приведено в приложении Б.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать правила по технике безопасности на сети наблюдений Росгидромета [2]:

- техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019.

7.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть обеспечено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7.3 Содержание вредных веществ в воздухе лаборатории не должно превышать допустимых значений, указанных в ГОСТ 12.1.005.

7.4 Организацию обучения работников безопасности труда осуществлять по ГОСТ 12.0.004.

8 Требования к квалификации операторов

8.1 Отбор проб может проводить работник без специального образования после инструктажа в лаборатории и на местах установки пробоотборников.

8.2 Проведение работ по подготовке фильтров, калибровке весов, взвешиванию фильтров и определению массовой концентрации по предложенной методике может производить инженер или лаборант, имеющий опыт работы с лабораторной аналитической аппаратурой.

9 Требования к условиям измерений

9.1 При выполнении измерений в весовой комнате должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С .....20±2;
- относительная влажность воздуха, %.....50±5;
- атмосферное давление, мм рт. ст.....от 630 до 800.

9.2 Отбор проб на станции мониторинга загрязнения атмосферы осуществляется при следующих параметрах анализируемого воздуха:

- температура воздуха, °С.....от 5 до 40;
- атмосферное давление, мм рт. ст .....от 630 до 800;
- относительная влажность воздуха, %, не более..... 90.

9.3 Электропитание при выполнении измерений в лаборатории и проведении отбора проб должно быть напряжением (220±10) В при частоте переменного тока в сети (50±1) Гц.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Оборудование весовой комнаты

10.1.1 В лаборатории должна быть отдельная весовая комната.

10.1.2 Допустимым вариантом является отдельная изолированная от лаборатории комната объемом от 20 до 30 $м^3$, в которой исключены сквозняки и обеспечена стабильная температура, а также отсутствие посторонних людей, кроме оператора, для предотвращения возможности вибраций, влияющих на весы. Перемещение фильтра к весам должно проводиться быстро без задержки фильтра в окружающей среде.

10.1.3 Весы устанавливаются на массивном столе со столешницей массой не менее 15 кг. В весовой комнате размещается только необходимое оборудование, в первую очередь, аналитические весы, эксикатор и полиэтиленовые пакеты с гриппером.

10.2 Подготовка эксикатора

10.2.1 Перед первым использованием эксикатор выдерживается в течение 24 ч в весовой комнате при температуре (20±5) °С.

10.2.2 В эксикаторе должна быть обеспечена относительная влажность 50 % при 20 °С. Для этого в эксикатор устанавливается лабораторный стакан объемом 150 мл с раствором 4-водного азотнокислого кальция.

10.2.3 Раствор готовят следующим образом:

- в лабораторном стакане готовится раствор 40 г 4-водного азотнокислого кальция в 10 г дистиллированной воды;

- по мере растворения в лабораторный стакан добавляется 4-водный азотнокислый кальций до получения насыщенного раствора;

- лабораторный стакан с раствором устанавливается на дно эксикатора.

10.3 Подготовка фильтров

10.3.1 Для гравиметрического метода измерений следует использовать стекловолоконные фильтры. Эти фильтры не сорбируют влагу и не накапливают статическое электричество, т.е. дополнительная погрешность, связанная с этими причинами, пренебрежимо мала и может не учитываться при оценке погрешности измерений. Целесообразно заказывать партии фильтров порядка 1000 шт., хранить их в герметичных контейнерах. Перед использованием следует проверить качество поверхностей фильтров, равномерность опрессовки, отсутствие посторонних вкраплений и механических повреждений. При обнаружении таковых фильтры отбраковываются.

10.3.2 Перед отбором проб фильтры помещают в эксикатор.

10.3.3 В эксикатор рекомендуется помещать партию фильтров до 30 шт. (месячная норма).

10.3.4 Фильтры укладывают в эксикатор на металлическую сетку.

10.3.5 До взвешивания чистые фильтры выдерживаются в эксикаторе не менее 24 ч.

10.3.6 Фильтры транспортируются к аспиратору и обратно в герметичных полиэтиленовых пакетах с гриппером по одному фильтру в пакете. Каждый пакет маркируется порядковым номером пробы.

