

INSPEKCJA OCHRONY ŚRODOWISKA

**PRZEWODNIK PO ISTOTNYCH
ELEMENTACH SYSTEMU
ZARZĄDZANIA JAKOŚCIĄ
W SIECI MONITORINGU
JAKOŚCI POWIETRZA**

Biblioteka Monitoringu Środowiska
Warszawa 2010

Autorzy:

Leszek Turzański (WIOŚ w Krakowie)

Zdzisław Kędziora (WIOŚ we Wrocławiu)

Krzysztof Klejnowski (IPIŚ PAN)

Zespół autorski 'EQM System i Środowisko' opracowanych w roku 2005 r. ramowych procedur i instrukcji systemu zapewnienia i kontroli jakości w sieciach monitoringu jakości powietrza, zweryfikowanych w roku 2010 przez Zdzisława Kędziore i Leszka Turzańskiego.

Redakcja:

Barbara Toczko (GIOŚ)

Zdjęcie na okładce: *Leszek Turzański*

Copyright © by Inspekcja Ochrony Środowiska

Warszawa 2010

ISBN 978-83-61227-56-4

Wydanie I. Nakład egz. 500 egz.

Druk

Drukarnia Rytter Investment

ul. Przemysłowa 20

09-400 Płock

www.rytter.pl

SPIS TREŚCI

WSTĘP.....	5	
1. WYMAGANIA PRAWNE.....	7	
2. UCZESTNICTWO W BADANIACH PORÓWNAWCZYCH ORGANIZOWANYCH W KRAJOWYM LABORATORIUM REFERENCYJNYM	9	
2.1. Przygotowanie do interkalibracji.....	9	
2.2. Przebieg badania.....	10	
2.3. Użyte wyposażenie pomiarowe i badawcze	11	
2.4. Omówienie wyników.....	14	
3. WYBRANE ISTOTNE ELEMENTY SYSTEMU ZARZĄDZANIA JAKOŚCIĄ W SIECI MONITORINGU W POWIĄZANIU Z WYMAGANIAMI NORMY PN-EN ISO/IEC 17025	19	
3.1. Personel (pkt 5.2 normy)	19	
3.2. Warunki lokalowe i środowiskowe (pkt 5.3 normy)	20	
3.3. Metody badań oraz ich walidacja (pkt 5.4 normy)	20	
3.4. Wyposażenie (pkt 5.5 normy).....	21	
3.5. Spójność pomiarowa (pkt 5.6 normy)	22	
3.6. Pobieranie próbek (pkt 5.7 normy)	23	
3.7. Postępowanie z obiektami do badań (pkt 5.8 normy).....	23	
3.8. Zapewnienie jakości wyników badań (pkt 5.9 normy).....	23	
3.9. Przedstawianie wyników badań (pkt 5.10 normy)	24	
3.10. Zakupy usług i dostaw (pkt 4.6 normy).....	24	
3.11. Zapisy techniczne (pkt 4.13 normy).....	25	
4. INFORMACJE UZUPEŁNIAJACE O ZAPEWNIENIU JAKOŚCI POMIARÓW	27	
BIBLIOGRAFIA.....	28	
Załącznik		
Ramowe procedury i instrukcje systemu zarządzania wg normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005+Ap1:2007 dla oceny jakości powietrza w sieciach monitoringu jakości powietrza dla SO ₂ , NO _x , CO oraz O ₃		29

SPIS TABEL

Tab. 2.4.1 Arkusz oceny dla ozonu: $c = 175,9 \mu\text{g}/\text{m}^3$	17
Tab. 2.4.2. Wyniki interkalibracji	18

SPIS RYSUNKÓW

Rys. 2.4.1. Przebieg stężeń ozonu	16
---	----

SPIS FOTOGRAFII

Fot. 2.2.1. Przebieg badania (interkalibracja).....	10
Fot. 2.3.1. System powietrza zerowego.....	11
Fot. 2.3.2. System do sprawdzeń masowych kontrolerów przepływu μMFM	12
Fot. 2.3.3. Przepływomierze DryCal [®] DC-2	12
Fot. 2.3.4. Analizatory referencyjne oraz system ich kalibracji	13
Fot. 2.3.5. Stanowisko sterujące przebiegiem badań.....	13

WSTĘP

Polskie prawodawstwo, w ślad za dyrektywami europejskimi, nakłada obowiązek wykonywania pomiarów zanieczyszczeń powietrza oraz raportowania ich do właściwych organów kontrolnych. Implikuje to konieczność wypełniania wszystkich wymagań, dotyczących jakości tych danych, zapisanych w stosownych aktach prawnych.

W niniejszym przewodniku zebrano informacje mające pomóc w procesie wdrażania systemu zarządzania jakością i akredytacji systemu monitoringu jakości powietrza. Przy tworzeniu przewodnika wykorzystano informacje zawarte w normie PN-EN ISO/IEC 17025: 2005+Ap1:2007, doświadczenia laboratoriów posiadających systemy pomiarowe akredytowane przez Polskie Centrum Akredytacji oraz normy dotyczące metod referencyjnych dla pomiarów automatycznych.

Przewodnik ten stanowi uzupełnienie „Przewodnika technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”, w którym omówiono techniczne aspekty prowadzenia pomiarów.

W treści przewodnika zamieszczono odwołania do instrukcji systemu zarządzania jakością, przygotowanego w 2006 roku dla Krajowego Laboratorium Referencyjnego.

Przedstawione w przewodniku informacje nie wyczerpują w całości wymagań normy, a jedynie skupiają się na najważniejszych, z punktu widzenia pomiaru, elementach tego systemu. Biorąc pod uwagę powszechność akredytowanych w laboratoriach WIOŚ metod badawczych, skoncentrowano się na rozważaniach dotyczących wymagań technicznych według normy PN-EN ISO/IEC 17025: 2005 +Ap1: 2007, mając nadzieję, że zaprezentowany materiał będzie pomocny dla sieci monitoringu wdrażających systemy zarządzania jak i dla posiadających już akredytację w omawianym zakresie.

W celu zwrócenia uwagi czytelnika na poszczególne fragmenty przewodnika zastosowano w jego treści następującą symbolikę:



Element systemu lub czynności szczególnie ważne dla procesu pomiarowego



Działania niezalecane lub wręcz zakazane



Temat dla własnych przemyśleń czytelników

1. WYMAGANIA PRAWNE

Wymagania dotyczące prowadzenia pomiarów jakości powietrza oraz zapewnienia jakości w tych pomiarach zawarte są w dyrektywie 2008/50/WE Parlamentu Europejskiego i Rady w sprawie jakości powietrza i czystsze powietrze dla Europy (Dyrektywa CAFE) oraz w rozporządzeniu Ministra Środowiska z dnia 17 grudnia 2008 r. w sprawie dokonywania oceny poziomów substancji w powietrzu. Wymagania te muszą być wypełniane przez laboratoria raportujące dane pomiarowe służące ocenie jakości powietrza.

Rozporządzenie nie nakłada na laboratorium obowiązku akredytacji, ale definiuje wymagania jakościowe dotyczące prowadzonych pomiarów, których wypełnienie jest warunkiem uznania wyników pomiarów za wiarygodne i nadające się do raportowania.

Rozporządzenie to w załączniku nr 6: „Metodyki referencyjne oraz wymagania dotyczące jakości pomiarów” w tabeli nr 1: „Metodyki referencyjne poboru próbek i analiz poziomów substancji” podaje zestawienie metodyk referencyjnych wraz z odniesieniem do odpowiadających im norm:

- **PN-EN 14211**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa chemiluminescencyjna metoda pomiaru stężenia monotlenku i ditlenku azotu,
- **PN-EN 14212**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa fluorescencyjna metoda UV oznaczania stężenia ditlenku siarki,
- **PN-EN 14625**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężenia ozonu z zastosowaniem fotometrii UV,
- **PN-EN 14626**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda oznaczania stężenia tlenku węgla z zastosowaniem niedyspersyjnej spektroskopii w podczerwieni.
- **PN-EN 14662**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężeń benzenu. Część nr 3; Automatyczne pobieranie za pomocą pompy próbek do analizy in situ metodą chromatografii gazowej.

Jednocześnie w tabeli nr 2 „Wymagania, jakie powinny spełniać wyniki pomiarów ciągłych”, podaje dla poszczególnych zanieczyszczeń wymagania dotyczące niepewności rozszerzonej. Dla zanieczyszczeń gazowych takich jak: dwutlenek siarki, tlenki azotu, tlenek węgla oraz ozon, niepewność rozszerzona odniesiona dla okresu uśredniania wyników pomiarów, dla których określono poziomy dopuszczalne docelowe lub poziomy celów długoterminowych substancji w powietrzu, dla 95 % przedziału ufności wynosi 15 %. Dodatkowo, w tej samej tabeli, określono wymagany, minimalny udział ważnych danych i wynosi on 90 % w skali roku.

Należy zwrócić uwagę, że zarówno dyrektywa 2008/50/WE Parlamentu Europejskiego i Rady w sprawie jakości powietrza i czystsze powietrze dla Europy, jak i przywołane powyżej normy serii 14000 określają dodatkowo procent pokrycia danych, wystarczający, aby można było stworzyć „ważną” średnią dla zadanego okresu uśredniania wyników pomiarów, i wynosi on 75 %.

Sieci monitoringu realizujące pomiary jakości powietrza powinny posiadać wdrożone systemy zarządzania oparte na normie PN-EN ISO/IEC 17025: 2005 +Ap1: 2007 – choć niekoniecznie akredytowane. Warto jednak zauważyć, że akredytacja takiego systemu, to potwierdzenie przez zewnętrzną, niezależną, uprawnioną instytucję (Polskie Centrum Akredytacji), kompetencji laboratorium do prowadzenia pomiarów.

Tak więc jeśli:

- ⇒ nie mamy oszacowanej niepewności pomiaru,
- ⇒ oszacowana całkowita rozszerzona niepewność stężeń dwutlenku siarki, tlenków azotu, tlenku węgla oraz ozonu jest większa niż 15 %,
- ⇒ procent pokrycia danych dla zadanego okresu uśredniania jest mniejszy niż 75 %,
- ⇒ kompletność danych dla roku jest mniejsza niż 90 %,

to dane uzyskiwane z pomiarów nie spełniają wymagania celów zapewnienia jakości i nie mogą być użyte do oceny jakości powietrza.

2. UCZESTNICTWO W BADANIACH PORÓWNAWCZYCH ORGANIZOWANYCH W KRAJOWYM LABORATORIUM REFERENCYJNYM

Porównawcze badania międzylaboratoryjne, zwane potocznie interkalibracjami, są jednym z podstawowych elementów zapewnienia jakości w sieciach monitoringu jakości powietrza i jako takie, powinny być systematycznie organizowane, a sieci pomiarowe powinny w nich regularnie uczestniczyć.

W treści rozdziału zamieszczono odwołania do instrukcji systemu zarządzania jakością przygotowanego dla Krajowego Laboratorium Referencyjnego w 2006 roku. Zagadnienie porównań międzylaboratoryjnych dla sieci monitoringu jakości powietrza zostało zawarte w Procedurze Badawczej „Badania biegłości poprzez porównania międzylaboratoryjne w zakresie określania zawartości SO₂, NO, NO₂, NO_x, CO, O₃ w powietrzu atmosferycznym” oraz instrukcjach do tej procedury.

Polskie Centrum Akredytacji (PCA) traktuje badania międzylaboratoryjne jako jeden z podstawowych elementów wykazania kompetencji technicznych akredytowanych laboratoriów. Wyniki uczestnictwa laboratoriów w porównaniach międzylaboratoryjnych i/lub badaniach biegłości (PT/ILC) są istotnym elementem oceny laboratoriów w procesach akredytacji i nadzoru, chociaż nie są jedynym kryterium udzielenia (warunek konieczny) bądź utrzymania akredytacji.

PCA wymaga minimalnego uczestnictwa w programach badań PT/ILC. W okresie ważności akredytacji laboratorium badawcze powinno w każdym cyklu akredytacji uczestniczyć z pozytywnym wynikiem przynajmniej w jednym programie dla każdej z podstawowych dziedzin badań/pomiarów objętych zakresem akredytacji. W wypadku niezadawalającego wyniku uczestnictwa, udział w programie dotyczącym tej dziedziny badań/pomiarów powinien być powtórzony jeszcze w tym cyklu, jeżeli jest to możliwe lub w następnym cyklu akredytacji powinno być zaplanowane dwukrotne uczestnictwo.

W wypadkach, kiedy odpowiednie programy PT/ILC nie są dostępne, PCA zaleca, by laboratoria, których to dotyczy, organizowały porównania międzylaboratoryjne z innymi laboratoriami we własnym zakresie. Porównania takie mogą obejmować dwa laboratoria, chociaż preferuje się udział większej liczby uczestników.

Jeśli laboratorium/sieć monitoringu nie posiada akredytacji i nie jest w trakcie jej uzyskania/przygotowywania, to celowe jest, aby uczestniczyło w takich porównaniach. Obowiązek raportowania danych z terenu całego kraju wymaga bowiem zapewnienia odpowiedniej jakości i porównywalności wyników w skali kraju.

Oczywistym jest, że nawet uczestnictwo w ww. programach z dobrym wynikiem nie zwalnia laboratorium z zapewnienia właściwej spójności pomiarowej.

2.1. Przygotowanie do interkalibracji

Uczestnicy badań przywożą ze sobą niezbędne wyposażenie, to jest analizatory, kalibratory, wzorce, sprzęt do rejestracji danych itp. Każdy uczestnik indywidualnie przygotowuje sprzęt, wygrzewa, sprawdza go bądź kalibruje używając własnych wzorców.

Następnie analizatory podłącza się do systemu zbierania danych oraz manifoldu, przez który płynie generowane powietrze z zawartością wybranych zanieczyszczeń gazowych (SO_2 , NO , NO_2 , CO , O_3 , benzenu).

Uczestnik powinien mieć ze sobą własny system zbierania danych, na którym będzie rejestrował swoje wyniki. W przypadku braku takiego systemu istnieje możliwość podłączenia analizatorów do systemu zbierania danych Krajowego Laboratorium Referencyjnego (KLR). W każdym przypadku uczestnik ma możliwość zweryfikowania własnych danych (np. w wyniku ponownego sprawdzenia analizatora po zakończeniu badania).

Po zakończeniu wszystkich przebiegów testu uczestnicy przekazują uzyskane dane (po ich zweryfikowaniu) do organizatora porównania. Następnie opracowywany jest raport końcowy zawierający analizę wyników porównań oraz wszelkie niezbędne informacje.

Raport końcowy przekazywany jest uczestnikom z zachowaniem poufności.

2.2. Przebieg badania

Każdy z uczestników odpowiedzialny jest za sprawdzenie sprzętu i ewentualną kalibrację własnymi wzorcami oraz podłączenie do systemu manifoldów. Wyniki uzyskane z analizatorów Krajowego Laboratorium Referencyjnego traktowane są jako wartość „operatora testu” i są przyjmowane, jako wartość odniesienia (wartość przypisana). Szczegółowe informacje na temat organizowania badań zawarte są w instrukcji nr I-01/PB-04/LW „Programy i organizacja badań biegłości poprzez porównania międzylaboratoryjne”.

W trakcie badania, dla każdego komponentu generuje się kilkupunktowe przebiegi o stałej wartości, tak, aby z każdego punktu uzyskać minimum 5 średnich trzydziestominutowych.

Generowane stężenia dobiera się tak, aby korespondowały z wartościami normatywnymi. Po zakończeniu badań dane opracowywane są zgodnie z instrukcją nr I-05/PB-04/LW „Ocena wyników badań biegłości przez porównania międzylaboratoryjne”.



Fot. 2.2.1. Przebieg badania (interkalibracja)

2.3. Użyte wyposażenie pomiarowe i badawcze

W celu przeprowadzenia interkalibracji wykorzystywany jest następujący sprzęt laboratorium KLR:

- ⇒ specjalistyczny system dynamicznego rozcieńczania gazów: dwutlenku siarki, tlenków azotu, tlenku węgla, ozonu, sterowany programowo, zwany też ławą kalibracyjną (Fot. 2.2.1.),
- ⇒ system powietrza zerowego (Fot. 2.3.1.),
- ⇒ certyfikowane gazowe materiały odniesienia,
- ⇒ generator ozonu i wilgoci,
- ⇒ system gromadzenia danych,
- ⇒ zespół manifoldów,
- ⇒ analizatory referencyjne,
- ⇒ system do sprawdzeń masowych kontrolerów przepływu μ MFM, oparty na przepływomierzach cyfrowych (Fot. 2.3.2.),
- ⇒ przepływomierze DryCal[®] DC-2 klasy „Primary Standard” (Fot. 2.3.3.),
- ⇒ sterujący system komputerowy (Fot. 2.3.5.),
- ⇒ system rozcieńczeń, służący wzorcowaniu analizatorów referencyjnych (Fot. 2.3.4.).



Fot. 2.3.1. System powietrza zerowego



Fot. 2.3.2. System do sprawdzeń masowych kontrolerów przepływu μ MFM



Fot. 2.3.3. Przepływomierze DryCal® DC-2



Fot. 2.3.4. Analizatory referencyjne oraz system ich kalibracji



Fot. 2.3.5. Stanowisko sterujące przebiegiem badań

Analizatory referencyjne, należące do KLR, służą do określania wartości „prawdziwej” wyniku badania, zwanej wartością przypisaną. Analizatory referencyjne są wywzorcowane za pomocą certyfikowanych materiałów odniesienia o niepewności rozszerzonej 1% (dla $k=2$ i prawdopodobieństwa 95 %), spełniających wymagania spójności pomiarowej (posiadają nawiązanie do krajowego wzorca). Masowe kontrolery przepływu w układach rozcieńczania użyte do wzorcowania analizatorów referencyjnych są sprawdzane w oparciu o kalibratory przepływu typu DryCal[®] DC-2, posiadające nawiązaną spójność pomiarową do wzorców międzynarodowych.

2.4. Omówienie wyników

Do oceny wyników porównań stosowane jest kryterium reszty standaryzowanej z_{score} oraz parametru E_n :

Parametr E_n

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

gdzie:

- X wartość stężenia uzyskanego przez operatora testu,
- x wartość stężenia uzyskanego przez uczestnika testu,
- U_{lab} niepewność pomiaru wykonanego przez uczestnika,
- U_{ref} niepewność pomiaru operatora testu,

■



Ważne jest, aby uczestnicy dysponowali „prawdziwą” wartością niepewności oznaczania danego zanieczyszczenia. Podając zaniżoną wartość trudno jest spełnić kryterium E_n .

■

Wskaźnik z_{score}

$$z = \frac{x - X}{s}$$

gdzie:

- s miara zmienności przyjęta zgodnie instrukcją nr I-05/PB-04/LW „Ocena wyników badań biegłości przez porównania międzylaboratoryjne”.

W ślad za dokumentem N37 „Organizacja porównań międzylaboratoryjnych dla zanieczyszczeń gazowych dla laboratoriów referencyjnych oraz laboratoriów obszaru Światowej Organizacji Zdrowia” przyjęto miarę zmienności s niezbędną do wyliczenia wartości z reszty standaryzowanej z_{score} :

$$s = \frac{x_i - X}{\sqrt{\sigma_p^2 + u_x^2}}$$

gdzie:

u_x niepewność wartości przypisanej,

X wartość stężenia uzyskanego przez operatora testu,

x_i wartość stężenia uzyskanego przez uczestnika testu,

σ_p zmienna wyrażona wzorem $\sigma_p = a * [\text{wartość operatora testu}] + b$,

w którym a i b - stałe wyliczone w oparciu o zdefiniowane cele jakości danych.