Примечание – Если для отбора проб воздуха применяется магазинный аспиратор, то комплект фильтров в количестве 16 штук транспортируется в металлическом пенале.

10.3.7 Один чистый фильтр в кассете, выбранный в качестве тестового, укладывается в отдельный полиэтиленовый пакет с гриппером, который транспортируется к пункту отбора проб и обратно вместе с другими фильтрами. Тестовый фильтр используется многократно.

10.4 Калибровка весов

10.4.1 Перед использованием весов необходимо установить их на ровную горизонтальную поверхность (отклонение не более 3°).

10.4.2 Весы устанавливаются на массивное основание, исключающее возможность вибрации.

10.4.3 Весы, используемые для взвешивания фильтров, должны быть с предельной чувствительностью не более 0,01 мг. В процессе эксплуатации перед взвешиванием должна проводиться калибровка весов с использованием мер, входящих в комплект поставки.

10.4.4 Перед калибровкой весов проверить готовность весов к взвешиванию, для этого:

- убедиться в правильной установке уровня;
- провести калибровку весов в соответствии с инструкцией по эксплуатации;
- провести проверку с помощью меры масс на 100 мг;
- провести измерение массы чистого фильтра, обдув его из груши и выдержав в течение от 20 до 30 с в потоке воздуха, проходящего через ионизатор (для фильтров, накапливающих электростатический заряд, РСП-10 и аналогичные). При использовании фильтров типа GF-10 продувки в потоке воздуха, проходящего через ионизатор, не требуется, т.к. материал фильтра не накапливает электростатический заряд.

10.4.5 Результаты проверки фиксируются в рабочем журнале, значения полученной массы чистого фильтра фиксируют в журнале. Перед взвешиванием чистого фильтра в журнале фиксируют значения температуры, влажности и давления. Форма журнала приведена в приложении В.

10.5 Подготовка аспиратора

10.5.1 Аспиратор устанавливается на станции мониторинга, пробозаборная труба пропускается через отверстие в крыше павильона станции через герметизирующий фланец с внутренним диаметром 50 мм.

10.5.2 Фланец закрывается крышками с уплотняющими прокладками с внешней и внутренней сторон павильона станции. Герметизация должна быть достаточной, чтобы воздух из павильона не проникал наружу.

10.5.3 На выступающий конец пробозаборной трубы устанавливается импактор на уровне не менее 0,5 м от поверхности крыши павильона станции.

Примечание – Пробозаборная труба, импактор, кассеты для фильтров, фильтродержатель, входят в состав пробоотборного устройства (аспиратора).

10.5.4 Аспиратор программируется на отбор проб на один фильтр в течение 23 ч 55 мин. Начало отбора проб устанавливается в один из сроков наблюдений. Целесообразно выбрать срок так, чтобы обеспечить удобство обслуживания наблюдателем, например, 19 ч вечера. Таким образом, отбор проб будет заканчиваться в 18 ч 55 мин каждые сутки и для наблюдателя остается 5 мин для замены отработанного фильтра.

10.5.5 Рекомендуется установить на пробозаборную трубу муфту из теплоизоляционного материала с толщиной стенок муфты не менее

20 мм из пенополистирола или аналогичного теплоизоляционного материала.

10.5.6 Перед первым запуском аспиратора необходимо провести следующие установки, руководствуясь инструкцией по эксплуатации прибора:

- установить текущую дату;
- установить местное декретное время;
- установить режим приведения объема отобранной пробы воздуха к нормальным условиям (0 °С, 760 мм рт. ст.);
- установить расход воздуха в аспираторе 3,2 $м^3$/ч.

10.6 Отбор проб

10.6.1 Отбор проб осуществляется через пробозаборную трубу выведенной на крышу павильона.

10.6.2 Для отбора пробы фильтр устанавливается внутри павильона, как можно ближе к крыше, что обеспечивает отсутствие влияния температуры воздуха внутри помещения на отбор проб.

10.6.3 Для проведения отбора проб взвешенных частиц PM10 и PM2.5 проводят следующие работы:

- покрытие панели захвата взвешенных частиц размером более 30 мкм, находящейся внутри импактора, техническим вазелином или специальной смазкой (ЦИАТИМ или силиконовая смазка);
- установка кассеты с чистым фильтром;
- запуск аспиратора кнопкой СТАРТ и контроль режима работы системы отбора проб воздуха.