Kryteria oceny ustala się następująco:

Dla wskaźnika z_{score} :

$|z| \leq 2$ wyniki pozytywne

$2 < |z| < 3$ wyniki wątpliwe

$|z| \geq 3$ wyniki niezadowolające

Dla wskaźnika E_n :

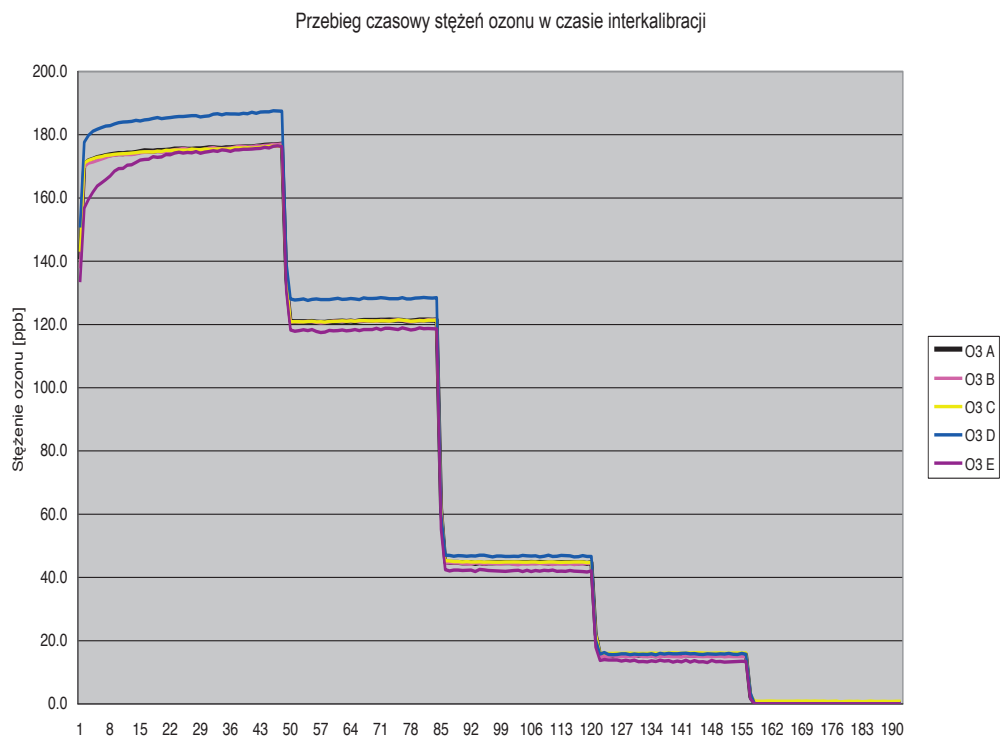
$|E_n| \leq 1$ wyniki pozytywne

$|E_n| > 1$ niezadowolające

Ocena niezadowolająca testu biegłości powoduje konieczność przeprowadzenia analizy przyczyn i podjęcia działań korygujących. Skuteczność tych działań powinna być sprawdzona w najbliższym badaniu biegłości/ porównaniu międzylaboratoryjnym.

Dla laboratoriów akredytowanych należy przyjąć kryteria uczestnictwa zamieszczone w dokumentach PCA.

Poniżej przedstawiono fragment porównania międzylaboratoryjnego dla ozonu, w którym uczestniczyło 5 laboratoriów o nadanych kodach A, B, C, D i E. W trakcie porównania wygenerowano 5 różnych poziomów stężeń ozonu, które zostały zmierzone przez uczestników. Każde ze stężeń generowane było przez 3 godziny, z czego do obliczeń statystycznych przyjęto 5 średnich 30-minutowych (pominięto pierwsze 30 minut – na stabilizację analizatora).



Rys. 2.4.1. Przebieg stężeń ozonu

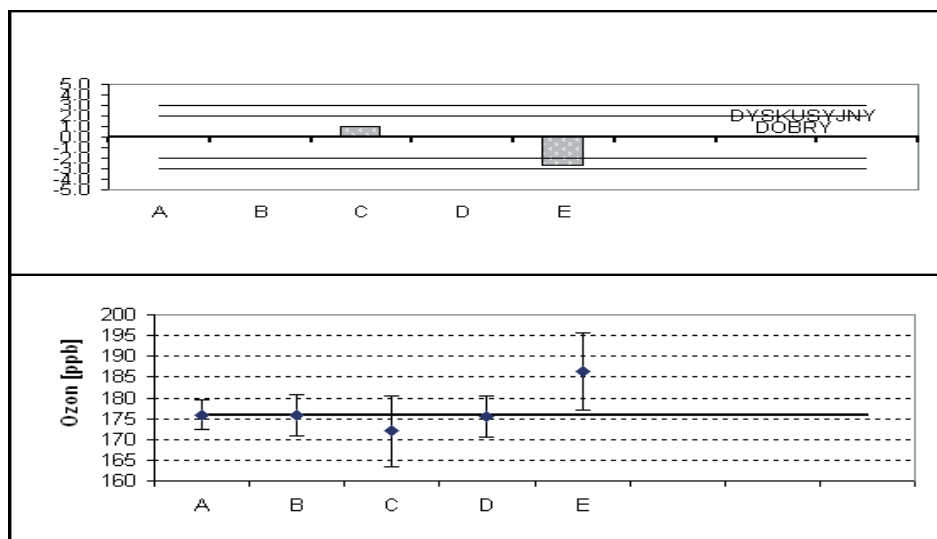
Poniżej przedstawiono przykładowy arkusz ocen przebiegu badania biegłości. Zmierzone wartości laboratorium 'A' są wartościami operatora testu – wartością przypisaną.

Tab. 2.4.1 Arkusz oceny dla ozonu: $c = 175,9 \mu\text{g}/\text{m}^3$

Laboratorium Wojewódzkiego Inspektoratu Ochrony Środowiska w Krakowie	
Interkalibracja dla czynnika: <u>Ozon</u>	DATA: 2009/06/08

Gaz: Ozon			Wyliczone kryterium "Z":	3.93
T,P: 20°C, 990 hPa	RH [0-90] %:	50	Całkowita średnia wartość [ppb]:	174.6
Generowane stężenie [ppb]:		175.9	Powtarzalność r [%]:	1.7

LAB.	A	B	C	D	E
średnia 30-min 1	175.3	175.1	170.9	175.0	185.4
średnia 30-min 2	175.5	175.4	171.4	175.3	185.9
średnia 30-min 3	175.8	175.8	172.0	175.5	186.5
średnia 30-min 4	176.2	176.2	172.4	175.8	186.7
średnia 30-min 5	176.7	176.8	173.1	176.3	187.4
Średnia:	175.9	175.8	172.0	175.6	186.4
Test "Z":	0.0	0.0	1.0	0.1	-2.7
δ	0.6	0.7	0.9	0.5	0.7
En	0.0	0.0	0.4	0.1	-1.1
Niepewność uczestnika	3.5	5.0	8.6	4.9	9.3



Uproszczone zestawienie obejmujące kryterium oceny z i E_n przedstawiono poniżej.

Tab. 2.4.2. Wyniki interkalibracji

Kod laboratorium	A	B	C	D	E
Komponent : OZON					
Test z_{score}					
Przebieg 1	0,0	0,0	1,0	0,1	-2,7
Przebieg 2	0,0	0,0	1,0	0,0	-2,6
Przebieg 3	0,00	0,22	1,71	-0,13	-1,40
Przebieg 4	0,00	0,24	1,09	-0,34	-0,18

Test E_n					
Przebieg 1	0,00	0,01	0,43	0,05	-1,05
Przebieg 2	0,00	0,02	0,43	0,01	-1,03
Przebieg 3	0,00	0,10	0,89	-0,08	-0,69
Przebieg 4	0,00	0,15	0,95	-0,30	-0,16

Kolorem czerwonym oznaczono wartości niezadowalające (niepełniające kryteriów), a kolorem żółtym wartości wątpliwe. Ocena niezadowalająca testu biegłości, jak i uzyskane oceny „wątpliwe” powodują konieczność przeprowadzenia analizy przyczyn i podjęcia działań korygujących.

Laboratoria A – D uzyskały pozytywne wyniki w zakresie obu parametrów i wszystkich przebiegów, natomiast laboratorium E uzyskało wynik ‘wątpliwy’ dla wskaźnika z_{score} w przebiegu pierwszym i drugim oraz wynik niezadowalający dla wskaźnika E_n w przebiegu pierwszym i drugim.

3. WYBRANE ISTOTNE ELEMENTY SYSTEMU ZARZĄDZANIA JAKOŚCIĄ W SIECI MONITORINGU W POWIĄZANIU Z WYMAGANIAMI NORMY PN-EN ISO/IEC 17025

Poniżej przedstawiono wybrane elementy systemu zarządzania w powiązaniu z wymaganiami normy *PN-EN ISO/IEC 17025:2005 + Ap1:2007*. Przedstawione informacje nie wyczerpują w całości wymagań normy, a jedynie skupiają się na najważniejszych aspektach wykonania pomiaru. Ze względu na powszechność akredytowanych w laboratoriach WIOŚ metod badawczych, skupiono się na tematach dotyczących wymagań technicznych wg PN-EN ISO/IEC 17025: 2005 + Ap1: 2007 pkt 5, oraz aspektów działań technicznych wynikających z pkt 4.6 i 4.13, w odniesieniu do stacji/ sieci monitoringu jakości powietrza, w znacznej mierze pomijając obszar systemowy.

Przedstawiony opis dotyczy w dużej mierze dokumentacji – procedur, instrukcji i prowadzonych zapisów i może być pomocny dla laboratoriów wdrażających system zarządzania jakością lub chcących się akredytować.



■

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy dopasować zaproponowane rozwiązania do istniejących realiów (np. uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu) tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

■

3.1. Personel (pkt 5.2 normy)

Kompetencje techniczne personelu są bardzo istotnym elementem zapewniającym właściwą realizację badań. Laboratorium powinno posiadać plany i harmonogramy szkoleń wewnętrznych i zewnętrznych oraz prowadzić zaplanowane szkolenia. Należy zagwarantować, że personel posiada odpowiednie kompetencje do wykonywania badań oraz właściwe wykształcenie. Szkolenia powinny być dokumentowane w odpowiednich rejestrach w postaci np. karty szkoleń wewnętrznych, karty szkoleń zewnętrznych. Tematyka szkoleń powinna obejmować zagadnienia dotyczące systemu zarządzania, jak i działalności badawczej/technicznej (między innymi w zakresie nadzorowania wyposażenia pomiarowego i badawczego (wpib), spójności pomiarowej i sterowania jakością, doskonalenia systemu zarządzania).



■

Bardzo ważne jest, aby zachować ciągłość w przekazywaniu wiedzy poprzez szkolenia wewnętrzne. Szkolenia wewnętrzne, to dobra praktyka przekazywania wiedzy „w dół” przez osoby uczestniczące w szkoleniach, seminariach czy też warsztatach między innymi w ramach projektów takich jak interkalibracje, akcje kalibracyjne itp. W odniesieniu do specyfiki działania sieci monitoringu istotne jest, aby istniały dowody szkoleń personelu

obsługującego stacje monitoringu nie tylko z jednostki organizacyjnej obsługującej bezpośrednio sieć ale również współpracujących (np. jeśli podzleca się obsługę do Delegatur do szkolenia, jak i zapisy powinny dotyczyć również pracowników Delegatur).

■

Personel powinien posiadać uprawnienia do poboru prób i wykonywania badań.

■

3.2. Warunki lokalowe i środowiskowe (pkt 5.3 normy)

Pomieszczenia laboratorium w stacji centralnej muszą zapewnić właściwe warunki do przetwarzania danych pomiarowych i prac biurowych. Komputery/serwery powinny być zabezpieczone przed nieuprawnioną zmianą danych lub ich zniszczeniem. Kontenery pomiarowe muszą być klimatyzowane i zabezpieczone przed ingerencją osób niepowołanych. Powinien istnieć monitoring warunków wewnątrz kontenera, a dostęp do pomieszczeń i kontenerów musi być nadzorowany. Powinny istnieć zapisy potwierdzające wypełnianie tych wymagań.

3.3. Metody badań oraz ich walidacja (pkt 5.4 normy)

Należy określić metody właściwe do zamierzonego celu badań, w tym realistycznie dobrać zakres, w którym będą prowadzone badania. Dobór powinien być poparty sprawdzeniem zakresu stosowania metody, a więc powinna być dostępna metoda weryfikowania w sposób doświadczalny, między innymi wybranego górnego i dolnego zakresu. Należy posiadać wyposażenie pozwalające na właściwą walidację zakresu metody, jak i muszą istnieć zapisy potwierdzające walidację.

■



Przykład niewłaściwego doboru zakresu badań.

Analizatory ozonu posiadają często zakres pomiarowy od 0 do 20000 nmol/mol. Stężenie ozonu w powietrzu nie przekracza zazwyczaj 200 nmol/mol. Biorąc pod uwagę również to, że powszechnie dostępne kalibratory ozonu posiadają certyfikowany zakres do 1000 nmol/mol całkowicie nieuzasadnionym jest dobór zakresu pomiarowego analizatora większego niż 500 nmol/mol

■

Stosowane metodyki powinny opierać się o aktualne wydania norm serii 14000. W przypadku, gdy dane laboratorium posiada już akredytację na Procedurę Badawczą nie opartą na ww. normach serii 14000, należałoby ją zaktualizować, aby zapewnić zgodność ze wszystkimi zasadniczymi wymaganiami w/w norm.

Laboratorium musi posiadać dokumentację walidacji metod badawczych. Każda metoda powinna posiadać kartę walidacji podpisaną przez upoważnioną osobę. Musi istnieć opisana metodyka szacowania niepewności dla wszystkich swoich metod badawczych, zawarta w poszczególnych procedurach i instrukcjach badawczych. Muszą istnieć zapisy/dowody potwierdzające spełnienie wymagań w zakresie żądanych wielkości niepewności. Szacowanie niepewności oparte powinno być o normy serii 14000, „Przewodnik szacowania niepewności”, EA-04/16 / wytyczne dotyczące szacowania niepewności w badaniach ilościowych itp.



■ Należy zwrócić uwagę na fakt, że niepewność pomiaru nie jest stała w całym zakresie pomiarowym. Często operatorzy sieci podają niepewność na poziomie np. 10 %, bez wyróżniania zakresu którego dotyczy (w domyśle cały zakres). Oznacza to, że dla stężenia 100 ppb wartość niepewności wynosi 10 ppb, podczas gdy dla 5 ppb wartość ta wynosi 0,5 ppb, co jest często wartością poniżej progu detekcji analizatora.

■ Przyjęte zasady opisu i stosowania metod badawczych muszą zapewniać odpowiednią powtarzalność i jakość prowadzonych badań. Dokumenty dotyczące badań muszą być jednoznacznie identyfikowalne. Wszystkie zapisy związane z wykonywaniem badań muszą być sporządzone przez personel zgodnie z dyspozycjami odpowiednich procedur i instrukcji.



■ W procesie akredytacji dokonuje się obserwacji badań i pobierania próbek na stacjach monitoringu powietrza atmosferycznego. Obserwacja obejmuje istotne elementy obsługi stacji lokalnych, tj.: kalibracje dwupunktowe i wielopunktowe, kontrolę poprawności pracy analizatorów i systemów pomocniczych, obsługę stacji, a także obserwacje procesu weryfikacji danych i prowadzenia zapisów w stacji centralnej.

3.4. Wyposażenie (pkt 5.5 normy)

Laboratorium musi wykazać, że posiada wyposażenie, które jest kompletne i właściwe do zgłoszonego zakresu badań, np. listy oraz wykazy wyposażenia (w tym wyposażenia pomocniczego jak np. urządzenia elektronicznego przetwarzania danych). Laboratorium powinno określić, czy korzysta z wyposażenia pomiarowego i badawczego (wpib) nie będącego jego własnością. Wyposażenie powinno być nadzorowane zgodnie z odpowiednimi procedurami i instrukcjami systemowymi i badawczymi.

Program (wewnętrznego) wzorcowania i/lub sprawdzania przyrządów pomiarowych musi obejmować właściwy zakres, jak również muszą istnieć odpowiednie zapisy to potwierdzające.

Jeśli wykorzystuje się kalibratory (urządzenia rozcieńczające), to musi być wykonywane dla nich sprawdzanie przepływów, a więc należy posiadać stosowne wzorce przepływu. Muszą istnieć plany/harmonogramy sprawdzeń, wzorcowień wewnętrznych, zewnętrznych i zapisy to potwierdzające.

Dodatkowo muszą być prowadzone zapisy potwierdzające nadzór nad pozostałym wpib (dzienniki urządzeń, książki stacji itp.). Często pomocne mogą być komputerowe systemy baz danych, umożliwiające elektroniczne zapisy w szerokim zakresie.

Powinny zostać określone zasady nadzorowania sprzętu komputerowego. Dostęp do danych powinien być nadzorowany, poprzez system haseł dostępu.

Zapisy przy wpib muszą identyfikować jednoznacznie status wzorcowania obejmującego datę ostatniego i ponownego wzorcowania.



W przypadku powierzania wzorcowań firmom zewnętrznym np. dostarczającym i serwisującym sprzęt pomiarowy, należy być świadomym, że certyfikat systemu zarządzania jakością wg ISO 9001 czy serii 14000 nie stanowi potwierdzenia kompetencji firmy/laboratorium do wykonywania wiarygodnych wzorcowań.

Potwierdzeniem spójności pomiarowej jest świadectwo wzorcowania wykonanego przez akredytowane laboratorium wzorcujące lub Główny Urząd Miar.

W przypadku, gdy sieć monitoringu nie posiada akredytacji, a jedynie wdrożony system jakości, może zwrócić się do laboratorium, które np. posiada kompetencje do wykonania wzorcowań wewnętrznych w omawianym zakresie. Takim laboratorium są np. sieci monitoringu posiadające akredytację PCA. Posiadają one sprawdzone kompetencje techniczne do wykonywania własnych wewnętrznych wzorcowań, nie mogą jednak potwierdzać świadectw wzorcowań znakiem akredytacji PCA.

Problem wzorcowań wewnętrznych omówiono w rozdziale 4 „Informacje uzupełniające”.

Plan konserwacji wpib musi obejmować wszystkie istotne elementy systemu w tym obsługę profilaktyczną urządzeń. Muszą być prowadzone niezbędne zapisy dotyczące wykonanych kontroli i konserwacji, wymiany materiałów eksploatacyjnych - dokumentowane w księdze pracy urządzenia, na karcie pracy urządzenia itp.

3.5. Spójność pomiarowa (pkt 5.6 normy)

W celu zachowania spójności pomiarowej konieczne jest **stosowanie certyfikowanych materiałów odniesienia do wzorcowania, kalibracji i sprawdzania wpib**. Potwierdzeniem tego są świadectwa wzorcowania z laboratoriów akredytowanych lub GUM (**świadectwa uzyskane z nie akredytowanych Okręgowych Urzędów Miar oraz laboratoriów akredytowanych na normę 9001 nie są wystarczające**).

Kalibratory, gazomierze itp. muszą być sprawdzane/wzorcowane za pomocą wzorców posiadających odniesienie do wzorca wyższego rzędu. Laboratorium powinno korzystać ze sprawdzonych i kompetentnych dostawców usług metrologicznych zawartych na liście aprobowanych dostawców usług w zakresie wzorcowania wpib.



Na chwilę obecną brak jest w Polsce akredytowanych laboratoriów wzorcujących zajmujących się wzorcowaniem kalibratorów stężeń ozonu, nie jest możliwe również wykonanie takiej usługi w Głównym Urzędzie Miar. Implikuje to konieczność korzystania z usług laboratoriów wzorcujących w krajach ościennych: Niemcy, Republika Czeska. W Republice Czeskiej laboratorium takie znajduje się w Czeskim Instytucie Hydrometeorologicznym w Pradze, w Niemczech zaś między innymi w laboratoriach: Radebeul koło Drezna, Essen, Langen.

3.6. Pobieranie próbek (pkt 5.7 normy)

Laboratorium powinno mieć opracowane procedury dotyczące nadzorowania pobierania próbek. Musi istnieć plan/harmonogram pobierania próbek.

W zależności od struktury danego Inspektoratu, planem poboru próbek może być dostarczone przez właściwy Wydział Monitoringu zlecenie wewnętrzne dotyczące prowadzenia badań jakości powietrza w wyszczególnieniu punktów pomiarowych, zakresów pomiarów itp.

Specyfika procesu pomiarowego polega na ciągłym automatycznym pobieraniu próbek przez analizator i następnie bezpośredniej analizie stężeń. Aby zapewnić właściwe dostarczanie próbki do analizatora w stacji musi istnieć układ poboru prób, który powinien być właściwie skonstruowany, eksploatowany



■ W procesie akredytacji dokonuje się obserwacji badań i pobierania próbek na stacjach monitoringu powietrza atmosferycznego. Zapisy z poboru próbek (np. stan manifoldu) mogą być przedmiotem kontroli audytora technicznego PCA.

3.7. Postępowanie z obiektami do badań (pkt 5.8 normy)

Obiektem badania w stacji automatycznego monitoringu jest otaczające ją powietrze atmosferyczne. W związku z tym należy zapewnić prawidłową lokalizację stacji w zależności od celu jaki ma ona spełniać. Dane dotyczące lokalizacji i celu pomiarowego powinny być zawarte w dokumentacji stacji. Należy również zadbać, aby sposób umiejscowienia czerpni układu poboru prób był zgodny z celem pomiarowym stacji.

3.8. Zapewnienie jakości wyników badań (pkt 5.9 normy)

Zastosowane metody sterowania jakością badań muszą być wystarczające dla zapewnienia jakości wyników przekazywanych klientowi. Laboratorium powinno realizować właściwie ustalenia zawarte w dokumencie DA-05 „Polityka Polskiego Centrum Akredytacji dotycząca wykorzystywania badań biegłości/porównań międzylaboratoryjnych w procesach akredytacji i nadzoru laboratoriów” oraz punkcie 5.9 normy.

Należy prowadzić systematyczną kontrolę jakości badań w celu zapewnienia wiarygodności wyników. Elementami zapewnienia jakości w pomiarach stężeń zanieczyszczeń gazowych metodami automatycznymi w powietrzu są:

- ⇒ okresowe sprawdzania punktu „zero” i „span”, zgodnie z przyjętymi kryteriami sprawdzeń,
- ⇒ wykonywanie kalibracji analizatorów,
- ⇒ sprawdzenia połączeń analizator - układ zbierania danych – serwer,
- ⇒ weryfikacja danych surowych,
- ⇒ uczestnictwo w interkalibracjach,
- ⇒ zapisy potwierdzające realizację wymagań procedur/ instrukcji,
- ⇒ kontrole wewnętrzne.

Okresowe sprawdzenia „zero-span”, stanowiące podstawę zapewnienia jakości w sieci monitoringu powietrza, muszą być regularnie wykonywane i dokumentowane. Zapisy z tych sprawdzeń muszą być wykorzystywane przy weryfikacji danych. Powinna być również wykonywana i dokumentowana kontrola przepływu danych pomiarowych; wskazania analizatora → układ zbierania danych → baza danych. Wszystkie gromadzone dane muszą być regularnie przeglądane i w razie potrzeby weryfikowane, a dane „surowe” nie mogą być zmieniane. Aby zapewnić wiarygodność pozyskiwanych danych musi istnieć systemowe rozwiązanie nadzoru nad przepływem informacji o wyniku pomiaru (od jego powstania poprzez analizę, weryfikację uwzględniającą zapisy ze sprawdzeń „zero-span” i wzorcowań po raportowaniu), a zatem musi istnieć właściwy przepływ dokumentów pomiędzy operatorem stacji a osobą weryfikującą dane. Szerzej powyższe zagadnienia omówiono w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.

Laboratorium musi brać udział (z dobrym skutkiem) w porównaniach międzylaboratoryjnych, co powinno być udokumentowane stosownymi raportami/sprawozdaniem. Dobrą praktyką jest wykonywanie niezależnych kontroli (najlepiej raz w roku), przy użyciu dodatkowej butli z gazem kalibracyjnym/kalibratorem. W ten sposób można poprzez zastosowanie niezależnej butli z gazami/kalibratora porównać systemy pomiarowe poszczególnych stacji pomiędzy sobą.

3.9. Przedstawianie wyników badań (pkt 5.10 normy)

Sposób przedstawiania wyników powinien być zgodny z wymaganiami pkt 5.10 normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005+Ap1:2007. W treści sprawozdania, w odniesieniu do pomiarów w sieciach monitoringu, oprócz wyników pomiarów powinna być zawarta m.in. identyfikacja metody badawczej - stosowanych norm i procedur, a także kompletność danych (ilość uzyskanych prawidłowych wyników do ilości wszystkich możliwych do uzyskania wyników). Sprawozdania z badań powinny również zawierać informację o niepewności pomiarów oraz podpisy osób autoryzujących.

3.10. Zakupy usług i dostaw (pkt 4.6 normy)

Dostawy mające wpływ na jakość badań muszą być zamawiane u sprawdzonych i wiarygodnych dostawców, znajdujących się na liście zaufanych dostawców m.in. w zakresie wzorcowania wpiib, szkoleń itp. Dodatkowo dostawy powinny być sprawdzane na zgodność z zamówieniem, a przed wykorzystaniem ich do badań na zgodność z wymaganiami metod, procedur badawczych.

■

Przykład

Dobrą praktyką w przypadku zakupu większej partii butli z gazami wzorcowymi jest sprawdzanie i porównywanie stężeń „nowej” i „starej” butli. Może to być szczególnie istotne w przypadku długiej eksploatacji „starej” butli lub wątpliwości co do jej stabilności. W przypadku stwierdzenia rozbieżnych wyników sprawdzeń w stosunku do wartości oczekiwanych należy podjąć stosowne działania.

■

3.11. Zapisy techniczne (pkt 4.13 normy)

Zapisy techniczne powinny potwierdzać realizację wymagań rozdziału 5 normy i być łatwo dostępne, identyfikowalne i przechowywane we właściwych warunkach, tak, aby w razie potrzeby łatwo było odnaleźć odpowiednie dokumenty. Zapisy muszą zapewniać możliwość odtworzenia istotnych elementów przebiegu pobierania próbek i wykonywania badań.

■

Przykład

W przypadku konieczności wprowadzenia poprawek do raportowanych danych pomiarowych (np. stwierdzony duży dryft analizatora w okresie pomiędzy sprawdzeniami/ kalibracjami) muszą istnieć zapisy na temat wprowadzanych korekt. Muszą one jednoznacznie identyfikować wielkość poprawek, ich przyczynę i czas który ich dotyczy. Powinny także istnieć zapisy/ dowody bazowe będące podstawą korekt (np. karty/ protokoły sprawdzenia/ kalibracji, karty sprawdzeń „zero-span”).

■

4. INFORMACJE UZUPEŁNIAJACE O ZAPEWNIENIU JAKOŚCI POMIARÓW

System wzorcowań wewnętrznych

Wyposażenie pomiarowe stosowane do wzorcowań, badań, a mające istotny wpływ na niepewność pomiaru związaną z wynikami tych działań, powinno być wzorcowane przez krajową instytucję metrologiczną (w Polsce – Główny Urząd Miar), albo przez akredytowane laboratoria wzorcujące. Laboratorium może wykonywać wzorcowania wewnętrzne, jeśli wykaże się odpowiednimi do tego kompetencjami.

System wzorcowań wewnętrznych ma na celu wzorcowanie wyposażenia pomiarowego na potrzeby akredytowanego podmiotu w stosunku do własnych wzorców odniesienia.

Podstawą spójności pomiarowej w takim systemie jest wzorcowanie/utrzymywanie/nabywanie własnych wzorców odniesienia w laboratoriach akredytowanych na normę PN-EN ISO/IEC 17025:2005 + A1:2007. Procedury wzorcowania muszą być udokumentowane, wyniki wzorcowania przedstawiane w formie świadectw, protokołów itp. i muszą być przechowywane przez ustalony czas. Bardzo istotne są kompetencje personelu wykonującego wzorcowania wewnętrzne. Kompetencje te muszą być udokumentowane; należy przechowywać dokumentację szkoleń oraz dowody kompetencji w postaci np. wyników egzaminu lub wyników z auditu w zakresie wykonywania wzorcowań. Powinno być również udokumentowane powiązanie wyników wzorcowań z wzorcami państwowymi jednostek miar albo z wzorcami odniesienia GUM. Procedury szacowania niepewności pomiaru powinny być zgodne z właściwymi normami (aktualnymi serii 14000) i z dokumentem EA-4/02.

W celu zapewnienia wiarygodności wzorców odniesienia, powinny być one wzorcowane regularnie w odpowiednio ustalonych odstępach czasu. Polityka i procedury ustalania i zmiany tych odstępów powinny być oparte o wieloletnią obserwację wzorców odniesienia. Każdorazowo należy uwzględniać wytyczne podane w obowiązujących normach.

W przypadku systemu zgłoszonego do akredytacji audytorzy PCA zawsze sprawdzają zdolność laboratorium do wykonywania wzorcowań wewnętrznych.

Zakupy analizatorów

Dokonując zakupów analizatorów należy pamiętać że powinny być one zgodne z metodami referencyjnymi, określonymi w dyrektywie CAFE. Od dnia 11 czerwca 2010 r., każdy nowy sprzęt nabyty w celu wykonania powyższej dyrektywy musi być zgodny z metodą referencyjną lub musi istnieć dla niego wykazanie równoważności z metodą referencyjną.

BIBLIOGRAFIA

- PN-EN 4211; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa chemiluminescencyjna metoda pomiaru stężenia monotlenku i ditlenku azotu.
- PN-EN 14212; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa fluorescencyjna metoda UV oznaczania stężenia ditlenku siarki.
- PN-EN 14625; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężenia ozonu z zastosowaniem fotometrii UV.
- PN-EN 14626; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda oznaczania stężenia tlenu węgla z zastosowaniem niedyspersyjnej spektroskopii w podczerwieni.
- PN-EN 14662; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężeń benzenu. Część nr 3; Automatyczne pobieranie za pomocą pompy próbek do analizy in situ metodą chromatografii gazowej.
- Norma PN-EN ISO/IEC 17025: 2005+Ap1:2007 – Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
- DA-01 - Opis systemu akredytacji.
- DA-05 - Polityka Polskiego Centrum Akredytacji dotycząca wykorzystywania badań biegłości/porównań międzylaboratoryjnych w procesach akredytacji i nadzoru laboratoriów.
- DA-06 - Polityka Polskiego Centrum Akredytacji dotycząca zapewnienia spójności pomiarowej.
- Dokument EA-4/02 - Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu.
- Dokument EA-4/16 - Wytyczne EA dotyczące wyrażania niepewności w badaniach ilościowych.
- Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurement Systems Volume II: Part 1 “Ambient Quality Monitoring Program Quality System Development”, EPA 1998 r.
- Rozporządzenie Ministra Środowiska z dnia 17 grudnia 2008 r. w sprawie dokonywania oceny poziomów substancji w powietrzu (Dz. U. z 2009 r. Nr 5, poz. 31).
- Dyrektywa Parlamentu Europejskiego i Rady 2008/50/WE z dnia 21 maja 2008 r. w sprawie jakości powietrza i czystsze powietrze dla Europy.
- Z. Kędziora, L. Turzański, K. Klejnowski: Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, Biblioteka Monitoringu Środowiska, Warszawa, 2010.
- Dokument N37 „Organizacja porównań międzylaboratoryjnych dla zanieczyszczeń gazowych dla laboratoriów referencyjnych oraz laboratoriów obszaru Światowej Organizacji Zdrowia”
- Instrukcja I-01/PB-04/LW „Programy i organizacja badań biegłości poprzez porównania międzylaboratoryjne”
- Instrukcja I-05/PB-04/LW „Ocena wyników badań biegłości przez porównania międzylaboratoryjne”

Załącznik

**Ramowe procedury i instrukcje systemu zarządzania wg normy PN-EN
ISO/IEC 17025: 2005+Ap1:2007 dla oceny jakości powietrza w sieciach
monitoringu jakości powietrza dla SO₂, NO_x, CO i O₃**

SPIS PROCEDUR I INSTRUKCJI

1. Procedura badawcza PB-01/PA „POMIARY STĘŻEŃ SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO i O₃ W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODAMI AUTOMATYCZNYMI”
2. Instrukcja I-01/PB-01/PA „GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH”
 - 2.1. Załącznik nr 1 „Karta weryfikacji danych pomiarowych”
3. Instrukcja I-02/PB-01/PA „OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA”
 - 3.1. Załącznik nr 1 „Dziennik stacji”
 - 3.2. Załącznik nr 2 „Dokumentacja podjętych działań korekcyjnych/ korygujących”
4. Instrukcja I-03/PB-01/PA „KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH”
 - 4.1. Załącznik nr 1 „Świadectwo sprawdzenia/ kalibracji analizatora SO₂”
 - 4.2. Załącznik nr 2 „Świadectwo sprawdzenia/ kalibracji analizatora CO”
 - 4.3. Załącznik nr 3 „Świadectwo sprawdzenia/ kalibracji analizatora NO_x”
 - 4.4. Załącznik nr 4 „Świadectwo sprawdzenia/ kalibracji analizatora O₃”
5. Instrukcja I-04/PB-01/PA „EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA”
 - 5.1. Załącznik nr 1 „Karta kontroli parametrów roboczych analizatora”
 - 5.2. Załącznik nr 2 „Karta czynności obsługowych analizatora”
 - 5.3. Załącznik nr 3 „Karta czynności obsługowych wzorców roboczych”
6. Instrukcja I-05/PB-01/PA „WALIDACJA METOD BADAWCZYCH AUTOMATYCZNYCH POMIARÓW ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA”
7. Instrukcja I-06/PB-01/PA „ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU”
 - 7.1. Załącznik nr 1 „Protokół kontroli stacji”
 - 7.2. Załącznik nr 2 „Karta kontroli analizatorów”
 - 7.3. Załącznik nr 3 „Karta kontroli wzorców roboczych stosowanych na stacji”
8. Instrukcja I-07/PB-01/PA „SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA”

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	PROCEDURA BADAWCZA		PB-01/PA
	POMIARY STĘŻEŃ SO ₂ , NO-NO ₂ -NO _x , CO i O ₃ W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODAMI AUTOMATYCZNYMI		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 1/6 Załącznik 0/0

POMIARY STĘŻEŃ SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO i O₃ W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODAMI AUTOMATYCZNYMI

Egzemplarz nr: 1		Data	Podpis
Opracował			
Sprawdził			
Zatwierdził			

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	PROCEDURA BADAWCZA	PB-01/PA	
	POMIARY STĘŻEŃ SO ₂ , NO-NO ₂ -NO _x , CO i O ₃ W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODAMI AUTOMATYCZNYMI	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 2/6	Załącznik 0/0

Spis treści

1. Cel procedury	3/6
2. Zakres stosowania metody	3/6
3. Osoby odpowiedzialne	3/6
4. Personel	3/6
5. Warunki lokalowe i środowiskowe	3/6
6. Metody badań i wzorcowań oraz ich walidacja	4/6
7. Wyposażenie	4/6
8. Spójność pomiarowa	5/6
9. Pobieranie próbek i postępowanie z obiektami do badań	5/6
10 Zapewnienie jakości wyników badania i wzorcowania	5/6
11. Przedstawienie wyników	6/6
12. Dokumenty związane	6/6

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	PROCEDURA BADAWCZA	PB-01/PA	
	POMIARY STĘŻEŃ SO ₂ , NO-NO ₂ -NO _x , CO i O ₃ W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODAMI AUTOMATYCZNYMI	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 3/6	Załącznik 0/0

1. Cel procedury

Celem procedury jest ustalenie prawidłowych zasad prowadzenia pomiarów stężeń SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, O₃ metodami automatycznymi.

2. Zakres stosowania metody

Niniejsza procedura stosowana jest w systemie monitoringu zanieczyszczeń powietrza do pomiarów stężeń SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, O₃ metodami automatycznymi. Pomiary realizuje się w stacjach monitoringu rozmieszczonych na terenie województwa.

3. Osoby odpowiedzialne

Za realizację niniejszej procedury odpowiedzialny jest Kierownik (*komórki organizacyjnej-Wydziału, Laboratorium, Pracowni*), natomiast w zakresie swoich obowiązków wszyscy pracownicy obsługujący system automatycznego monitoringu zanieczyszczeń powietrza.

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

4. Personel

Personel obsługujący system automatycznego monitoringu zanieczyszczeń powietrza stanowią pracownicy przeszkoleni w celu obsługi analizatorów gazowych, eksploatacji systemu pomiarów automatycznych, walidacji i weryfikacji danych uzyskanych z tego systemu.

W szczególnych przypadkach sprzęt pomiarowy mogą obsługiwać pracownicy Usługobiorcy specjalnie do tego celu przeszkoleni.

Pracownicy obsługujący system automatycznego monitoringu zanieczyszczeń powietrza posiadają stosowne upoważnienie do wykonywania badań.

5. Warunki lokalowe i środowiskowe

Pomiary automatyczne zanieczyszczeń powietrza dokonywane są w pomieszczeniach (kontenerach) specjalnie do tego przystosowanych. Każde z pomieszczeń/kontenerów, w których umieszczone są analizatory, wyposażone jest w system poboru prób, odpowiednie przyłącza elektryczne, rejestrator danych, urządzenia przesyłające dane do centralnej stacji zbierania danych i system klimatyzacji. Szczegóły dotyczące nadzorowania stacji zawiera Instrukcja I-02/PB-01/PA „Obsługa stacji automatycznego monitoringu powietrza”.

Wielkości mierzone przez analizatory są przekazywane do rejestratora danych, tam zapisywane w postaci wartości średnich, a następnie przesyłane do centralnej stacji zbierania danych, zlokalizowanej w siedzibie WIOŚ, gdzie magazynowane są, jako „dane surowe” na serwerze.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	PROCEDURA BADAWCZA		PB-01/PA
	POMIARY STĘŻEŃ SO ₂ , NO-NO ₂ -NO _x , CO i O ₃ W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODAMI AUTOMATYCZNYMI		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 4/6 Załącznik 0/0

6. Metody badań i wzorcowań oraz ich walidacja

W pomiarach stężeń zanieczyszczeń powietrza: dwutlenku siarki, tlenków azotu, tlenku węgla, ozonu, stosowane są referencyjne metody pomiarowe określone w stosownym akcie prawnym (*w chwili obecnej jest to rozporządzenie Ministra Środowiska z dnia 17 grudnia 2008 r. w sprawie dokonywania oceny poziomów substancji w powietrzu (Dz. U. z 2009 r. Nr 5, poz. 31)*).

Metodyki pomiarowe poszczególnych analizatorów, określone w powyżej przytoczonym rozporządzeniu, opisane są w następujących normach:

- **PN-EN 14211;** Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa chemiluminescencyjna metoda pomiaru stężenia monotlenku i ditlenku azotu;
- **PN-EN 14212;** Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa fluorescencyjna metoda UV oznaczania stężenia ditlenku siarki;
- **PN-EN 14625;** Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężenia ozonu z zastosowaniem fotometrii UV;
- **PN-EN 14626;** Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda oznaczania tlenku węgla z zastosowaniem niedyspersyjnej spektroskopii w podczerwieni.

Analizatory pomiarowe znajdują się w klimatyzowanych kontenerach pomiarowych, mierząc w sposób ciągły stężenia SO₂, NO, NO₂, NO_x, CO, O₃. Wzorcowanie analizatorów odbywa się nie rzadziej niż raz na 3 miesiące, natomiast sprawdzenie automatyczne (zwyczajowo nazywane zero-span) dokonywane jest co najmniej raz na dwa tygodnie (I-03/PB-01/PA "Kalibracja analizatorów gazowych"). Wyniki pomiarów z analizatorów są przysyłane do rejestratora znajdującego się na stacji, gdzie są uśredniane i wstępnie weryfikowane. Następnie dane są przysyłane do stacji centralnej, gdzie są dokładnie analizowane, weryfikowane i przechowywane zgodnie z Instrukcją I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”.

Elementami walidacji dla SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, O₃ są: zakres roboczy, liniowość, granica oznaczalności i niepewność pomiaru (I-05/PB-01/PA „Walidacja metod badawczych automatycznych pomiarów zanieczyszczeń powietrza”, I-07/PB-01/PA „Szacowanie niepewności w automatycznych pomiarach zanieczyszczeń powietrza”).

7. Wyposażenie

Wyposażenie systemu automatycznego monitoringu powietrza, dla zakładanego celu, stanowią analizatory do pomiaru stężeń: SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, O₃, jak również system zbierania, przysyłania, gromadzenia i weryfikowania danych.

Do wzorcowania/sprawdzania ww. analizatorów stosuje się system dynamicznego rozcieńczania gazów, często wyposażony w generator ozonu, wytwornicę powietrza zerowego, butle z gazami wzorcowymi nisko- i wysokostężonymi, rurki permeacyjne.

Jako wyposażenie pomocnicze wykorzystuje się: rurki, złączki, sprzęt komputerowy, filtry, manifoldy. Nadzór szczegółowy nad wyposażeniem pomiarowym i badawczym wykonywany jest zgodnie z Instrukcjami: I-02/PB-01/PA „Obsługa stacji automatycznego monitoringu powietrza”, I-03/PB-01/PA „Kalibracje analizatorów gazowych”, I-04/PB-01/PA „Eksplotacja urządzeń do pomiaru gazowych zanieczyszczeń powietrza”.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	PROCEDURA BADAWCZA		PB-01/PA
	POMIARY STĘŻEŃ SO ₂ , NO-NO ₂ -NO _x , CO i O ₃ W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODAMI AUTOMATYCZNYMI		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 5/6 Załącznik 0/0

8. Spójność pomiarowa

Spójność pomiarowa w sieci automatycznego monitoringu zanieczyszczeń powietrza jest zachowana przez wzorcowania w oparciu o wzorce wyższego rzędu powiązane z wzorcami krajowymi lub równorzędnymi.

9. Pobieranie próbek i postępowanie z obiektami do badań

Obiektem do badań jest otaczające stację pomiarową powietrze atmosferyczne. Wybór metodyki i sposób lokalizacji punktu pomiarowego określone zostały w stosownych aktach prawnych (*w chwili obecnej jest to rozporządzenie Ministra Środowiska z dnia 17 grudnia 2008 r. w sprawie dokonywania oceny poziomów substancji w powietrzu (Dz. U. z 2009 r. Nr 5, poz. 31)*). O rozmieszczeniu poszczególnych analizatorów w punktach pomiarowych decyduje program monitoringu powietrza opracowany dla województwa.