Тестовый фильтр оставляется в помещении павильона станции до завершения цикла отбора проб.

10.6.4 Отбор проб воздуха на фильтры проводится непрерывно в течение установленного времени с использованием автоматического пробоотборного устройства (аспиратора).

10.6.5 Кассета с фильтром с отобранной пробой воздуха упаковывается в полиэтиленовый пакет с герметичной застежкой и переносится в лабораторию, где производится взвешивание с последующим расчетом массовой концентрации. В пробоотборное устройство устанавливается кассета с чистым фильтром.

10.6.6 Результаты отбора проб воздуха заносятся в таблицу журнала. Форма журнала приведена в приложении Г.

10.6.7 Объем воздуха заносится в таблицу журнала. Форма журнала приведена в приложении Д.

10.6.8 Аспиратор запускается кнопкой СТАРТ для проведения отбора проб.

11 Порядок выполнения измерений

11.1 До отбора проб в весовой комнате производится взвешивание чистого и тестового фильтров в соответствии с вышеуказанными процедурами по калибровке весов и взвешиванию массы фильтров (по 10.4.4). Результаты заносятся в журнал. Форма журнала приведена в приложении Д.

11.2 После отбора проб тестовый фильтр и фильтр с отобранной пробой доставляются с пункта отбора проб и укладываются в эксикатор на 24 ч.

11.3 Через 24 ч фильтры вынимаются из эксикатора и взвешиваются на аналитических весах. Измерение массы каждого из фильтров проводят дважды.

11.4 Если разница между массами при первом и втором взвешивании фильтров превышает пять единиц младшего разряда, то взвешивание повторяют до тех пор, пока отличие между значениями не будет меньше 0,05 мг.

11.5 Перед взвешиванием фильтра с отобранной пробой в журнале фиксируют значения температуры, влажности и давления. Форма журнала приведена в приложении Д.

11.6 Результат измерений массы тестового фильтра и фильтра с отобранной пробой записывают в таблицу журнала измерений концентрации PM. Форма журнала приведена в приложении Д.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Концентрацию взвешенных частиц PM10 и PM2.5 в воздухе, мг/м^3, рассчитывают по формуле

$$C = (M_2 - M_1) / V_н , \quad (1)$$

где M_2 – масса фильтра после отбора, мг;

M_1 – масса фильтра до отбора проб, мг;

$V_н$ – объем пропущенного воздуха, приведенный к нормальным условиям м^3.

12.2 Результат измерений записывают в таблицу журнала измерений концентрации PM. Форма журнала приведена в приложении Д.

Если концентрация попадает в диапазон от 0,048 до 0,6 мг/м^3 для фракции PM10 и от 0,028 до 0,35 мг/м^3, то результат измерения заносится в таблицу в форме (C±Δ) мг/м^3, при P=0,95, где абсолютная погрешность измерения Δ=0,25C, где 0,25 — норматив относительной

погрешности. Если результат измерений выходит за установленный диапазон, то запись производится по форме <0,048 мг/м^3, >0,6 мг/м^3 для фракции PM10 и <0,028 мг/м^3, >0,35 мг/м^3 для фракции PM2.5.

12.3 Результаты измерений корректируются в зависимости от изменения массы тестового фильтра.

Если $|M_{2т} - M_{1т}|/V_н \geq 5$ мг/м^3, то производится корректировка результатов измерений по формуле

$$К_{корр} = M_{2т}\cdot(M_2 - M_1) / V_н\cdot M_{1т} \quad (2)$$

где $M_{2т}$ – масса тестового фильтра после циклов отбора;

$M_{1т}$ – масса тестового фильтра до циклов отбора.

12.4 Коэффициент корректировки записывают в таблицу приложения Д.

13 Контроль качества результатов измерений

13.1 Аспиратор имеет погрешность измерения объема воздуха, прокачанного через фильтр, не более 5 % в соответствии с ГОСТ Р 51945. Необходимо периодически проверять расход и объем прокачанного воздуха. Не реже одного раза в 3 мес следует проводить проверку по образцовому газовому счетчику барабанного типа G1,6.