Pobór próbek w pomiarach automatycznych ma charakter ciągły i automatyczny. Zasysanie próbki odbywa się poprzez manifold wykonany z materiałów inertnych np: teflon®, szkło borowo-krzemowe, stal nierdzewna. Wlot manifoldu osłonięty jest przed wpływem warunków zewnętrznych i umiejscowiony od 1,5 do 4 m nad powierzchnią terenu (dla większej reprezentatywności w uzasadnionych wypadkach wyżej - maksymalnie 8 m). Na drugim końcu manifoldu znajduje się pompa lub wentylator, zasysający powietrze z otoczenia wlotu. Do poszczególnych analizatorów próbka powietrza dostarczana jest poprzez system rurek i filtr przeciwpyłowy, który ma za zadanie wychwytywanie cząstek stałych mogących spowodować zabrudzenie komór pomiarowych analizatorów.

Przepływ w manifoldzie powinien być tak dopasowany, by czas dotarcia próbki od wlotu przez manifold do analizatora nie przekraczał 5 sekund.

Cały system poboru próby jest obsługiwany i sprawdzany w stałych okresach czasowych, lub gdy wymaga tego sytuacja (np. po remontach stacji, w razie wątpliwości co do wyników itp.), zgodnie z instrukcjami I-02/PB-01/PA „Obsługa stacji automatycznego monitoringu powietrza”, I-04/PB-01/PA „Eksplotacja urządzeń do pomiaru gazowych zanieczyszczeń powietrza”.

10. Zapewnienie jakości wyników badania i wzorcowania

Zapewnienie jakości badań realizowane jest poprzez system odpowiednich sprawdzeń, wzorcowań, kontroli, porównań międzylaboratoryjnych oraz weryfikacje danych. Podstawowym kryterium zapewnienia jakości wyników badań jest przeprowadzanie regularnych wzorcowań i sprawdzeń automatycznych zero-span („span” jest odpowiednikiem polskiego słowa ‘zakres/punkt kalibracji’) w analizatorach zgodnie z instrukcją I-03/PB-01/PA „Kalibracje analizatorów gazowych”. Stosuje się archiwizowanie „danych surowych” w celu uniknięcia ich utraty lub zamiany. Dane te podlegają następnie weryfikacji zgodnie z Instrukcją I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych” i następnie jako „dane zweryfikowane” są gotowe do prezentacji/dalszego przetwarzania/przekazywania. Weryfikacja wstępna dokonywana jest każdego dnia roboczego na początku dnia pracy, natomiast weryfikacja właściwa przeprowadzana jest po zakończeniu każdego miesiąca i roku. Do weryfikacji właściwej używane są dodatkowo wszelkie zapisy wykonywane przez operatorów na stacjach, jak też przez osoby kontrolujące stacje.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	PROCEDURA BADAWCZA		PB-01/PA	
	POMIARY STĘŻEŃ SO ₂ , NO-NO ₂ -NO _x , CO i O ₃ W POWIETRZU ATMOSFERYCZNYM METODAMI AUTOMATYCZNYMI		Data: 7.06.2010	
			Wydanie II	
			Strona 6/6	Załącznik 0/0

Chcąc wyeliminować dodatkowe źródła błędów związanych z pracą operatora, każda stacja pomiarowa podlega procedurze kontroli wewnętrznej (I-06/PB-01/PA „Zapewnienie jakości badań w sieci monitoringu”).

11. Przedstawienie wyników

Wyniki zapisane jako zweryfikowane, wykorzystywane są do sporządzania raportów miesięcznych, rocznych, opracowań i wszelkich innych form, które są wymagane przez Klienta. Stężenia poszczególnych zanieczyszczeń gazowych podawane są w $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃) oraz w mg/m^3 dla CO i są odniesione do temperatury 293 K i ciśnienia 101,3 kPa. Dane zawierają również niezbędne dla Klienta informacje, w tym uzysk danych (procent ważnych danych) i oszacowaną niepewność. *Forma przedstawiania wyników np. w postaci „Raportu z badań” zgodna jest z formą wymaganą przez Klienta i obowiązującą w danym Laboratorium/ Wydziale.*

12. Dokumenty związane

- Instrukcja I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”.
- Instrukcja I-02/PB-01/PA „Obsługa stacji automatycznego monitoringu powietrza”.
- Instrukcja I-03/PB-01/PA „Kalibracje analizatorów gazowych”.
- Instrukcja I-04/PB-01/PA „Eksploracja urządzeń do pomiaru gazowych zanieczyszczeń powietrza”.
- Instrukcja I-05/PB-01/PA „Walidacja metod badawczych automatycznych pomiarów zanieczyszczeń powietrza”.
- Instrukcja I-06/PB-01/PA „Zapewnienie jakości badań w sieci monitoringu”.
- Instrukcja I-07/PB-01/PA „Szacowanie niepewności w automatycznych pomiarach zanieczyszczeń powietrza”.
- **PN-EN 14211**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa chemiluminescencyjna metoda pomiaru stężenia monotlenku i ditlenku azotu.
- **PN-EN 14212**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa fluorescencyjna metoda UV oznaczania stężenia ditlenku siarki.
- **PN-EN 14625**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężenia ozonu z zastosowaniem fotometrii UV.
- **PN-EN 14626**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda oznaczania tlenu węgla z zastosowaniem niedyspersyjnej spektroskopii w podczerwieni
- Dyrektywa Parlamentu Europejskiego i Rady 2008/50/WE z dnia 21 maja 2008 r. w sprawie jakości powietrza i czystszej powietrza dla Europy.
- Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, BMS, W-wa, 2010
- Przewodnik po istotnych elementach systemu zarządzania jakością w sieci monitoringu jakości powietrza, BMS, W-wa, 2010
- Wyrażanie niepewności pomiaru. Przewodnik. Główny Urząd Miar 1999.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-01/PB-01/PA	
	GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 1/7	Załącznik 0/1

GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-01/PB-01/PA
	GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 2/7 Załącznik 0/1

Spis treści

1. Cel instrukcji	3/7
2. Zakres stosowania	3/7
3. Osoby odpowiedzialne	3/7
4. Personel	3/7
5. Szczegółowe zasady postępowania	3/7
5.1. Proces zbierania danych	3/7
5.2. Weryfikacja danych	4/7
5.2.1. Wstępna weryfikacja danych	4/7
5.2.2. Właściwa weryfikacja danych	4/7
5.2.3. Weryfikacja danych pomiarowych poszczególnych zanieczyszczeń gazowych	5/7
5.2.4. Zasady wprowadzania zmian w danych pomiarowych	6/7
6. Wykaz załączników	7/7
7. Dokumenty związane	7/7

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-01/PB-01/PA	
	GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 3/7	Załącznik 0/1

1. Cel instrukcji

Celem instrukcji jest ustalenie trybu postępowania przy gromadzeniu i weryfikowaniu danych pomiarowych z sieci automatycznego monitoringu jakości powietrza atmosferycznego.

2. Zakres stosowania

Instrukcję stosuje się w trakcie procesu gromadzenia i weryfikacji wyników pomiarów stężeń dwutlenku siarki, tlenków azotu, tlenku węgla i ozonu, oznaczanych w powietrzu atmosferycznym w stacjach sieci automatycznego monitoringu jakości powietrza.

3. Osoby odpowiedzialne

Instrukcja obowiązuje osoby obsługujące sieć automatycznego monitoringu jakości powietrza atmosferycznego, a w szczególności osoby wykonujące rutynowo weryfikacje danych ze stacji. Za nadzór nad realizacją niniejszej procedury odpowiada Kierownik (*komórki organizacyjnej*).

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

4. Personel

W zbieraniu i dokumentowaniu danych biorą udział operatorzy stacji, weryfikacja wykonywana jest przez upoważniony personel obsługi sieci pomiarowej.

5. Szczegółowe zasady postępowania

5.1. Proces zbierania danych

System zbierania danych składa się z: rejestratora danych znajdującego się w każdej stacji, urządzeń przesyłających dane pomiarowe oraz informacje o pracy analizatorów do centralnej stacji zbierania danych (serwerów baz danych).

W centralnej stacji zbierania danych odbywa się weryfikacja i archiwizacja danych. Rejestratory danych zapisują wielkości mierzone przez urządzenia pomiarowe stacji z zaprogramowaną częstotliwością - zwykle co 10 s. Z tak uzyskanych wartości wyliczane są średnie wartości 15, 30, 60 minutowe (w zależności od potrzeb). Dodatkowo rejestrator danych może rejestrować także takie informacje jak: temperatura w kontenerze, tryb pracy analizatorów (kalibracja/pomiar/wyłączony), itp. Rejestrator danych utworzy wartość średnią, gdy zgromadzi przynajmniej 75 % wartości chwilowych (10 sekundowych) dla danego okresu uśredniania.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-01/PB-01/PA	
	GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 4/7	Załącznik 0/1

5.2. Weryfikacja danych

5.2.1. Wstępna weryfikacja danych

Podczas wstępnej weryfikacji danych wykonywanej codziennie (może to być proces zautomatyzowany) sprawdza się statusy danych pomiarowych, występowanie braków danych, wyniki kontroli zera i spanu (sprawdzenia automatyczne zero-span), analizuje się wartości stężeń pod kątem występowania wartości ujemnych, nieprawdopodobnie niskich lub wysokich, braku zmienności itp. Pojawienie się któregoś z wyżej wymienionych zdarzeń może być objawem awarii układu pomiarowego i jest zgłaszane operatorowi stacji w celu podjęcia odpowiednich działań. W razie konieczności wprowadza się niezbędne (krótkoterminowe) poprawki do danych (np. unieważnia się dane z uszkodzonych analizatorów itp.), co potwierdza się odpowiednim wpisem.

5.2.2. Właściwa weryfikacja danych

Podczas właściwej weryfikacji danych, wykonywanej zwykle w określonym czasie po upływie każdego miesiąca, należy w pierwszej kolejności sprawdzić, czy aparatura stacji w analizowanym okresie funkcjonowała prawidłowo, biorąc pod uwagę udokumentowane wyniki kontroli parametrów roboczych analizatorów, karty kontroli analizatorów, wykonywanych czynności obsługowych, ewentualne alarmy sygnalizowane przez urządzenia pomiarowe, wyniki okresowych kontroli zero-span i/lub kalibracji.

Po pozytywnej, mającej charakter techniczny weryfikacji powyższych informacji należy:

- Przeanalizować zbiór danych pod kątem występowania nieprawdopodobnych wartości stężeń (duże wartości ujemne, stężenia zbyt niskie lub zbyt wysokie, wartości poza zakresem pomiarowym urządzeń) i spróbować ustalić ich przyczynę oraz możliwości korekcji w oparciu o wyniki kontroli i wzorcowań. W zależności od wielkości wartości minimalnych można je zastąpić przez wartości połowy granicy oznaczalności poszczególnych przyrządów, albo odrzucić jako błędne.
- Przeanalizować zbiór danych pod kątem prawdopodobieństwa występującej zmienności stężeń (szczególnie nagłych zmian i wartości stężeń lub minimalnej zmienności przebiegów).
- Wykonać analizę zależności wyników pomiarów stężeń zanieczyszczeń od zmienności warunków meteorologicznych (np. występowanie inwersji) zarejestrowanych w rejonie stacji; ocenić, czy występujące w analizowanym zbiorze danych wartości stężeń są typowe dla danego typu stacji i pory roku (lato-zima, sezon grzewczy itp.).
- Wykonać analizę porównawczą wyników z analizowanej stacji z wynikami z innych stacji pod kątem zgodności oraz występowania różnic w stężeniach między różnymi stacjami oraz sprawdzić, czy charakterystyczne cechy zróżnicowania wartości stężeń zanieczyszczeń między stacjami nie zmieniają się z upływem czasu. Jeżeli w analizowanej serii pomiarowej obserwuje się np. wartość maksymalną znacząco przewyższającą wartości maksymalne w pozostałych stacjach, należy sprawdzić zapisy archiwalne. Jeżeli różnica pojawiła się niedawno (np. po ostatniej kalibracji) zachodzi podejrzenie wystąpienia awarii urządzenia.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-01/PB-01/PA	
	GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 5/7	Załącznik 0/1

Sprawdzić dokumentację procedury wyboru miejsca stacji pod kątem zaistnienia zmian w otoczeniu mogących wpływać na wyniki pomiaru i promień reprezentatywności pomiarów z danej stacji.

5.2.3. Weryfikacja danych pomiarowych poszczególnych zanieczyszczeń gazowych

Weryfikacja danych pomiarowych dotyczących poszczególnych zanieczyszczeń powietrza wymaga wzięcia pod uwagę specyficznych właściwości każdego z zanieczyszczeń. Poniżej zamieszczono listę zagadnień, które należy brać pod uwagę przy analizie poszczególnych zanieczyszczeń (niezależnie od analizy przeprowadzonej powyżej).

5.2.3.1. Dwutlenek siarki

- Należy porównać wyniki pomiarów z najbliższej znajdującej się stacji.
- Porównać ze zmianami stężeń tlenu azotu w przypadku podejrzenia obecności w rejonie stacji smugi zanieczyszczeń gazowych pochodzenia przemysłowego.
- Przeanalizować prędkość i kierunek wiatru w celu powiązania podwyższonego poziomu stężeń ze stacjonarnymi źródłami emisji dwutlenku siarki lub w celu identyfikacji napływu zanieczyszczonych mas powietrza z innych obszarów.

5.2.3.2. Ozon

- Ponieważ w zależności od typu stacji (miejska, wiejska, tła regionalnego, górską) obserwuje się charakterystyczne rodzaje przebiegów zmian stężeń ozonu, należy porównać analizowane przebiegi (wartości maksymalne, minimalne średnie dobowe) z przebiegami najbliższych stacji tego samego typu.
- Należy sprawdzić korelację wskazań z takimi parametrami meteorologicznymi jak: nasłonecznienie i temperatura maksymalna. Wartości maksymalne, odbiegające od typowych, mogą być wyjaśnione występowaniem wyższych temperatur i nasłonecznienia w rejonie poszczególnych stacji.
- Należy sprawdzić, czy występuje korelacja odwrotna pomiędzy stężeniami ozonu, a stężeniami tlenu azotu.
- Należy przeprowadzić analizę prędkości i kierunku wiatru pod kątem możliwości transportu mas powietrza o podwyższonych stężeniach. (Jeśli to możliwe porównać stężenia na stacjach znajdujących się na kierunku ruchu mas powietrza).

5.2.3.3. Tlenek azotu

- W przypadku pomiaru stężeń tlenków azotu metodą chemiluminescencji należy przeprowadzać analizę najpierw dla tlenu azotu (ze względu na technikę pomiaru).

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-01/PB-01/PA	
	GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 6/7	Załącznik 0/1

Należy sprawdzić, czy występuje korelacja odwrotna ze stężeniami ozonu.

- W przypadku stacji komunikacyjnych lub usytuowanych w pobliżu dróg komunikacji samochodowej należy sprawdzić, czy występuje korelacja ze stężeniami tlenu węgla.
- Ze względu na dużą dynamikę zmian czasowo-przestrzennych tlenu azotu (zanieczyszczenie pierwotne bardzo reaktywne chemicznie), trudno jest porównywać wartości maksymalne z poszczególnych stacji. Dlatego też dla każdej stacji indywidualnie należy wykonać ocenę wartości maksymalnych, opierając się na danych archiwalnych dla każdej stacji z osobna.

5.2.3.4. Dwutlenek azotu

- Dynamika zmian czasowo-przestrzennych dwutlenku azotu (zanieczyszczenie wtórne) jest znacznie mniejsza niż w przypadku tlenu azotu. Dlatego można przeprowadzać porównania z wartościami występującymi na sąsiednich stacjach tego samego typu.
- W dużych aglomeracjach średnie stężenie dwutlenku azotu jest wyższe od średniego stężenia mierzonego na stacjach tła regionalnego. Jednakże w okresach epizodów silnego zanieczyszczenia dwutlenkiem azotu również na stacjach tła obserwuje się poziomy stężenie dwutlenku azotu zbliżone do poziomów stężeń mierzonych w pobliżu źródeł emisji.

5.2.3.5. Tlenek węgla

- Należy porównać stężenia tlenu węgla ze stężeniami z innych stacji tego samego typu.
- Należy sprawdzić korelację ze stężeniami tlenu azotu (dla stacji komunikacyjnych lub zlokalizowanych w pobliżu dróg komunikacji samochodowej) i dwutlenku azotu (dla stacji wiejskich, tła).
- W miarę możliwości sprawdzić korelację z wynikami pomiarów natężenia ruchu samochodowego w rejonie stacji.

5.2.4. Zasady wprowadzania zmian w danych pomiarowych

Jeżeli odchylenia od wzorców, stwierdzone w wyniku kalibracji analizatorów są mniejsze od 5 % to należy wykonać adjustację ale nie wprowadzać korekty do danych. Jeżeli odchylenia od wzorców, stwierdzone w wyniku kalibracji przekraczają wartość 5 %, ale są mniejsze niż 10 %, to można wykonać odpowiednią korektę danych. Zakładając liniowy charakter zmian, dane pomiarowe można skorygować w oparciu o współczynniki regresji liniowej wyznaczonej na podstawie wyników kontroli zero-span lub kalibracji wykonywanych w trakcie analizowanego okresu. Odchylenia od wzorca zarejestrowane w okresie między kalibracjami większe niż 10 % świadczą z reguły o niesprawności analizatora (przy zachowaniu właściwej jego eksploatacji). W takim przypadku dane pomiarowe należy uznać za nieważne do czasu wyjaśnienia przyczyny niesprawności. W zależności od rodzaju stwierdzonego problemu (awarii), w uzasadnionych przypadkach popartych właściwymi dowodami można pozytywnie zweryfikować dane, których

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-01/PB-01/PA	
	GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 7/7	Załącznik 0/1

odchylenie jest większe niż 10 %, lecz muszą istnieć jednoznaczne dowody na podstawie których taka weryfikacja może być wykonana. Zaleca się, żeby ocenę taką wykonywała osoba z dużym doświadczeniem związanym z weryfikacją danych z sieci monitoringu powietrza. Należy również ocenić, jaki wpływ na dane (również w dłuższym horyzoncie czasowym) miały stwierdzone problemy (awarie).

Wyniki weryfikacji razem z informacją o ewentualnych korektach danych zapisywane są w „Karcie weryfikacji danych pomiarowych” (Załącznik 1 do niniejszej instrukcji). W przypadku dysponowania programem/systemem informatycznym stosowne karty/dokumenty mogą być przez niego zastępowane, a zapisy mogą być prowadzone elektronicznie.

Szczegółowe informacje dotyczące weryfikacji danych pomiarowych ze stacji monitoringu powietrza zawarte są w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.

6. Wykaz załączników

- Załącznik nr 1 – Karta weryfikacji danych pomiarowych.

7. Dokumenty związane

- Procedura badawcza PB-01/PA „Pomiary stężeń SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO i O₃ w powietrzu atmosferycznym metodami automatycznymi”.
- Instrukcja I-02/PB-01/PA „Obsługa stacji automatycznego monitoringu powietrza”.
- Instrukcja I-03/PB-01/PA „Kalibracje analizatorów gazowych”.
- Instrukcja I-04/PB-01/PA „Eksploatacja urządzeń do pomiaru gazowych zanieczyszczeń powietrza”.
- Instrukcja I-05/PB-01/PA „Walidacja metod badawczych automatycznych pomiarów zanieczyszczeń powietrza”.
- Instrukcja I-07/PB-01/PA „Szacowanie niepewności w automatycznych pomiarach zanieczyszczeń powietrza”.
- Rozporządzenie Ministra Środowiska z dnia 17 grudnia 2008 r. w sprawie dokonywania oceny poziomów substancji w powietrzu (Dz. U. z 2009 r. Nr 5, poz. 31).
- Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, BMS, W-wa, 2010
- Przewodnik po istotnych elementach systemu zarządzania jakością w sieci monitoringu jakości powietrza, BMS, W-wa, 2010

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-01/PB-01/PA
	GROMADZENIE I WERYFIKACJA DANYCH POMIAROWYCH		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona : 1/1 Załącznik 1/1

Karta weryfikacji danych pomiarowych

(dla każdego rodzaju zanieczyszczenia należy wypełnić oddzielną Kartę weryfikacji danych pomiarowych)

Data weryfikacji	Weryfikowany okres	Numer (nazwa) stacji	Zanieczyszczenie	Weryfikujący

Okres		Wynik weryfikacji wstępnej (OK/NEG)	Wynik weryfikacji właściwej (OK/NEG)	Współczynniki korekcyjne na podstawie wyników kontroli zero-span i kalibracji		Wynik - weryfikacja pozytywna (OK) lub powód weryfikacji negatywnej	Uwagi
od	do			Offset (B)	Wzmocnienie (A)		

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-02/PB-01/PA	
	OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 1/5	Załącznik 0/2

OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA

Egzemplarz nr: 1		Data	Podpis
Opracował			
Sprawdził			
Zatwierdził			

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-02/PB-01/PA	
	OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 2/5	Załącznik 0/2

Spis treści

1. Cel instrukcji	3/5
2. Zakres stosowania	3/5
3. Osoby odpowiedzialne	3/5
4. Personel	3/5
5. Szczegółowe zasady postępowania	3/5
5.1. Sprawdzenie toru poboru próby	3/5
5.2. Sprawdzenie układu stabilizacji temperatury	4/5
5.3. Sprawdzenie systemu zbierania danych	4/5
5.4. Sprawdzenie głównych instalacji kontenera	5/5
5.5. Sprawdzenie stanu kontenera i otoczenia	5/5
6. Wykaz załączników	5/5
7. Dokumenty związane	5/5

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-02/PB-01/PA	
	OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 3/5	Załącznik 0/2

1. Cel instrukcji

Celem instrukcji jest ustalenie trybu profilaktycznej obsługi wyposażenia i uzbrojenia technicznego stacji automatycznego monitoringu jakości powietrza oraz podanie sposobu postępowania w przypadku zauważenia usterek lub uszkodzeń.

2. Zakres stosowania

Niniejszą instrukcję stosuje się w stacjach sieci automatycznego monitoringu jakości powietrza atmosferycznego.

3. Osoby odpowiedzialne

Za realizację niniejszej instrukcji odpowiedzialny jest Kierownik (*komórki organizacyjnej*), natomiast w zakresie swoich obowiązków, wszyscy pracownicy wykonujący obsługę urządzeń do automatycznych pomiarów zanieczyszczeń powietrza.

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

4. Personel

Czynności wynikające ze stosowania niniejszej instrukcji wykonywane są przez operatora stacji i/lub upoważnione osoby posiadające odpowiednie uprawnienia.

5. Szczegółowe zasady postępowania

Obsługa bieżąca (rutynowa), ma na celu zapewnienie wymaganych optymalnych warunków dla prawidłowego przebiegu procesu pomiarowego.

Bieżące zapisy prowadzone są w dzienniku stacji (załącznik 1). Dzienniki stacji podlegają archiwizowaniu.

W przypadku konieczności podjęcia działań korygujących należy sporządzić dokumentację zdarzenia (załącznik 2).

W przypadku dysponowania programem/systemem informatycznym stosowne załączniki/ dokumenty mogą być zastąpione zapisami prowadzonymi elektronicznie.

5.1. Sprawdzenie toru poboru próby

Kontrola toru poboru próby obejmuje wizualne sprawdzenie czystości manifoldu i przewodów doprowadzających próbkę do analizatorów, sprawdzenie wentylatora i pompy, każdorazowo przy wizycie operatora w stacji.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-02/PB-01/PA	
	OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 4/5	Załącznik 0/2

Działania podejmowane przez operatora, w przypadku stwierdzenia niezadawalającego stanu toru poboru próby lub zgodnie z opracowanym harmonogramem:

- okresowe czyszczenie manifoldu, głowic,
- sprawdzenie/wymiana wentylatora,
- okresowa wymiana/czyszczenie przewodów teflonowych.

Jeżeli stosowne działanie jest podejmowane, sporządzane są z tego odpowiednie zapisy zatwierdzone przez odpowiedzialne osoby.

Częstotliwość powyższych działań musi zostać określona indywidualnie na podstawie doświadczeń eksploatacji przy uwzględnieniu specyfiki danej stacji np. otoczenia stacji - stacja komunikacyjna będzie wymagała czyszczenia manifoldu zdecydowanie częściej niż stacja tłowa.

5.2. Sprawdzenie układu stabilizacji temperatury

Każdorazowo podczas wizyty operatora w stacji sprawdzana jest temperatura wewnątrz kontenera stacji.

Minimum raz w roku wykonuje się obsługę serwisową/sprawdzenie klimatyzatora (szczególnie przed sezonem letnim) i grzejnika (przed sezonem zimowym).

Działanie należy podjąć w przypadku wystąpienia w stacji temperatury poza zakresem (mniejszej niż 17°C lub większej niż 25°C). Podejmowane są stosowne działania (np. obejmujące naprawę lub wymianę klimatyzatora/grzejnika), sporządzane są odpowiednie zapisy, zatwierdzone przez odpowiedzialne osoby. W przypadku wystąpienia temperatury wykraczającej poza ustalony zakres należy zanotować to jako działanie niezgodne z wymaganiami.

Można dobrać inny zakres akceptowalnych temperatur, ale zawsze należy pamiętać, aby określić niepewność pomiaru w zmienionych warunkach.

5.3. Sprawdzenie systemu zbierania danych

Każdorazowo po instalacji/naprawie analizatora lub rejestratora danych należy porównać wskazania analizatora z wartościami zapisywanymi przez rejestrator danych. Należy również przeprowadzić próbę zdalnego połączenia stacji monitoringu z centralną stacją zbierania danych.

Minimum raz w roku konieczne jest wykonanie przeglądu/sprawdzeń wejść/wyjść analogowych (jeśli występują).

W razie stwierdzenia braku łączności lub nieprawidłowości w rejestracji danych należy niezwłocznie podjąć działania eliminujące problem np. wymiana modemu, naprawa (wymiana) rejestratora danych lub jego elementów, reinstalacja oprogramowania. W wypadku niedopasowania wskazań analizatora z rejestratorem danych należy skorygować wskazania zgodnie z instrukcją obsługi analizatora lub rejestratora danych. Wszystkie podjęte działania muszą być udokumentowane w postaci stosownych zapisów i w razie potrzeby wykorzystane podczas weryfikacji serii pomiarowych.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-02/PB-01/PA	
	OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 5/5	Załącznik 0/2

5.4. Sprawdzenie głównych instalacji kontenera

Podczas każdej wizyty obowiązuje kontrola głównych instalacji znajdujących się w stacji. Operator zobowiązany jest sprawdzić i zapisać stan gazu kalibracyjnego w butli (jeśli występuje w stacji) i w razie zaobserwowania znacznego ubytku gazu sprawdzić cały tor kalibracyjny, zidentyfikować i usunąć nieszczelność (lub zgłosić problem w celu naprawy uszkodzenia przez serwis naprawczy).

Instalację elektryczną rutynowo sprawdza się minimum raz w roku. Obejmuje ona przegląd stanu bezpieczników i przewodów. W przypadku permanentnych wyłączeń prądu działania korygujące wymagają diagnozy (czasami konieczność rejestracji napięcia) i usunięcia uszkodzenia.

Jeśli stacja wyposażona jest w instalację antywłamaniową jest ona każdorazowo sprawdzana i w razie zaobserwowania uszkodzeń podejmowane są kroki mające na celu usunięcie usterki.

5.5. Sprawdzenie stanu kontenera i otoczenia

Podczas każdej wizyty w stacji operator sprawdza stan kontenera, jak również bezpośrednie otoczenie stacji. W wypadku zaobserwowania zjawisk mogących mieć wpływ na wynik pomiaru (np. ogniska palone w pobliżu stacji, roboty drogowe itp.) operator stacji opisuje zaobserwowane zdarzenie z podaniem dokładnej godziny jego wystąpienia.

Podczas każdej wizyty w stacji wykonywana jest ocena wizualna szczelności kontenera.

W przypadku stwierdzenia nieszczelności kontenera (zacieki na ścianach zagrażające bezpośrednio urządzeniom) należy w trybie natychmiastowym podjąć stosowne działanie i usunąć problem przy uwzględnieniu zasad BHP.

Bieżącej ocenie podlegają kompresory. W rutynowej obsłudze należy usuwać wodę z układu, a w przypadku zaobserwowania nieprawidłowości (np. zbyt szybkiego i nadmiernego gromadzenie się wilgoci) należy podjąć stosowną akcję korekcyjną (np. obejmującą naprawę zaworów), sporządzić odpowiednie zapisy.

6. Wykaz załączników

- Załącznik nr 1 – Dziennik stacji
- Załącznik nr 2 – Dokumentacja podjętych działań korekcyjnych/ korygujących

7. Dokumenty związane

- Instrukcja I-04/PB-01/PA „Eksploatacja urządzeń do pomiaru gazowych zanieczyszczeń powietrza”.
- Instrukcje obsługi poszczególnych analizatorów i urządzeń pomocniczych.
- Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, BMŚ, W-wa, 2010

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-02/PB-01/PA
	OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA		Data: 7.06.2010
			Wydanie: II
			Strona 1/2 Załącznik 1/2

DZIENNIK STACJI

lokalizacja

Stacja oddana do użytku

OPERATOR: imię i nazwisko
telefon

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-02/PB-01/PA
	OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA		Data: 7.06.2010
			Wydanie: II
			Strona 2/2 Załącznik 1/2

Rutynowa obsługa stacji - nazwa stacji, miesiąc

Data	Wizyty	Sprawdzenie systemu zbierania danych	Wymiana filtrów	Czyszczenie wlotów, kratek itp.	Sprawdzenie manifolderu	Inne	Uwagi	Podpis operatora, wizytującego

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-02/PB-01/PA	
	OBSŁUGA STACJI AUTOMATYCZNEGO MONITORINGU POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie: II	
		Strona 1/1	Załącznik 2/2

Dokumentacja podjętych działań korekcyjnych/ korygujących

Data	Urządzenie lub system poddane działaniu naprawczemu	Rodzaj działania lub przyczyna braku działania	Podpis wykonawcy	Podpis operatora

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-03/PB-01/PA	
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 1/6	Załącznik 0/4

KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH

Egzemplarz nr: 1		Data	Podpis
Opracował			
Sprawdził			
Zatwierdził			

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-03/PB-01/PA
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 2/6 Załącznik 0/4

Spis treści

1. Cel instrukcji	3/6
2. Zakres stosowania	3/6
3. Osoby odpowiedzialne	3/6
4. Personel	3/6
5. Wyposażenie	3/6
6. Szczegółowe zasady postępowania	3/6
6.1. Informacje ogólne	3/6
6.2. Kalibracja analizatorów gazowych	4/6
6.3. Kryteria kalibracji	5/6
7. Wykaz załączników	5/6
8. Dokumenty związane	6/6

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-03/PB-01/PA	
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 3/6	Załącznik 0/4

1. Cel instrukcji

Celem instrukcji jest ustalenie zasad prawidłowej kalibracji analizatorów stężeń SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, O₃ wykorzystywanych w pomiarach jakości powietrza metodami automatycznymi.

2. Zakres stosowania

Niniejsza instrukcja stosowana jest w sieci automatycznego monitoringu jakości powietrza.

3. Osoby odpowiedzialne

Za realizację niniejszej instrukcji odpowiedzialny jest Kierownik (*komórki organizacyjnej*), natomiast w zakresie swoich obowiązków, wszyscy pracownicy wykonujący kalibrację urządzeń do automatycznych pomiarów zanieczyszczeń powietrza.

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

4. Personel

Kalibrację urządzeń wykorzystywanych w automatycznym monitoringu powietrza wykonują pracownicy w tym celu przeszkoleni.

5. Wyposażenie

W procesie kalibracji analizatorów gazowych w sieci automatycznego monitoringu jakości powietrza wykorzystuje się dodatkowe urządzenia:

- kalibrator dynamicznego rozcieńczania;
- dedykowany kalibrator analizatorów ozonu lub kalibrator dynamicznego rozcieńczania z fotometrem umożliwiającym kalibrację analizatorów ozonu;
- wytwornicę powietrza zerowego;
- butle z gazami wzorcowymi;
- przepływomierze.

Materiały pomocnicze takie jak: rurki, złączki, filtry.

6. Szczegółowe zasady postępowania

6.1. Informacje ogólne

W pomiarach automatycznego monitoringu zanieczyszczeń powietrza konieczne jest zachowanie ciągłości i spójności pomiarowej. Realizowane jest to między innymi poprzez systematyczną kalibrację analizatorów i ich sprawdzanie.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-03/PB-01/PA
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 4/6 Załącznik 0/4

Wszystkie kalibracje wykonywane są tylko przy użyciu wzorców/materiałów odniesienia posiadających udokumentowaną spójność pomiarową w stosunku do wzorców wyższego rzędu.

Zgodnie z wytycznymi norm przywołanych w punkcie 8, kalibracja dwupunktowa tj. zero i 80 % zakresu pomiarowego analizatorów SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, O₃ odbywa się nie rzadziej niż raz na 3 miesiące. Zaleca się, gdy jest to możliwe, by kalibrować analizatory raz na miesiąc, a koniecznie w przypadku zaobserwowania zwiększonej niestabilności analizatora, po każdej dłuższej przerwie w funkcjonowaniu i po każdej naprawie oraz przeglądach okresowych (np. czyszczenie komory reakcyjnej itp.). Ustala się dla celów zapewnienia jakości danych, wykonywanie, co pewien ustalony interwał czasowy (nie rzadziej niż raz na dwa tygodnie, a najlepiej co 23 lub 25 godzin), automatycznego sprawdzenia zero-span.

Kalibracja może odbywać się przy użyciu zapewniających spójność pomiarową mieszanin gazowych (wysoko- lub niskostężonych) dla analizatorów SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, a także przy użyciu kalibratora ozonu, ewentualnie generatora ozonu z wzorcowanym fotometrem dla analizatora O₃. Niepewność wzorca musi być tak dobrana, aby całkowita niepewność rozszerzona pomiaru (dla k=2 i prawdopodobieństwa 95%) nie była większa niż 15 %. W celu sprawdzenia liniowości analizatora (potocznie: kalibracji wielopunktowej) przygotowuje się, z wykorzystaniem wysokostężonych certyfikowanych mieszanin gazów oraz układów dynamicznego rozcieńczania, szereg wzorców. Stężenia wytwarzanych wzorców powinny odpowiadać 95%, 40%, 0%, 60%, 20% zakresu pomiarowego analizatorów, przy czym podstawowe stężenia dla których wykonuje się kalibrację wynoszą 0% i 80% zakresu pomiarowego analizatorów. Pozostałe stężenia służą do określenia liniowości analizatora wg procedury opisanej w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”. Takie sprawdzenia wielopunktowe wykonuje się minimum raz na rok (lub częściej szczególnie po poważnych awariach, w razie wątpliwości co do uzyskiwanych wyników).

Kalibracja przy użyciu gazów o niskim stężeniu przebiega przez podawanie gazu kalibracyjnego bezpośrednio do analizatora (bez rozcieńczania).

Kalibracja analizatora ozonu przebiega przy użyciu kalibratora ozonu, kalibratora dynamicznego rozcieńczania z generatorem ozonu i wzorcowanym fotometrem lub ewentualnie analizatora ze zintegrowanym systemem wytwarzania ozonu z wbudowanym, wzorcowanym fotometrem.

Wyniki otrzymywane z kalibracji analizatorów zapisuje się w kartach kalibracji (zał. 1-4). Czas potrzebny do przeprowadzenia kalibracji lub sprawdzenia kalibracyjnego nie jest wliczany do obliczania kompletności danych (I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”). Dane rejestrowane w czasie wykonywania kalibracji i sprawdzania powinny być jednoznacznie oznaczone jako ‘dane kalibracyjne’ i nie mogą być uwzględniane przy obliczaniu średnich długookresowych.

6.2. Kalibracja analizatorów gazowych

Wykonując kalibrację analizatorów gazowych należy postępować zgodnie ze szczegółowymi zasadami podanymi w „Przewodniku technicznej eksploatacji automatycznej stacji monitoringu jakości powietrza”, rozdział 1.1.2 „Sprawdzanie zakresu i kalibracja analizatorów”. Przed

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-03/PB-01/PA
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 5/6 Załącznik 0/4

przystąpieniem do kalibracji, jak i w jej trakcie, zapisujemy w świadectwie sprawdzenia / kalibracji analizatora (załącznik 1-4) wszelkie niezbędne współczynniki, parametry, otrzymane i ustawione wartości analizatora. Kryteria kalibracji (podejmowanych działań w zależności od otrzymanych rezultatów kalibracji) znajdują się w pkt 6.3.

6.3. Kryteria kalibracji

Kryteria kalibracji i automatycznych sprawdzeń kalibracyjnych zostały zawarte w tabeli 1 i 2. Kryteria te są podstawą do wykonywania weryfikacji danych wg instrukcji I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”.

Tab. 1. Kryteria dla automatycznego sprawdzenia zero-span - dopuszczalne odchylenia od wartości oczekiwanej bez podejmowania działań.

Parametr	SO ₂	NO-NO ₂ -NO _x	CO	O ₃
Dryft zera	+/- 5 nmol/mol	+/- 5 nmol/mol	+/- 0,3 µmol/mol	+/- 5 nmol/mol
Dryft zakresu	+/- 5%	+/- 5%	+/- 5%	+/- 5%

Tab. 2. Kryteria dla procesu kalibracji – dopuszczalne odchylenia od wartości oczekiwanej bez podejmowania działań.

Parametr	SO ₂	NO-NO ₂ -N O _x	CO	O ₃
Dryft zera	+/- 2 nmol/mol	+/- 2 nmol/mol	+/- 0,3 µmol/mol	+/- 2 nmol/mol
Dryft zakresu	+/- 1%	+/- 1%	+/- 1%	+/- 1%

W przypadku przekroczenia wartości dopuszczalnych przedstawionych w tabelach 1 i 2 należy podjąć działania zgodnie z instrukcją I-04/PB 01/PA „Eksplotacja urządzeń do pomiaru gazowych zanieczyszczeń powietrza”.

W przypadku podjęcia działań naprawczych przez uprawniony personel, zawsze należy ocenić jaki wpływ na dane (również w dłuższym horyzoncie czasowym) miały stwierdzone problemy, które były przyczyną podjęcia takich działań. Zaleca się, żeby taką ocenę wykonywała osoba z dużym doświadczeniem związanym z weryfikacją danych z sieci monitoringu powietrza.

7. Wykaz załączników

- Załącznik nr 1 - Świadectwo sprawdzenia analizatora SO₂.
- Załącznik nr 2 - Świadectwo sprawdzenia analizatora CO.
- Załącznik nr 3 - Świadectwo sprawdzenia analizatora NO-NO₂-NO_x.
- Załącznik nr 4 - Świadectwo sprawdzenia analizatora O₃.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-03/PB-01/PA	
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 6/6	Załącznik 0/4

8. Dokumenty związane

- Instrukcja I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”.
- Instrukcja I-04/PB 01/PA „Eksploatacja urządzeń do pomiaru gazowych zanieczyszczeń powietrza”.
- Instrukcje obsługi analizatorów SO₂.
- Instrukcje obsługi analizatorów CO.
- Instrukcje obsługi analizatorów NO-NO₂-NO_x.
- Instrukcje obsługi analizatorów O₃.
- Instrukcje obsługi kalibratorów.
- Instrukcje obsługi wytwornicy powietrza zerowego.
- Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, BMŚ, W-wa, 2010
- PN-EN 14211; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa chemiluminescencyjna metoda pomiaru stężenia monotlenku i ditlenku azotu.
- PN-EN 14212; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa fluorescencyjna metoda UV oznaczania stężenia ditlenku siarki.
- PN-EN 14625; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężenia ozonu z zastosowaniem fotometrii UV.
- PN-EN 14626; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda oznaczania tlenu węgla z zastosowaniem niedyspersyjnej spektroskopii w podczerwieni.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-03/PB-01/PA	
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH		Data: 7.06.2010	
			Wydanie II	
			Strona 1/1	Załącznik 1/4

ŚWIADECTWO SPRAWDZENIA/KALIBRACJI ANALIZATORA SO₂

Lokalizacja:		Operator:	
Nr miernika:		Zakres:	
Data:		Godzina:	
Temperatura:		Ciśnienie:	

Stężenia				
	Wartość oczekiwana	Niedopasowanie	Dopasowanie	Błąd względny
Zero				
Zakres - 80%				
Zakres - 95%				
Zakres - 60%				
Zakres - 20%				

Stężenie SO ₂ w butli:		Przepływ gazu wzorcowego:	
-----------------------------------	--	---------------------------	--

Parametry analizatora:

Przed kalibracją					
Po kalibracji					

Uwagi:.....

.....

Podpis:

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-03/PB-01/PA	
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 1/1	Załącznik 2/4

ŚWIADECTWO SPRAWDZENIA/KALIBRACJI ANALIZATORA CO

Lokalizacja:		Operator:	
Nr miernika:		Zakres:	
Data:		Godzina:	
Temperatura:		Ciśnienie:	

Stężenia				
	Wartość oczekiwana	Niedopasowanie	Dopasowanie	Błąd względny
Zero				
Zakres - 80%				
Zakres - 95%				
Zakres - 60%				
Zakres - 20%				

Stężenie CO w butli:		Przepływ gazu wzorcowego:	
----------------------	--	---------------------------	--

Parametry analizatora:

Przed kalibracją					
Po kalibracji					

Uwagi:.....

.....