Для этого необходимо подсоединить счетчик между входным штуцером аспиратора и трубкой, ведущей к фильтродержателю. В фильтродержателе должна быть установлена кассета с чистым фильтром. Перед тестовыми испытаниями фиксируют начальные показания газового счетчика N_1. Кнопкой СТАРТ запускают аспиратор, одновременно запускают секундомер. Через 10 мин кнопкой СТОП производится остановка аспиратора, фиксируют конечные показания

газового счетчика N_2. По дисплею аспиратора считывают объем отобранной пробы $V_н$. По результатам испытаний производят расчеты по формулам

$$V_C = 2,7 (N_2 – N_1) P / (273+t), \quad (3)$$

$$Q = V_C / T, \quad (4)$$

где V_C – объем воздуха, измеренный газовым счетчиком и приведенный к нормальным условиям, $м^3$;

P – атмосферное давление, мм рт. ст;

t – температура пробы воздуха, °С;

Q – расход воздуха, $м^3/ч$;

T – время работы аспиратора, мин.

Результаты проверки считаются удовлетворительными, если выполняются условия

$$|Q – 38,3| / 38,3 \le 0,05,$$

$$|V_C – Vн| / V_C \le 0,05.$$

13.2 При невыполнении указанных условий производится настройка аспиратора в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

13.3 На достоверность получаемой информации влияют следующие факторы:

- тип и качество используемых фильтров;
- подготовка фильтров к отбору проб;
- хранение и транспортировка фильтров;
- качество аспиратора, используемого при отборе проб воздуха;
- процедура взвешивания фильтров в лаборатории, модель используемых аналитических весов.

13.4 Аспиратор, используемый для отбора проб, должен иметь действующее свидетельство о поверке. В межповерочный интервал должна проводиться проверка расхода воздуха образцовым газовым

счетчиком один раз в 6 мес. Для малорасходных аспираторов номинальный расход воздуха равен 3,2 $м^3$/ч. При контроле допустимо отклонение от заданного не более 3 %. Должна проводиться регулярно проверка герметичности воздушного тракта, периодическая, один раз в три года, замена защитного фильтра и лопастей компрессора. Погрешность измерений объема отобранной пробы воздуха аспиратором зависит от метеоданных, получаемых с метеодатчиков, входящих в комплект поставки аспираторов. Датчики крепятся в непосредственной близости от импактора.

13.5 Необходимо контролировать рабочий раствор в эксикаторе и температуру в помещении, где установлены весы и эксикатор. Это оборудование должно располагаться в непосредственной близости друг от друга и быть изолированным от помещения лаборатории.

13.6 Особое внимание следует обращать на обслуживание импактора. Регулярно, после 30 циклов аспирации, необходимо промывать внутренние трубы импактора дистиллированной водой, протирать пылеулавливающую плиту и смазывать поверхность ее техническим вазелином или смазкой ЦИАТИМ.

13.7 Для фильтров РСП-10 проводится процедура по снятию электростатического заряда. При использовании фильтров GF-10 процедура не обязательна.

Приложение А

(обязательное)

Расчет основной погрешности измерений

А.1 Основная погрешность измерений

А.1.1 Основная погрешность измерения концентрации взвешенных частиц при использовании гравиметрического метода измерений разделяется на приведенную и относительную погрешность.

А.1.2 Нормирование погрешностей производится исходя из следующих правил:

- в диапазоне от 0,2 до 0,8 ПДК приведенная погрешность измерения не более 0,25 ПДКс.г.;

- в диапазоне от 0,8 ПДКс.г. до 10 ПДКм.р. относительная погрешность измерения не более 25 %.

А.1.3 Источники основной погрешности при использовании гравитационного метода измерения концентрации взвешенных частиц:

- погрешность измерения объема отобранной пробы воздуха;

- погрешность взвешивания фильтров;

- погрешность, вызванная перемещением и упаковкой фильтров.