Podpis:

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-03/PB-01/PA	
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH	Data: 7.06.2010	
		Wydanie: II	
		Strona : 1/1	Załącznik 3/4

ŚWIADECTWO SPRAWDZENIA/KALIBRACJI ANALIZATORA NO-NO₂-NO_x

Lokalizacja:		Operator:	
Nr miernika:		Zakres:	
Data:		Godzina:	
Temperatura:		Ciśnienie:	

	Stężenie											
	Wartość oczekiwana			Niedopasowanie			Dopasowanie			Błąd względny		
	NO	NO ₂	NO _x	NO	NO ₂	NO _x	NO	NO ₂	NO _x	NO	NO ₂	NO _x
Zero												
Zakres - 80%												
Zakres - 95%												
Zakres - 60%												
Zakres - 20%												

Stężenie NO w butli:		Przepływ gazu wzorcowego:	
Obliczenia dla sprawności konwertera:			
Ustawienie generatora ozonu:		Uzyskane stężenie NO/NO ₂ /NO _x :	

Parametry analizatora:

Przed kalibracją										
Po kalibracji										

Uwagi:

.....

Podpis:

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-03/PB-01/PA
	KALIBRACJE ANALIZATORÓW GAZOWYCH		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 1/1 Załącznik 4/4

ŚWIADECTWO SPRAWDZENIA/KALIBRACJI ANALIZATORA O₃

Lokalizacja:		Operator:	
Nr miernika:		Zakres:	
Data:		Godzina:	
Temperatura:		Ciśnienie:	

Stężenia				
	Wartość oczekiwana	Niedopasowanie	Dopasowanie	Błąd względny
Zero				
Zakres - 80%				
Zakres - 95%				
Zakres - 60%				
Zakres - 20%				

Parametry analizatora:

Przed kalibracją					
Po kalibracji					

Uwagi:

.....

Podpis:

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 1/15	Załącznik 0/3

EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA

Egzemplarz nr: 1		Data	Podpis
Opracował			
Sprawdził			
Zatwierdził			

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 2/15	Załącznik 0/3

Spis treści

1. Cel instrukcji	3/15
2. Zakres stosowania	3/15
3. Osoby odpowiedzialne	3/15
4. Personel	3/15
5. Szczegółowe zasady postępowania	3/15
5.1. Instalacja urządzeń na stacji monitoringu	3/15
5.2. Obsługa bieżąca, konserwacja i harmonogramy kalibracji analizatorów	4/15
5.2.1. Analizator dwutlenku siarki	5/15
5.2.1. Analizator tlenków azotu	7/15
5.2.1. Analizator tlenku węgla	9/15
5.2.1. Analizator ozonu	11/15
5.3. Obsługa i kontrola wzorców roboczych i układów rozcieńczeń	12/15
5.3.1. Obsługa wzorców roboczych i układów rozcieńczeń	12/15
5.3.2. Kontrola wzorców roboczych	12/15
5.3.3. Zasady postępowania z gazami wzorcowymi w butlach	13/15
5.4. Usuwanie awarii	14/15
6. Wykaz załączników	14/15
7. Dokumenty związane	14/15

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 3/15	Załącznik 0/3

1. Cel instrukcji

Celem instrukcji jest ustalenie trybu eksploatacji bieżącej, obsługi profilaktycznej, przeglądów serwisowych analizatorów stężeń gazów na stacjach monitoringu jakości powietrza, a także trybu postępowania w przypadku awarii analizatorów.

2. Zakres stosowania

Niniejszą instrukcję stosuje się podczas wykonywania wszystkich czynności bezpośrednio związanych z obsługą analizatorów stężeń następujących zanieczyszczeń gazowych powietrza: dwutlenku siarki, tlenków azotu, tlenku węgla i ozonu.

3. Osoby odpowiedzialne

Za realizację niniejszej instrukcji odpowiedzialny jest Kierownik (*komórki organizacyjnej*), natomiast w zakresie swoich obowiązków wszyscy pracownicy wykonujący obsługę urządzeń do automatycznych pomiarów zanieczyszczeń powietrza.

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

4. Personel

Czynności wynikające ze stosowania niniejszej instrukcji wykonywane są przez operatorów stacji lub w niektórych przypadkach przez pracowników specjalistycznych serwisów.

5. Szczegółowe zasady postępowania

Zaprezentowany poniżej tok postępowania został omówiony szczegółowo w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.

Wszystkie poniżej opisane działania powinny być potwierdzane zapisami upoważnionego do obsługi stacji personelu. *W przypadku dysponowania programem/systemem informatycznym stosowne karty/dokumenty mogą być przez niego zastępowane a zapisy mogą być prowadzone elektronicznie.*

5.1. Instalacja urządzeń na stacji monitoringu

Nowo zakupione analizatory stężeń gazowych zanieczyszczeń powietrza, instalowane na stacji monitoringu, posiadają odpowiednie raporty potwierdzające wypełnienie wymagań kryteriów jakości danych zawartych w normach PN EN 14212 (analizator stężeń SO₂), PN EN 14626 (analizator stężeń CO), PN EN 14211 (analizator stężeń NO_x), PN EN 14625 (analizator stężeń O₃), wykonane przez laboratoria akredytowane lub organizacje (laboratoria referencyjne) nominowane przez Państwa Członkowskie UE.

Miejsce eksploatacji analizatorów (w większości przypadków kontener pomiarowy) zapewnia ochronę przed zapyleniem, nadmierną wilgocą, bezpośrednim promieniowaniem słonecznym oraz dużymi wahaniami temperatury. W związku z wpływem temperatury wewnątrz

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 4/15	Załącznik 0/3

na wskazania analizatorów prowadzi się monitoring temperatury wewnątrz kontenera. W przypadku spodziewanych wahań poziomu napięcia zasilającego, lub częstych zaników napięcia zaleca się instalację zasilania awaryjnego.

Instalację analizatorów wykonuje się według procedur określonych w fabrycznych instrukcjach obsługi poszczególnych analizatorów. Po włączeniu i upływie czasu niezbędnego do osiągnięcia roboczych parametrów pracy (specyficznego dla różnych modeli i typów analizatorów – zwykle od kilku do kilkudziesięciu godzin) należy sprawdzić zgodność tych parametrów (napięcia, wartości przepływów, temperatury i inne specyficzne parametry techniczne) z wartościami zamieszczonymi w dokumentacji technicznej dostarczonej razem z analizatorem. Wyniki kontroli parametrów roboczych należy zapisać w „Karcie kontroli parametrów roboczych analizatora” (Załącznik 1 do niniejszej Instrukcji). W przypadku, gdy wartość któregoś z parametrów wykracza poza zakres zmienności podany w instrukcji obsługi, należy uruchomić odpowiednie działania naprawcze (opisane poniżej w niniejszej instrukcji).

Po podłączeniu analizatora do rejestratora danych należy sprawdzić zgodność wskazań wartości stężeń mierzonych z wartościami zapisywanymi w rejestratorze. W przypadku niezgodności wskazań należy podjąć działania dopasowujące. Przy transmisji danych do centralnej stacji zbierania danych należy sprawdzić prawidłowość danych gromadzonych w systemie. Osoba przeprowadzająca te działania wykonuje zapisy potwierdzające prawidłowość rejestracji i gromadzenia danych.

Po upływie co najmniej 24 godzin od czasu instalacji należy wykonać kalibrację analizatora według instrukcji I-03/PB-01/PA. Wyniki kalibracji są zapisywane w karcie (Załącznik do instrukcji I-03/PB-01/PA).

Po instalacji analizatora w miejscu pomiaru (w stacji pomiarowej) należy wykonać procedurę oceny niepewności pomiaru z uwzględnieniem zmienności lokalnych warunków panujących w miejscu pomiaru (wpływu zmian temperatury w kontenerze, temperatury próbkowanego gazu, napięcia zasilającego, występowania substancji interferujących na wynik pomiaru). *Jest to niezbędne z uwagi na fakt, że zmiany pewnych parametrów (na przykład duże wahania temperatury) mogą spowodować, że dany typ analizatora w lokalnych warunkach nie będzie spełniał wymogów dotyczących niepewności danych pomiarowych zawartych w dyrektywie Parlamentu Europejskiego i Rady 2008/50/WE z dnia 21 maja 2008 r. w sprawie jakości powietrza i czystszej powietrza dla Europy (np. analizatory CO są szczególnie wrażliwe na wahania temperatury na stacji).*

W przypadku instalacji układów dynamicznego rozcieńczania gazów należy wykonać test szczelności, ustawić i porównać przepływy powietrza zerowego i gazu kalibracyjnego.

5.2. Obsługa bieżąca, konserwacja i harmonogramy kalibracji analizatorów

Wypełnianie procedur kontroli bieżącej, okresowej konserwacji i harmonogramów kalibracji analizatorów gazów ma zasadnicze znaczenie dla otrzymywania wymaganej jakości danych o zanieczyszczeniu powietrza. Przedstawiony poniżej zestaw procedur stanowi niezbędne minimum czynności, których wykonywanie zapewnia utrzymanie odpowiedniego poziomu jakości uzyskiwanych danych pomiarowych. Wszystkie czynności wykonywane w ramach poniższych zestawów są odnotowywane w „Karcie czynności obsługowych analizatora” (Załącznik 2 niniejszej Instrukcji). Po upływie każdego miesiąca kopie załączników 1 i 2 są

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010	
			Wydanie II	
			Strona 5/15	Załącznik 0/3

przekazywane jednostce (pracowni, laboratorium, wydziałowi) odpowiedzialnej za weryfikację danych (I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”).

5.2.1. Analizator dwutlenku siarki

W Tab. 1. zawarto wykaz czynności wykonywanych w trakcie eksploatacji analizatora dwutlenku siarki (SO₂).

Tab. 1. Zestaw czynności wykonywanych w trakcie eksploatacji analizatora SO₂

Lp.	Rodzaj czynności	Sposób wykonywania	Częstość wykonywania	Kryteria podejmowania działań	Sposób działania	Uwagi
1	Kontrola wartości mierzonych stężeń	Przegląd wartości rejestrowanych w centralnej stacji zbierania danych oraz podczas każdej wizyty w stacji	Codziennie	Wystąpienie niewiarygodnych wartości stężeń określonych w Instrukcji I-01/PB/PA	Postępowanie jak w przypadku stwierdzenia wystąpienia awarii analizatora	a)
2	Kontrola parametrów roboczych	Podczas wizyty w stacji lub zdalnie jeżeli konfiguracja systemu na to pozwala	Przynajmniej raz na 2 tygodnie	Wartości parametrów poza wyznaczonymi zakresami	jw.	b)
3	Kontrola zero-span	Automatycznie lub podczas wizyty w stacji	Przynajmniej raz na 2 tygodnie	Gdy zero $\geq \pm 5$ nmol/mol, lub zakres różni się $\geq 5\%$ wartości zadanej	Jak w instrukcji I-03/PB-01/PA	c)
4	Kalibracja a) dwupunktowa b) wielopunktowa (sprawdzenie liniowości charakterystyki analizatora)	W stacji według instrukcji I-03/PB-01/PA i „Przewodnika technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”	a) Przynajmniej raz na 3 miesiące b) Przynajmniej raz na 12 miesięcy oraz po naprawie i instalacji (chyba, że producent zaleca inaczej)	a) Zgodnie z I-03/PB-01/PA b) Gdy błąd względny wskazań w dowolnym punkcie jest większy niż 5 %	Zgodnie z I-03/PB-01/PA lub postępowanie jak w przypadku stwierdzenia wystąpienia awarii analizatora	d)
5	Wymiana filtrów przeciwpylowych	Według instrukcji obsługi analizatora	Przynajmniej raz na 3 miesiące	Odpowiedź na gaz wzorcowy $\leq 97\%$	Wymiana filtra	e)
6	Wymiana zużywających się materiałów eksploatacyjnych	Według instrukcji obsługi analizatora	Według zaleceń producenta	-	-	f)
7	Okresowy przegląd serwisowy podzespołów analizatora	Według instrukcji serwisowej analizatora	Zalecane wykonywanie minimum 1 raz w roku (w zależności od warunków lokalnych)	-	-	g)

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 6/15	Załącznik 0/3

- a) Działania naprawcze powinny być przeprowadzone tak szybko, jak to jest możliwe ze względu na spełnienie kryteriów uzysku danych.
- b) Zakłada się, że przy czynnościach serwisowych i okresowej wymianie materiałów eksploatacyjnych, wykonywanych zgodnie z wymaganym harmonogramem, nagła zmiana parametrów roboczych poza określony zakres jest objawem awarii analizatora.
- c) Kontrolę zero-span należy wykonywać z pominięciem filtra przeciwpylowego, znajdującego się w torze poboru próbki. Jeśli konstrukcja analizatora nie pozwala na takie rozwiązanie i kontrola wykonywana jest z filtrem przeciwpylowym, należy mieć pewność, że filtr ten nie powoduje strat stężeń większych niż 3 %. Sposób określenia wielkości strat przedstawiono w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.
- d) Kalibrację należy wykonywać z pominięciem filtra przeciwpylowego, znajdującego się w torze poboru próbki. Jeśli konstrukcja analizatora nie pozwala na takie rozwiązanie, to na czas wykonywania kalibracji filtr należy usunąć.
- e) Częstotliwość wymiany filtra przeciwpylowego zależy od stężenia pyłu w otoczeniu stacji (np. na stacji komunikacyjnej lub przemysłowej wymiana powinna być wykonywana częściej). Podczas wymiany filtra należy również oczyścić wnętrze obudowy filtra. Nadmierna ilość pyłu zgromadzona na filtrze przeciwpylowym może powodować obniżenie wartości mierzonych stężeń. Wymieniony filtr należy poddać kondycjonowaniu w analizatorze przez ok. 30 min zanim rejestrowane dane uznane zostaną za ważne. Okresu tego nie bierze się pod uwagę przy obliczaniu kompletności danych.
- f) Częstotliwość wymiany zależy również od warunków lokalnych.
- g) Przegląd powinien obejmować: kontrolę parametrów szczelności analizatora (w tym rzeczywistych wartości przepływów), czyszczenie komory pomiarowej, kontrolę i ew. czyszczenie zaworów, kontrolę czystości i ew. wymianę rurek teflonowych oraz inne prace zalecane przez producenta. Po przeglądzie należy wykonać kalibrację analizatora według instrukcji I-03/PB-01/PA.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-04/PB-01/PA	
	EKSPLLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010	
			Wydanie II	
			Strona 7/15	Załącznik 0/3

5.2.2. Analizator tlenków azotu

W Tab. 2. zawarto wykaz czynności wykonywanych w trakcie eksploatacji analizatora tlenków azotu (NO_x).

Tab. 2. Zestaw czynności wykonywanych w trakcie eksploatacji analizatora NO_x

Lp.	Rodzaj czynności	Sposób wykonywania	Częstość wykonywania	Kryteria podejmowania działań	Sposób działania	Uwagi
1	Kontrola wartości mierzonych stężeń	Przegląd wartości rejestrowanych w centralnej stacji zbierania danych oraz podczas każdej wizyty w stacji	Codziennie	Wystąpienie niewiarygodnych wartości stężeń określonych w Instrukcji I-01/PB/PA	Postępowanie jak w przypadku stwierdzenia wystąpienia awarii analizatora	a)
2	Kontrola parametrów roboczych	Podczas wizyty w stacji lub zdalnie jeżeli konfiguracja systemu na to pozwala	Przynajmniej raz na 2 tygodnie	Wartości parametrów poza wyznaczonymi zakresami	jw.	b)
3	Kontrola zero-span	Automatycznie lub podczas wizyty w stacji	Przynajmniej raz na 2 tygodnie	Gdy zero $\geq \pm 5$ nmol/mol lub zakres różni się $\geq 5\%$ wartości zadanej	Jak w instrukcji I-03/PB-01/PA	c)
4	Kalibracja a) dwupunktowa b) wielopunktowa (sprawdzenie liniowości charakterystyki analizatora)	W stacji według instrukcji I-03/PB-01/PA i „Przewodnika technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”	a) Przynajmniej raz na 3 miesiące b) Przynajmniej raz na 12 miesięcy oraz po naprawie i instalacji (chyba, że producent zaleca inaczej)	a) Zgodnie z I-03/PB-01/PA b) Gdy błąd względny wskazań w dowolnym punkcie jest większy niż 5 %	Zgodnie z I-03/PB-01/PA lub postępowanie jak w przypadku stwierdzenia wystąpienia awarii analizatora	d)
5	Kontrola wydajności konwertera	Według instrukcji obsługi analizatora	Przynajmniej raz w roku	Wydajność $\leq 95\%$	Wymiana wkładu konwertera	
6	Wymiana filtrów przeciwpływowych	Według instrukcji obsługi analizatora	Przynajmniej raz na 3 miesiące	Odpowiedź na gaz wzorcowy $\leq 97\%$	Wymiana filtra	e)
7	Wymiana zużywających się materiałów eksploatacyjnych	Według instrukcji obsługi analizatora	Według zaleceń producenta	-	-	f)
8	Okresowy przegląd serwisowy podzespołów analizatora	Według instrukcji serwisowej analizatora	Zalecane wykonywanie minimum 1 raz w roku (w zależności od warunków lokalnych)	-	-	g)

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 8/15	Załącznik 0/3

- a) Działania naprawcze powinny być przeprowadzone tak szybko, jak to jest możliwe ze względu na spełnienie kryteriów uzysku danych.
- b) Zakłada się, że przy czynnościach serwisowych i okresowej wymianie materiałów eksploatacyjnych wykonywanych zgodnie z wymaganym harmonogramem nagle zmiana parametrów roboczych poza określony zakres jest objawem awarii analizatora.
- c) Kontrolę zero-span należy wykonywać z pominięciem filtra przeciwpylowego, znajdującego się w torze poboru próbki. Jeśli konstrukcja analizatora nie pozwala na takie rozwiązanie i kontrola wykonywana jest z filtrem przeciwpylowym, należy mieć pewność, że filtr ten nie powoduje strat stężeń większych niż 3 %. Sposób określenia wielkości strat przedstawiono w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.
- d) Kalibrację należy wykonywać z pominięciem filtra przeciwpylowego, znajdującego się w torze poboru próbki. Jeśli konstrukcja analizatora nie pozwala na takie rozwiązanie, to na czas wykonywania kalibracji filtr należy usunąć.
- e) Częstotliwość wymiany filtra przeciwpylowego zależy od stężenia pyłu w otoczeniu stacji (np. na stacji komunikacyjnej lub przemysłowej wymiana powinna być wykonywana częściej). Podczas wymiany filtra należy również oczyścić wnętrze obudowy filtra. Nadmierna ilość pyłu zgromadzona na filtrze przeciwpylowym może powodować obniżenie wartości mierzonych stężeń. Wymieniony filtr należy poddać kondycjonowaniu w analizatorze przez ok. 30 min zanim rejestrowane dane uznane zostaną za ważne. Okresu tego nie bierze się pod uwagę przy obliczaniu kompletności danych.
- f) Częstotliwość wymiany zależy również od warunków lokalnych.
- g) Przegląd powinien obejmować: kontrolę parametrów szczelności analizatora (w tym rzeczywistych wartości przepływów), czyszczenie komory pomiarowej, kontrolę i ew. czyszczenie zaworów, kontrolę czystości i ew. wymianę rurek teflonowych oraz inne prace zalecane przez producenta. Po przeglądzie należy wykonać kalibrację analizatora według instrukcji I-03/PB-01/PA.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010	
			Wydanie II	
			Strona 9/15	Załącznik 0/3

5.2.3. Analizator tlenu węgla

W Tab. 3. zawarto wykaz czynności wykonywanych w trakcie eksploatacji analizatora tlenu węgla (CO).

Tab. 3. Zestaw czynności wykonywanych w trakcie eksploatacji analizatora CO

Lp.	Rodzaj czynności	Sposób wykonywania	Częstość wykonywania	Kryteria podejmowania działań	Sposób działania	Uwagi
1	Kontrola wartości mierzonych stężeń	Przegląd wartości rejestrowanych w centralnej stacji zbierania danych oraz podczas każdej wizyty w stacji	Codziennie	Wystąpienie niewiarygodnych wartości stężeń określonych w Instrukcji I-01/PB/PA	Postępowanie jak w przypadku stwierdzenia wystąpienia awarii analizatora	a)
2	Kontrola parametrów roboczych	Podczas wizyty w stacji lub zdalnie jeżeli konfiguracja systemu na to pozwala	Przynajmniej raz na 2 tygodnie	Wartości parametrów poza wyznaczonymi zakresami	jw.	b)
3	Kontrola zero-span	Automatycznie lub podczas wizyty w stacji	Przynajmniej raz na 2 tygodnie	Gdy zero $\geq \pm 300$ nmol/mol lub zakres różni się $\geq 5\%$ wartości zadanej	Jak w instrukcji I-03/PB-01/PA	c)
4	Kalibracja a) dwupunktowa b) wielopunktowa (sprawdzenie liniowości charakterystyki analizatora)	W stacji według instrukcji I-03/PB-01/PA i „Przewodnika technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”	a) Przynajmniej raz na 3 miesiące b) Przynajmniej raz na 12 miesięcy oraz po naprawie i instalacji (chyba, że producent zaleca inaczej)	a) Zgodnie z I-03/PB-01/PA b) Gdy błąd względny wskazań w dowolnym punkcie jest większy niż 5 %	Zgodnie z I-03/PB-01/PA lub postępowanie jak w przypadku stwierdzenia wystąpienia awarii analizatora	d)
5	Wymiana filtrów przeciwpylowych	Według instrukcji obsługi analizatora	Przynajmniej raz na 3 miesiące	Odpowiedź na gaz wzorcowy $\leq 97\%$	Wymiana filtra	e)
6	Wymiana zużywających się materiałów eksploatacyjnych	Według instrukcji obsługi analizatora	Według zaleceń producenta	-	-	f)
7	Okresowy przegląd serwisowy podzespołów analizatora	Według instrukcji serwisowej analizatora	Zalecane wykonywanie minimum 1 raz w roku (w zależności od warunków lokalnych)	-	-	g)

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 10/15	Załącznik 0/3

- a) Działania naprawcze powinny być przeprowadzone tak szybko, jak to jest możliwe ze względu na spełnienie kryteriów uzysku danych.
- b) Zakłada się, że przy czynnościach serwisowych i okresowej wymianie materiałów eksploatacyjnych wykonywanych zgodnie z wymaganym harmonogramem nagle zmiana parametrów roboczych poza określony zakres jest objawem awarii analizatora.
- c) Kontrolę zero-span należy wykonywać z pominięciem filtra przeciwpylowego, znajdującego się w torze poboru próbki. Jeśli konstrukcja analizatora nie pozwala na takie rozwiązanie i kontrola wykonywana jest z filtrem przeciwpylowym, należy mieć pewność, że filtr ten nie powoduje strat stężeń większych niż 3 %. Sposób określenia wielkości strat przedstawiono w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.
- d) Kalibrację należy wykonywać z pominięciem filtra przeciwpylowego, znajdującego się w torze poboru próbki. Jeśli konstrukcja analizatora nie pozwala na takie rozwiązanie, to na czas wykonywania kalibracji filtr należy usunąć.
- e) Częstotliwość wymiany filtra przeciwpylowego zależy od stężenia pyłu w otoczeniu stacji (np. na stacji komunikacyjnej lub przemysłowej wymiana powinna być wykonywana częściej). Podczas wymiany filtra należy również oczyścić wnętrze obudowy filtra. Nadmierna ilość pyłu zgromadzona na filtrze przeciwpylowym może powodować obniżenie wartości mierzonych stężeń. Wymieniony filtr należy poddać kondycjonowaniu w analizatorze przez ok. 30 min zanim rejestrowane dane uznane zostaną za ważne. Okresu tego nie bierze się pod uwagę przy obliczaniu kompletności danych.
- f) Częstotliwość wymiany zależy również od warunków lokalnych.
- g) Przegląd powinien obejmować: kontrolę parametrów szczelności analizatora (w tym rzeczywistych wartości przepływów), czyszczenie komory pomiarowej, kontrolę i ew. czyszczenie zaworów, kontrolę czystości i ew. wymianę rurek teflonowych oraz inne prace zalecane przez producenta. Po przeglądzie należy wykonać kalibrację analizatora według instrukcji I-03/PB-01/PA.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010	
			Wydanie II	
			Strona 11/15	Załącznik 0/3

5.2.4. Analizator ozonu

W Tab. 4 zawarto wykaz czynności wykonywanych w trakcie eksploatacji analizatora ozonu (O_3).

Tab. 4. Zestaw czynności wykonywanych w trakcie eksploatacji analizatora O_3

Lp.	Rodzaj czynności	Sposób wykonywania	Częstość wykonywania	Kryteria podejmowania działań	Sposób działania	Uwagi
1	Kontrola wartości mierzonych stężeń	Przegląd wartości rejestrowanych w centralnej stacji zbierania danych oraz podczas każdej wizyty w stacji	Codziennie	Wystąpienie niewiarygodnych wartości stężeń określonych w Instrukcji I-01/PB/PA	Postępowanie jak w przypadku stwierdzenia wystąpienia awarii analizatora	a)
2	Kontrola parametrów roboczych	Podczas wizyty w stacji lub zdalnie jeżeli konfiguracja systemu na to pozwala	Przynajmniej raz na 2 tygodnie	Wartości parametrów poza wyznaczonymi zakresami	jw.	b)
3	Kontrola zero-span	Automatycznie lub podczas wizyty w stacji	Przynajmniej raz na 2 tygodnie	Gdy zero $\geq \pm 5$ nmol/mol lub zakres różni się $\geq 5\%$ wartości zadanej	Jak w instrukcji I-03/PB-01/PA	c)
4	Kalibracja a) dwupunktowa b) wielopunktowa (sprawdzenie liniowości charakterystyki analizatora)	W stacji według instrukcji I-03/PB-01/PA i „Przewodnika technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”	a) Przynajmniej raz na 3 miesiące b) Przynajmniej raz na 12 miesięcy oraz po naprawie i instalacji (chyba, że producent zaleca inaczej)	a) Zgodnie z I-03/PB-01/PA b) Gdy błąd względny wskazań w dowolnym punkcie jest większy niż 5 %	Zgodnie z I-03/PB-01/PA lub postępowanie jak w przypadku stwierdzenia wystąpienia awarii analizatora	d)
5	Wymiana filtrów przeciwpyłowych	Według instrukcji obsługi analizatora	Przynajmniej raz na 3 miesiące	Odpowiedź na gaz wzorcowy $\leq 97\%$	Wymiana filtra	e)
6	Wymiana zużywających się materiałów eksploatacyjnych	Według instrukcji obsługi analizatora	Według zaleceń producenta	-	-	f)
7	Okresowy przegląd serwisowy podzespołów analizatora	Według instrukcji serwisowej analizatora	Zalecane wykonywanie minimum 1 raz w roku (w zależności od warunków lokalnych)	-	-	g)

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 12/15	Załącznik 0/3

- a) Działania naprawcze powinny być przeprowadzone tak szybko, jak to jest możliwe ze względu na spełnienie kryteriów uzysku danych.
- b) Zakłada się, że przy czynnościach serwisowych i okresowej wymianie materiałów eksploatacyjnych wykonywanych zgodnie z wymaganym harmonogramem nagle zmiana parametrów roboczych poza określony zakres jest objawem awarii analizatora.
- c) Kontrolę zero-span należy wykonywać z pominięciem filtra przeciwpylego, znajdującego się w torze poboru próbki. Jeśli konstrukcja analizatora nie pozwala na takie rozwiązanie i kontrola wykonywana jest z filtrem przeciwpylem, należy mieć pewność, że filtr ten nie powoduje strat stężeń większych niż 3 %. Sposób określenia wielkości strat przedstawiono w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.
- d) Kalibrację należy wykonywać z pominięciem filtra przeciwpylego, znajdującego się w torze poboru próbki. Jeśli konstrukcja analizatora nie pozwala na takie rozwiązanie, to na czas wykonywania kalibracji filtr należy usunąć.
- e) Częstotliwość wymiany filtra przeciwpylego zależy od stężenia pyłu w otoczeniu stacji (np. na stacji komunikacyjnej lub przemysłowej wymiana powinna być wykonywana częściej). Podczas wymiany filtra należy również oczyścić wnętrze obudowy filtra. Nadmierna ilość pyłu zgromadzona na filtrze przeciwpylem może powodować obniżenie wartości mierzonych stężeń. Wymieniony filtr należy poddać kondycjonowaniu w analizatorze przez ok. 30 min zanim rejestrowane dane uznane zostaną za ważne. Okresu tego nie bierze się pod uwagę przy obliczaniu kompletności danych.
- f) Częstotliwość wymiany zależy również od warunków lokalnych.
- g) Przegląd powinien obejmować: kontrolę parametrów szczelności analizatora (w tym rzeczywistych wartości przepływów), czyszczenie komory pomiarowej, kontrolę i ew. czyszczenie zaworów, kontrolę czystości i ew. wymianę rurek teflonowych oraz inne prace zalecane przez producenta. Po przeglądzie należy wykonać kalibrację analizatora według instrukcji I-03/PB-01/PA.

5.3. Obsługa i kontrola wzorców roboczych i układów rozcieńczeń

5.3.1. Obsługa wzorców roboczych i układów rozcieńczeń

Obsługa bieżąca wzorców roboczych polega na kontrolowaniu ciśnienia (butli gazowych), kontroli przepływów i szczelności układu rozcieńczania oraz kontroli szczelności i przepływów układu permeacyjnego. W przypadku generatora ozonu monitorowane są parametry robocze generatora oraz jego przepływy. Czynności te należy wykonywać przynajmniej raz na trzy miesiące (kontrola butli z gazem przy każdej wizycie). Materiały eksploatacyjne w wytwornicy powietrza zerowego (filtry, węgiel aktywny itp.) należy wymieniać zgodnie z zaleceniami zawartymi w instrukcji obsługi producenta. Wykonane czynności dokumentowane są w kartach obsługowych wzorców roboczych (Zał. nr 3 do niniejszej instrukcji).

5.3.2. Kontrola wzorców roboczych

Raz w roku należy wykonać wzorcowanie przepływomierzy służących do sprawdzania przepływów w urządzeniach stacji (analizatory, kalibratory). W przypadku, gdy w sieci używane

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 13/15	Załącznik 0/3

są niecertyfikowane wzorce do wykonywania sprawdzeń zero-span wzorce te muszą podlegać sprawdzeniu w okresach sześciomiesięcznych. Kryteria akceptacji sprawdzeń muszą być zgodne z zaleceniami przywołanych w punkcie 7 norm serii 14000 tj. wartość uzyskana podczas kolejnego sprawdzenia nie może się różnić o więcej niż 5%. W przypadku, gdy różnica jest większa niż 5 % należy wymienić butlę z gazem. W uzasadnionych przypadkach, gdy możemy zbadać i udokumentować stabilność takiego gazu w butli, można wykonać ponowną certyfikację wzorca gazowego.

Kontrola przy użyciu wzorca wyższego rzędu lub równoważnego wykonywana jest w przypadku stwierdzenia niezgodności wskazań analizatorów z wzorcami, gdy w wyniku analizy dotychczasowego przebiegu procedur kontrolnych zachodzi podejrzenie utraty dotychczasowych parametrów przez wzorce gazowe.

W przypadku potwierdzenia wystąpienia odchyień wskazań przekraczających przyjęte granice tolerancji należy:

- wykonać recertyfikację lub wymianę butli z gazem wzorcowym;
- w przypadku rurek permeacyjnych, ustalić przyczynę, która może leżeć po stronie rurki lub układu z nią powiązanego (piec, układ rozcieńczania itp.); wymienić rurkę permeacyjną i/lub usunąć pozostałe przyczyny;
- w przypadku generatora ozonu, wyregulować parametry źródła ozonu (prąd lampy) w celu uzyskania zgodności wartości uzyskiwanych stężeń z wymaganiami.

Do wszystkich opisanych działań prowadzone są zapisy. Kontrola wzorców gazowych, rurek permeacyjnych i generatorów powietrza zerowego używanych w stacji wykonywana jest również podczas realizacji instrukcji I-06/PB-01/PA „Zapewnienie jakości badań w sieci monitoringu”.

Do czasu uruchomienia działalności Krajowego Laboratorium Referencyjnego kontrole wzorców roboczych można wykonać w GUM (lub, jeśli sieć nie posiada akredytacji, to w innym laboratorium wzorcującym/sieci monitoringu - posiadającej wdrożony, najlepiej akredytowany system zarządzania jakością).

5.3.3. Zasady postępowania z gazami wzorcowymi w butlach

Sieć monitoringu stosująca do kalibracji analizatorów mieszaniny gazów wzorcujących musi posiadać ważne certyfikaty dla tych gazów. Certyfikaty te muszą spełniać wymogi zachowania spójności pomiarowej i być wydane przez laboratorium akredytowane (w oparciu o normę PN EN ISO IEC 17025), ewentualnie Główny Urząd Miar. Przed końcem upływu ważności certyfikatu dla danych gazów należy dostarczyć nowe wzorce gazowe. Gdy operacja ta przeprowadzana jest w tym samym czasie dla wszystkich stacji wybiera się z dostarczonej partii losowo około 20% butli i wykonuje się porównanie wzorców, dotychczas używanych na stacjach, z wzorcem dostarczonym przez producenta. Gdy wymienia się pojedynczą butlę należy wykonać te czynności każdorazowo. Odbywa się to poprzez kalibrację analizatorów najpierw przy użyciu dotychczas użytkowanej butli, a następnie przy użyciu nowo dostarczonej butli. Gdy różnica pomiędzy wskazaniami zawiera się w granicach pierwiastka z sumy kwadratów niepewności obu butli, przyjmując możemy, że nowo dostarczona butla ma prawidłowe, wskazane przez producenta wartości. Gdy różnica pomiędzy wskazaniami jest większa należy podjąć działania wyjaśniające, czy nieprawidłowe wskazania miała użytkowana dotychczas butla, czy też nowo dostarczona,

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 14/15	Załącznik 0/3

i w razie konieczności rozpocząć stosowne działania (w przypadku stwierdzenia niestabilności używanej dotychczas butli, gdy to możliwe, wprowadzić stosowne poprawki ewentualnie rozpocząć postępowanie reklamacyjne z nową partią wzorców gazowych).

W przypadku stwierdzenia awarii analizatora (pozycje 1 , 4 w tabelach 1 , 4) niezbędne działania należy podjąć w możliwie najkrótszym czasie ze względu na obowiązujące kryteria uzysku danych (90%). W zależności od posiadanych możliwości technicznych należy:

- wymienić uszkodzony analizator na analizator rezerwowy (na czas naprawy uszkodzenia). Po instalacji analizatora rezerwowego należy wykonać jego kalibrację według instrukcji I-03/PB-01/PA „Kalibracje analizatorów gazowych”;
- w przypadku braku możliwości wymiany analizatora należy na miejscu (w stacji) podjąć próbę identyfikacji uszkodzenia i ewentualnej naprawy na miejscu (lub zabrać analizator do naprawy) posługując się instrukcją obsługi oraz instrukcją serwisową, przy zachowaniu zasad BHP. Po naprawie należy poddać analizator kalibracji (I-03/PB-01/PA – „Kalibracje analizatorów gazowych”);
- jeżeli powyższe działania nie przyniosą efektu należy wezwać serwis naprawczy w celu niezwłocznego usunięcia awarii. Po naprawie należy poddać analizator kalibracji (I-03/PB-01/PA – „Kalibracje analizatorów gazowych”);
- w przypadku, gdy analizator w dowolnym badanym punkcie wykazuje nieliniowość (błąd względny wskazań większy niż 5%), jest to objawem usterki analizatora lub układu kalibracji i należy podjąć stosowną akcję korekcyjną wg schematu opisanego w punktach od a) do c).

Kalibracje wykonywane są przez uprawniony personel WIOŚ.

We wszystkich opisanych powyżej działaniach są prowadzone zapisy.

6. Załączniki

- Załącznik nr 1 – Karta kontroli parametrów roboczych analizatora
- Załącznik nr 2 – Karta czynności obsługowych analizatora
- Załącznik nr 3 – Karta czynności obsługowych wzorców roboczych

7. Dokumenty związane

- Instrukcja I-03/PB-01/PA „Kalibracje analizatorów gazowych”.
- Instrukcja I-06/PB-01/PA „Zapewnienie jakości badań w sieci monitoringu”.
- Instrukcja I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”.
- Instrukcje obsługi analizatorów SO₂.
- Instrukcje obsługi analizatorów CO.
- Instrukcje obsługi analizatorów NO-NO₂-NO_x.
- Instrukcje obsługi analizatorów O₃.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 15/15	Załącznik 0/3

- Instrukcje obsługi kalibratorów.
- Instrukcje obsługi wytwornicy powietrza zerowego.
- Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, BMŚ, W-wa, 2010
- PN-EN 14211; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa chemiluminescencyjna metoda pomiaru stężenia monotlenku i ditlenku azotu.
- PN-EN 14212; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa fluorescencyjna metoda UV oznaczania stężenia ditlenku siarki.
- PN-EN 14625; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężenia ozonu z zastosowaniem fotometrii UV.
- PN-EN 14626; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda oznaczania tlenku węgla z zastosowaniem niedyspersyjnej spektroskopii w podczerwieni.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010	
			Wydanie: II	
			Strona : 1/1	Załącznik 1/3

Karta kontroli parametrów roboczych analizatora

Zawartość poszczególnych rubryk może podlegać pewnym modyfikacjom w zależności od rodzaju zanieczyszczenia (SO₂, O₃, NO_x, CO) oraz stosowanego modelu analizatora.

Analizator model nr seryjny data pierwszej instalacji											
Data	Wskażania analizatora	Wartości parametrów roboczych (napięcia, przepływy, temperatury itp.)								Inne	Uwagi
		P 1	P 2	P 3	P 4	P 5	P 6	P 7	P 8		

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-04/PB-01/PA
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010
			Wydanie: II
			Strona : 1/1 Załącznik 2/3

				Data	Analizator model nr seryjny data pierwszej instalacji
				Wskazania analizatora	
				Wymiana filtra przeciwpylowego	
				Zero wartość oczek.	
				Zero wartość otrzymana	
				Zakres wartość oczek	
				Zakres wartość zadana	
				Czy wykonywano kalibrację (Tak/Nie)	
				Wymiana mat. eksploatacyjnych (co wymieniono)	
				Przegląd serwisowy (wymienić wykonane czynności)	
				Inne (np. informacja o awarii lub instalacji poawaryjnej)	
				Uwagi	
				Wykonujący	

Karta czynności obsługowych analizatora

Zawartość poszczególnych rubryk może podlegać pewnym modyfikacjom w zależności od rodzaju zanieczyszczenia (SO_2 , O_3 , NO_x , CO) oraz stosowanego modelu analizatora.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-04/PB-01/PA	
	EKSPLOATACJA URZĄDZEŃ DO POMIARU GAZOWYCH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010	
			Wydanie: II	
			Strona : 1/1	Załącznik 3/3

					Data		
					Przepływ	Kontrola generatora ozonu	
					Parametry robocze		
					Butla #1	Wysokość ciśnienia w butlach	
					Butla #2		
					Butla #3		
					Przepływ#1	Kontrola układu rozcieńczania (przepływy)	
					Przepływ #2		
					Przepływ #3		
					Przepływ #4		
					Wymiana materiałów eksploatacyjnych (co i gdzie)		
					Inne (w tym wyniki kontroli wzorcami wyższego rzędu)		
					Uwagi		
					Wykonujący		

Karta czynności obsługowych wzorców roboczych

Zawartość poszczególnych rubryk może podlegać pewnym modyfikacjom w zależności od rodzaju stosowanego wzorca

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-05/PB-01/PA	
	WALIDACJA METOD BADAWCZYCH AUTOMATYCZNYCH POMIARÓW ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 1/5	Załącznik 0/0

WALIDACJA METOD BADAWCZYCH AUTOMATYCZNYCH POMIARÓW ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA

Egzemplarz nr: 1		Data	Podpis
Opracował			
Sprawdził			
Zatwierdził			

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-05/PB-01/PA	
	WALIDACJA METOD BADAWCZYCH AUTOMATYCZNYCH POMIARÓW ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010	
			Wydanie II	
			Strona 2/5	Załącznik 0/0

Spis treści

1. Cel instrukcji	3/5
2. Zakres stosowania	3/5
3. Osoby odpowiedzialne	3/5
4. Personel	3/5
5. Szczegółowe zasady postępowania	3/5
5.1. Cel walidacji	3/5
5.2. Parametry walidacji	3/5
5.3. Elementy walidacji	3/5
5.3.1. Zakres	4/5
5.3.2. Liniowość	4/5
5.3.3. Granica oznaczalności	4/5
5.3.4. Niepewność pomiaru	5/5
6. Dokumenty związane	5/5

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-05/PB-01/PA	
	WALIDACJA METOD BADAWCZYCH AUTOMATYCZNYCH POMIARÓW ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 3/5	Załącznik 0/0

1. Cel instrukcji

Celem instrukcji jest ustalenie prawidłowych zasad walidacji metod badawczych pomiarów ciągłych stężeń SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, O₃.

2. Zakres stosowania

Niniejsza instrukcja stosowana jest w sieci automatycznego monitoringu jakości powietrza.

3. Osoby odpowiedzialne

Za realizację niniejszej instrukcji odpowiedzialny jest Kierownik (*komórki organizacyjnej-Wydziału, Laboratorium, Pracowni*).

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

4. Personel

Walidację metod badawczych wykorzystywanych w automatycznych pomiarach jakości powietrza wykonują pracownicy obsługujący stacje monitoringu (operatorzy stacji), a koordynuje osoba odpowiedzialna za sprawy techniczne (w Wydziale, Laboratorium, Pracowni – tam gdzie prowadzona jest obsługa sieci monitoringu).

5. Szczegółowe zasady postępowania

5.1. Cel walidacji

Celem walidacji jest potwierdzenie, że metody badawcze stosowane w sieci automatycznych pomiarów jakości powietrza są właściwe do celu stawianego tym metodom.