А.1.4 Для определенности рассчитывается основная погрешность измерения, приведенная к значению средней за год ПДКс.г. При гравиметрическом методе измерений концентрация С, мг/м^3, рассчитывается по формуле

$$C = (M_2 - M_1) / V, \qquad (A.1)$$

где M_2 – масса фильтра после отбора пробы воздуха, мг;

M_1 – масса фильтра до отбора пробы воздуха, мг;

V – объем приведенный к нормальным условиям прокачанного через фильтр воздуха, $м^3$.

А.1.5 Основная приведенная погрешность измерения концентрации взвешенных частиц ($\Delta_{общ}$) рассчитывается по формуле

$$\Delta_{общ} = 1{,}1\sqrt{(2\Delta_м^2 + \Delta_V^2 + \Delta_C^2)}, \qquad (А.2)$$

где Δ_M – погрешность измерения массы фильтров;

Δ_V – погрешность измерения объема воздуха;

Δ_C – погрешность, вызванная перемещением и упаковкой фильтров.

Значение Δ_C экспериментальное и рассчитывается на основе многократного измерения массы фильтра после отбора пробы воздуха (M_2). Максимальное изменение результата взвешивания не превышает 0,01 мг.

Приложение Б

(обязательное)

Установление калибровочного коэффициента для автоматического анализатора

Б.1 В режиме мониторинга содержания мелкой фракции PM10 и PM2.5 в атмосферном воздухе используются автоматические анализаторы типа F-701, BAM 1020, EDM 180, MP 101M и аналогичные. Автоматические анализаторы основаны на физических, косвенных принципах измерений.

Б.2 Измерение концентраций взвешенных частиц с помощью автоматических анализаторов производится в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Полученные результаты измерений должны быть привязаны к гравиметрическому методу измерений.

Б.3 Автоматические анализаторы градуируются с использованием корректировочных коэффициентов, определяемых гравиметрическим методом измерений.

Б.4 Измерения проводятся на станции с синхронным отбором проб воздуха аспиратором на фильтр и градуируемым анализатором. Цикл отбора пробы аспиратором устанавливается равным 24 ч. Для анализаторов предпочтительный цикл отбора должен быть 24 ч или 4 цикла по 6 ч.

Б.5 При определении коэффициента для фракции PM10 в аспираторе устанавливается суточный режим отбора проб воздуха на один фильтр, для фракции PM2.5 режим отбора пробы двое суток.

Б.6 Первичный запуск процедуры суточного отбора пробы воздуха производится в определенное заданное время 19 ч.

Б.7 После автоматической остановки пробоотбора производится измерение концентрации взвешенных частиц гравиметрическим методом в соответствии с разделами 10,11,12 настоящего РД.

Б.8 Вычисление корректировочного коэффициента

Б.8.1 Результаты измерения, полученные с помощью анализатора, усредняются в интервале, равном периоду отбора пробы на фильтр, т.е. 24 ч.

Б.8.2 Необходимо провести 3–5 циклов измерения для определения среднего значения корректировочного коэффициента.

По результатам измерений в каждом цикле корректирующий коэффициент K_i рассчитывается по формуле

$$K_i = C_{Гi} / C_{Ai}, \quad (Б.1)$$

где $C_{Гi}$ – значение концентрации, измеренной гравиметрическим методом, мг/м^3;

C_{Ai} – среднее за период отбора значение концентрации, полученной с анализатора, мг/м^3.

Б.8.3 Рассчитывается среднее значение корректировочного коэффициента $K_{СР}$

$$K_{С.Р.} = \Sigma \cdot K_i / N, \quad (Б.2)$$

где N – число циклов измерений.

Б.8.4 Рассчитывается среднее квадратическое отклонение (СКО) из ряда разовых измерений коэффициентов Ki. Величина, равная 2СКО (вероятность 0,95), учитывается как дополнительная погрешность измерения концентрации взвешенных частиц с помощью автоматического анализатора.

Б.8.5 Суммарная относительная погрешность анализатора не должна превышать 25 %. Это возможно, если отношение 2СКО/$К_{С.Р.}$ не более 0,1.

Б.8.6 Полученный корректирующий коэффициент вводится в программу обработки данных.

Б.8.7 Результат измерений концентрации с помощью анализатора представляется в виде

$$С = К_{С.Р.} \cdot С_А, \qquad (Б.3)$$

где $С_А$ – значение концентрации, измеренной автоматическим анализатором;

$К_{С.Р.}$ – среднее значение корректировочного коэффициента.

Интервал времени между корректировками данных с анализатора зависит от характеристик взвешенных частиц в данном месте и от сезона. Обновление значения корректирующего коэффициента производится один раз в квартал по приведенному выше алгоритму.

Б.8.8 Изменение значения корректирующего коэффициента Δк за межкалибровочный период оценивается как

$$Δк = | К_2 – К_1 | / К_1, \qquad (Б.4)$$

где $К_2$ – средний корректирующий коэффициент полученный при последующей калибровке;

$К_1$ – средний корректирующий коэффициент полученный при предыдущей калибровке.

Если $Δ < 0,1$, то межкалибровочный период можно увеличить до 6 месяцев. В дальнейшем, если стабильность корректировочного коэффициента не выйдет за рамки значения 0,1, межкалибровочный период может быть продлен до года.

При значении меньше 0,1 дополнительная погрешность вызванная изменением $К_{С.Р.}$ может не учитываться в суммарной погрешности.

Б.8.9 При резком изменении показаний автоматического анализатора (более 50 % в сторону уменьшения и более 100 % в сторону увеличения) необходимо провести внеочередную корректировку с использованием гравиметрического метода измерений.

Приложение В

(обязательное)

Форма журнала записи результатов измерения массы чистых фильтров

Дата _____

Температура t, °С _____

Влажность, % _____

Давление, мм рт. ст. _____

Время _____

Тип фильтра _____

Шифр	Номер пробы	Тип пробы	Масса чистого фильтра, мг		Разница массы чистых фильтров, мг	Результат взвешивания, мг
			Взвешивание 1	Взвешивание 2		

Исполнитель _____ _____
личная подпись расшифровка подписи

Приложение Г

(обязательное)

Форма журнала записи результатов отбора проб воздуха при наблюдениях за концентрациями взвешенных частиц PM10 и PM2.5

Таблица ТЗА-0

Записи ежедневных наблюдений на постах за загрязнением атмосферы

Город _____ Пост _____ Наблюдатель _____

Дата _____ Срок _____
ч, мин

Примесь	Номер пробы	Время отбора, ч, мин		Расход воздуха, $м^3/ч$	Объем воздуха, $м^3$	Температура, °С	Ветер	
		Начало	Конец				Направление, градус	Скорость, м/с

Наблюдатель _____ _____
личная подпись расшифровка подписи

Дата отправки в лабораторию _____

Дата получения проб в лаборатории _____

Приложение Д

(обязательное)

Форма журнала записи результатов измерений концентрации взвешенных частиц PM

Дата _____

Температура t, °С _____

Влажность, % _____

Давление, мм рт. ст. _____

Время _____

Тип фильтра

Дата	Масса тестового фильтра, мг		Масса фильтра, мг		Объём воздуха, $м^3$	Концентрация PM, $мг/м^3$	Коэффициент корректировки
	до отбора	после отбора	до отбора	после отбора			

Исполнитель _____ _____

личная подпись расшифровка подписи

Библиография

[1] EN 12341:2014 «Ambient air. Standard gravimetric measurement method for the determination of the PM10 or PM2.5 mass concentration of suspended particulate matter»

[2] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Росгидромета. — с. 161-189. — М.: Гидрометеоиздат, 1983

Ключевые слова: концентрация, взвешенные частицы PM10, PM2.5 атмосферный воздух, метод измерений, гравиметрический, анализатор, фильтры, контроль качества измерений

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изменения	введения изменения

ДЛЯ ЗАМЕТОК

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ
РД 52.04.830–2015

Массовая концентрация взвешенных частиц PM10 и PM2.5
в атмосферном воздухе
Методика измерений гравиметрическим методом

Подписано в печать 16.12.2015. Формат 60×84 1/16. Бумага
офсетная. Печать цифровая. Печ.л. 3,25. Тираж 300 экз.
Заказ № 6497 Отпечатано в типографии «Моби Дик»
191119, Санкт-Петербург, Менделеевская ул., д. 9

gost.e-ecolog.ru