5.2. Parametry walidacji

W sieci automatycznych pomiarów jakości powietrza dokonuje się walidacji wszystkich mierzonych parametrów zanieczyszczeń gazowych: dwutlenku siarki, tlenków azotu, tlenku węgla, ozonu.

5.3. Elementy walidacji

Wykonuje się sprawdzenie dla automatycznych pomiarów stężeń dwutlenku siarki, tlenków azotu, tlenku węgla, ozonu zakresu roboczego, liniowości, granicy oznaczalności oraz niepewności (Tab.1.).

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-05/PB-01/PA	
	WALIDACJA METOD BADAWCZYCH AUTOMATYCZNYCH POMIARÓW ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010	
			Wydanie II	
			Strona 4/5	Załącznik 0/0

Tab.1. Elementy walidacji/sprawdzenia dla SO₂, NO-NO₂-NO_x, CO, O₃

L.p.	Element walidacji	Jednostka	Sposób określenia walidacji	Kryterium
1	Zakres roboczy	nmol/mol i μmol/mol (dla CO)	Wg danych producenta oraz wg oczekiwanych w badaniu stężeń	Maksymalny zakres: SO ₂ : 0 – 500 nmol/mol, NO _x : 0 – 1000 nmol/mol, O ₃ : 0 – 500 nmol/mol, CO: 0 – 50 μmol/mol
2	Liniowość	% zakresu	Sprawdzenie pięcio-punktowe	Błąd względny w dowolnym pkt ≤ 5 %
3	Granica oznaczalności	nmol/mol i μmol/mol (dla CO)	Wg danych producenta oraz wykonanych sprawdzeń	Nie większa niż 3 nmol/mol dla SO ₂ , NO-NO ₂ -NO _x , O ₃ i 0,3 μmol/mol dla CO
4	Niepewność pomiaru	% wartości mierzonej	Wg obliczeń (patrz I-07/PB-01/PA)	Spełnia wymagania rozporządzenia Ministra Środowiska w sprawie dokonywania oceny poziomów substancji w powietrzu

5.3.1. Zakres

Zakres roboczy analizatorów definiowany jest w oparciu o dane producenta analizatora oraz oczekiwane stężenia dla danego obszaru na którym wykonujemy pomiary.

5.3.2. Liniowość

Dla celów sprawdzenia liniowości analizatora (potocznie: kalibracji wielopunktowej), sporządza się żądane stężenia metodą dynamicznego objętościowego rozcieńczania z wykorzystaniem wytwornicy powietrza zerowego, kalibratora i certyfikowanych mieszanin gazowych wysokostężonych SO₂, NO, CO. Dla analizatora ozonu używa się kalibratora ozonu/generatora z fotometrem. Stężenia generowane przez kalibrator powinny odpowiadać 95%, 40%, 0%, 60%, 20% zakresu pomiarowego analizatorów.

Należy zastosować tok postępowania szczegółowo opisany w „Przewodniku technicznej eksploatacji automatycznej stacji monitoringu jakości powietrza”.

5.3.3. Granica oznaczalności

Granice oznaczalności podawaną przez producentów poszczególnych analizatorów należy zweryfikować poprzez wykonanie serii pomiarów, podając min. 10 krotnie do analizatora powietrze zerowe, wcześniej upewniając się, że wkłady/wypełnienia absorbujące są nieużyte.

Dla ciągłych pomiarów granicę oznaczalności *DL* określa się jako:

DL = odchylenie standardowe zera *3,3

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-05/PB-01/PA
	WALIDACJA METOD BADAWCZYCH AUTOMATYCZNYCH POMIARÓW ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 5/5 Załącznik 0/0

5.3.4. Niepewność pomiaru

Wymagana niepewność określona została w rozporządzeniu Ministra Środowiska z dnia 17 grudnia 2008 r. w sprawie dokonywania oceny poziomów substancji w powietrzu (Dz. U. z 2009 r. Nr 5, poz. 31).

Na niepewność pomiarów składają się m.in. niepewność metody, niepewność układu poboru próby i niepewność kalibracji. Dokładne obliczenia dotyczące niepewności zostały przedstawione w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza” oraz instrukcji I-07/PB-01/PA „Szacowanie niepewności w automatycznych pomiarach zanieczyszczeń powietrza”.

6. Dokumenty związane

- Procedura badawcza PB-01/PA „Pomiary stężeń SO_2 , $\text{NO-NO}_2\text{-NO}_x$, CO i O_3 w powietrzu atmosferycznym metodami automatycznymi”.
- Instrukcja I-07/PB-01/PA „Szacowanie niepewności w automatycznych pomiarach zanieczyszczeń powietrza”.
- Instrukcje obsługi analizatorów SO_2 .
- Instrukcje obsługi analizatorów CO .
- Instrukcje obsługi analizatorów $\text{NO-NO}_2\text{-NO}_x$.
- Instrukcje obsługi analizatorów O_3 .
- Rozporządzenie Ministra Środowiska z dnia 17 grudnia 2008 r. w sprawie dokonywania oceny poziomów substancji w powietrzu (Dz. U. z 2009 r. Nr 5, poz. 31).
- Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, BMŚ, W-wa, 2010
- **PN-EN 14211**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa chemiluminescencyjna metoda pomiaru stężenia monotlenku i ditlenku azotu.
- **PN-EN 14212**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa fluorescencyjna metoda UV oznaczania stężenia ditlenku siarki.
- **PN-EN 14625**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężenia ozonu z zastosowaniem fotometrii UV.
- **PN-EN 14626**; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda oznaczania tlenu węgla z zastosowaniem niedyspersyjnej spektroskopii w podczerwieni.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-06/PB-01/PA	
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 1/6	Załącznik 0/3

ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU

Egzemplarz nr: 1		Data	Podpis
Opracował			
Sprawdził			
Zatwierdził			

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-06/PB-01/PA	
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 2/6	Załącznik 0/3

Spis treści

1. Cel instrukcji	3/6
2. Zakres stosowania	3/6
3. Osoby odpowiedzialne	3/6
4. Personel	3/6
5. Szczegółowe zasady postępowania	3/6
5.1. Częstotliwość kontroli	3/6
5.2. Przebieg kontroli	4/6
5.2.1. Kontrola stanu kontenera pomiarowego (pomieszczenia stacji)	4/6
5.2.2. Rejestrator danych	4/6
5.2.3. Kontrola analizatorów gazów	4/6
5.2.4. Kontrola wzorców roboczych używanych na stacji	4/6
5.2.5. Kontrola dokumentacji	4/6
5.3. Dokumentacja kontroli stacji	5/6
6. Działania korekcyjne i korygujące	5/6
7. Wykaz załączników	5/6
8. Dokumenty związane	6/6

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-06/PB-01/PA
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 3/6 Załącznik 0/3

1. Cel instrukcji

Celem instrukcji jest ustalenie w trybie niezależnym od operatora stacji, czy sposób prowadzenia obsługi stacji jest prawidłowy i czy dane pomiarowe uzyskiwane ze stacji posiadają jakość zgodną z uprzednio założonymi kryteriami jakości danych.

2. Zakres stosowania

Kontroli podlegają następujące elementy:

- analizatory: dwutlenku siarki, tlenków azotu, tlenku węgla, ozonu,
- wzorce robocze używane na stacji,
- układ rejestracji danych,
- układ poboru próby,
- kontener stacyjny z wyposażeniem,
- dokumentacja.

3. Osoby odpowiedzialne

Instrukcja obowiązuje osoby wykonujące kontrolę stacji. Za realizację niniejszej instrukcji odpowiedzialny jest Kierownik (*komórki organizacyjnej*).

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

4. Personel

Wewnętrzna kontrola stacji wykonywana jest przez personel sieci monitoringu niezależny od operatora stacji (kontrola danej stacji nie może wykonywać jej operator). Osobę kontrolującą wyznacza Kierownik. Kontrole stacji (audyty zewnętrzne) wykonywane są przez jednostki zewnętrzne w stosunku do sieci monitoringu, np. PCA lub inne jednostki upoważnione do kontroli funkcjonowania systemu jakości sieci monitoringu zanieczyszczeń powietrza.

W przypadku uruchomienia Krajowego Laboratorium Referencyjnego będzie ono pełnić rolę zewnętrznej jednostki odpowiedzialnej za jakość danych. Do tego czasu takimi jednostkami mogą być PCA (jeśli sieć posiada akredytację), GIOŚ lub jednostki upoważnione przez GIOŚ.

5. Szczegółowe zasady postępowania

5.1. Częstotliwość kontroli

Każda stacja pracująca w sieci automatycznego monitoringu zanieczyszczeń powietrza powinna być kontrolowana co najmniej raz w roku. O częstotliwości i terminach kontroli decyduje Kierownik.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-06/PB-01/PA	
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 4/6	Załącznik 0/3

5.2. Przebieg kontroli

5.2.2. Kontrola stanu kontenera pomiarowego (pomieszczenia stacji)

W trakcie kontroli kontenera pomiarowego sprawdzane są następujące elementy kontenera:

- działanie zamków w drzwiach, alarmu, stan ścian, sufitu i podłogi (obecność uszkodzeń, przecieków, czystość);
- instalacja elektryczna (pod kątem występowania uszkodzeń np. uszkodzenia gniazd, wyłączników, przewodów, działanie bezpieczników itp.);
- klimatyzacja (sprawdzenie funkcji grzanie/chłodzenie; kontrola zapisów archiwalnych pod kątem stabilności temperatury w stacji);
- układ poboru próby (czystość, szczelność, działanie pompy układu poboru próby).

Krajowe Laboratorium Referencyjne posiada sprzęt do badania strat w układzie poboru próby i w momencie uruchomienia jego działalności badania tego typu powinny być przeprowadzone. Cały układ poboru powinien być poddany sprawdzeniu co najmniej raz na 3 lata lub po każdym remoncie stacji bądź poważnej awarii systemu poboru prób.

5.2.2. Rejestrator danych

Podczas kontroli sprawdza się zgodność wskazań analizatorów z wartościami stężeń zapisywanymi przez rejestrator danych. Szczególną uwagę należy zwrócić na analizatory podłączone analogowo. Szczegóły dotyczące tego zagadnienia znajdują się w „Przewodniku technicznej eksploatacji automatycznej stacji monitoringu jakości powietrza”.

5.2.3. Kontrola analizatorów gazów

Osoba wykonująca kontrolę stacji wykonuje kontrolną kalibrację analizatorów gazów. Kontrolna kalibracja wykonywana jest zgodnie z instrukcją I-03/PB-01/PA (Kalibracje analizatorów gazowych). Wyniki kontroli zapisywane są na kartach kontroli poszczególnych analizatorów.

5.2.4. Kontrola wzorców roboczych używanych na stacji

W stacji zwykle stosuje się wzorce robocze w postaci certyfikowanych mieszanek gazowych, generator powietrza zerowego, układu rozcieńczania, rurki permeacyjnej oraz generator ozonu. Podczas kontroli wykonywana jest kontrolna kalibracja analizatorów (patrz pkt 5.2.3.), a następnie porównanie jej wyników z wynikami ostatniego sprawdzenia zero-span poszczególnych analizatorów przy użyciu wzorców roboczych. W przypadku układu do rozcieńczeń próbki oraz generatora ozonu kontrolowana jest również dokumentacja potwierdzająca sprawdzanie parametrów roboczych (przepływow). Ponadto kontrolowany jest stan połączeń gazowych, to jest czystość przewodów gazowych, szczelność połączeń, prawidłowość funkcjonowania zaworów przełączających (jeśli takie są stosowane).

5.2.5. Kontrola dokumentacji

Podczas kontroli dokumentacji sprawdzana jest prawidłowość prowadzenia zapisów związanych z realizacją instrukcji: I-02/PB-01/PA (Obsługa stacji automatycznego monitoringu powietrza), I-04/PB-01/PA (Eksploatacja urządzeń do pomiaru gazowych zanieczyszczeń powietrza) oraz I-03/PB-01/PA (Kalibracje analizatorów gazowych).

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-06/PB-01/PA	
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 5/6	Załącznik 0/3

5.3. Dokumentacja kontroli stacji

Wyniki kontroli zapisywane są na kartach kontroli analizatorów oraz na karcie kontroli stacji (stanowią one załączniki do niniejszej instrukcji). Wszelkie zmiany (uszkodzenia, odchylenia wskazań, różnice w wynikach wzorcowań niemieszczące się w wyznaczonych granicach) są odnotowywane na kartach kontroli (w rubrykach uwagi). Uwagi na kartach kontroli zobowiązują operatora stacji do niezwłocznego podjęcia działań korygujących zgodnie z odpowiednimi instrukcjami.

6. Działania korekcyjne i korygujące

W Tab. 1. zamieszczono zestaw kryteriów podejmowania działań dla poszczególnych kontrolowanych elementów stacji. Działania podejmowane są na podstawie stwierdzenia niespełnienia odpowiednich kryteriów jakości (np. wielkość błędu względnego kalibracji na karcie kontroli miernika).

Tab. 1. Kryteria podejmowania działań

Lp.	Element stacji	Kryterium podejmowania działania	Podejmowane działanie
1	Kontener stacji z wyposażeniem	Usterka elementu wyposażenia	Zgodnie z instrukcją I-02/PB-01/PA
2	Układ poboru próby	Nieszczelność, brak przepływu, zanieczyszczenie	Zgodnie z instrukcją I-02/PB-01/PA
3	Rejestrator danych	Dane pomiarowe nieprawidłowo zapisywane w systemie	Zgodnie z instrukcją I-02/PB-01/PA
4	Wzorce robocze używane w stacji	Odchylenia we wskazaniach zakresu $\geq 5\%$ (od wartości certyfikowanej), dla poszczególnych gazów	Sprawdzenie stężeń gazów w butlach, układu rozcieńczeń, rurek permeacyjnych przez GUM, komercyjne laboratorium wzorcujące, sieć monitoringu z wdrożonym systemem jakości, lub inne jednostki upoważnione przez GIOŚ*
5	Analizatory gazów	Odchylenia od wskazań wzorca kontrolnego przekraczające 5 % dla zakresu lub 2 nmol/mol dla zera (300 nmol/mol dla analizatora CO)	Zgodnie z instrukcjami: I-03/PB-01/PA, I-04/PB-01/PA

* w przypadku Laboratorium akredytowanego sprawdzenia wzorców musi dokonać GUM, inne akredytowane Laboratorium wzorcujące lub należy wykonać sprawdzenie wewnętrzne

7. Wykaz załączników

- Załącznik nr 1 – Protokół kontroli stacji
- Załącznik nr 2 – Karta kontroli analizatorów
- Załącznik nr 3 – Karta kontroli wzorców roboczych stosowanych na stacji

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-06/PB-01/PA	
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 6/6	Załącznik 0/3

8. Dokumenty związane

- Instrukcja I-03/PB-01/PA – „Kalibracje analizatorów gazowych”.
- Instrukcja I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”.
- Instrukcje obsługi analizatorów SO₂.
- Instrukcje obsługi analizatorów CO.
- Instrukcje obsługi analizatorów NO-NO₂-NO_x.
- Instrukcje obsługi analizatorów O₃.
- Instrukcje obsługi kalibratorów.
- Instrukcje obsługi wytwornicy powietrza zerowego.
- Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, BMŚ, W-wa, 2010
- PN-EN 14211; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa chemiluminescencyjna metoda pomiaru stężenia monotlenku i ditlenku azotu.
- PN-EN 14212; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa fluorescencyjna metoda UV oznaczania stężenia ditlenku siarki.
- PN-EN 14625; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda pomiaru stężenia ozonu z zastosowaniem fotometrii UV.
- PN-EN 14626; Jakość powietrza atmosferycznego. Standardowa metoda oznaczania tlenku węgla z zastosowaniem niedyspersyjnej spektroskopii w podczerwieni.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-06/PB-01/PA	
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU	Data: 7.06.2010	
		Wydanie: II	
		Strona : 1/1	Załącznik 1/3

Protokół kontroli stacji

Lp.	Kontrolowany element stacji	Wynik kontroli (OK./ -)	Uwagi
1	Kontener pomiarowy		
2	Układ poboru próby		
3	Układ rejestracji danych		
4	Analizator SO ₂ (zgodnie z kartą kontroli)		
5	Analizator NO _x (zgodnie z kartą kontroli)		
6	Analizator CO (zgodnie z kartą kontroli)		
7	Analizator O ₃ (zgodnie z kartą kontroli)		
8	Wzorce robocze (zgodnie z kartą kontroli)		
9	Dokumentacja		
	Podpis wykonującego kontrolę		

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-06/PB-01/PA
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU		Data: 7.06.2010
			Wydanie: II
			Strona : 1/1 Załącznik 2/3

Karta kontroli analizatora

Data i godzina kontroli	Numer analizatora	Kontrolujący	Uwagi
Kontrola wskazań	Wartość oczekiwana	Wartość otrzymana	Odchylenie w %
Zero			
Poziom 1			
Poziom 2			
Poziom 3			
Poziom 4			
Uwagi			

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-06/PB-01/PA	
	ZAPEWNIENIE JAKOŚCI BADAŃ W SIECI MONITORINGU	Data: 7.06.2010	
		Wydanie: II	
		Strona : 1/1	Załącznik 3/3

Karta kontroli wzorców roboczych

Data i godzina kontroli	Numer (nazwa stacji)	Kontrolujący	Uwagi

Wzorzec	Gaz	Wynik ostatniego sprawdzenia zera/spanu wzorcem roboczym	Wynik kalibracji kontrolnej	Odchylenie w %
Generator ozonu				
Butla #1				
Butla #2				
Układ rozcieńczania z butlą				
Rurka permeacyjna				
Uwagi				

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-07/PB-01/PA	
	SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 1/7	Załącznik 0/0

SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA

Egzemplarz nr: 1		Data	Podpis
Opracował			
Sprawdził			
Zatwierdził			

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA		I-07/PB-01/PA
	SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA		Data: 7.06.2010
			Wydanie II
			Strona 2/7 Załącznik 0/0

Spis treści

1. Cel instrukcji	3/7
2. Zakres stosowania	3/7
3. Osoby odpowiedzialne	3/7
4. Szczegółowe zasady szacowania niepewności	3/7
4.1. Niepewność metody	4/7
4.2. Obliczenie niepewności rejestracji danych	5/7
4.3. Obliczenie niepewności układu poboru prób	6/7
4.4. Obliczenie niepewności kalibracji analizatorów	6/7
5. Dokumenty związane	7/7

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-07/PB-01/PA	
	SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 3/7	Załącznik 0/0

1. Cel instrukcji

Celem instrukcji jest ustalenie trybu postępowania przy szacowaniu niepewności w automatycznych pomiarach zanieczyszczeń powietrza.

2. Zakres stosowania

Niniejsza instrukcja stosowana jest przy szacowaniu niepewności w sieci automatycznego monitoringu jakości powietrza.

3. Osoby odpowiedzialne

Instrukcja obowiązuje wszystkich pracowników obsługujących sieć monitoringu powietrza atmosferycznego. Za nadzór nad realizacją niniejszej procedury odpowiada Kierownik (komórki organizacyjnej).

W przypadku implementowania procedur/instrukcji do systemu już akredytowanego (np. w ramach laboratorium WIOŚ) należy uwzględnić istniejące zakresy odpowiedzialności i obowiązków personelu tak, aby nie tworzyć niezgodności w systemie.

4. Szczegółowe zasady szacowania niepewności

Niepewność rozszerzona określa przedział wokół wyniku pomiaru, w którym można, z przyjętym prawdopodobieństwem, spodziewać się wystąpienia wartości oczekiwanej

$$U = k * u_C$$

Gdzie:

U niepewność rozszerzona,

k współczynnik rozszerzenia,

u_C standardowa złożona niepewność pomiaru.

Standardowa złożona niepewności pomiaru (u_C). Wyznacza się ją na podstawie niepewności wszystkich parametrów wpływających na wartość wyniku pomiaru:

- niepewności poboru prób - konstrukcja i parametry układu poboru,
- niepewności zastosowanej metody pomiarowej,
- niepewności stosowanych wzorców i niepewności sposobu wzorcowania,
- niepewności związanej ze sposobem rejestracji danych,

$$u_C = \sqrt{(u_1^2 + u_2^2 + \dots + u_n^2)}$$

w którym $u_{1..n}$ - standardowe niepewności poszczególnych elementów procesu pomiarowego.

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-07/PB-01/PA	
	SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 4/7	Załącznik 0/0

Dla automatycznego pomiaru zanieczyszczeń takich jak SO₂, NO_x, CO, O₃ na całkowitą niepewność pomiaru wpływa:

u_m niepewność metody (analyzer, sposób weryfikacji danych),

u_{rd} niepewność rejestracji danych,

u_{ppr} niepewność układu poboru próby,

u_{kal} niepewność kalibracji.

$$u_C = \sqrt{u_m^2 + u_{rd}^2 + u_{ppr}^2 + u_{kal}^2}$$

4.1. Niepewność metody

Jeżeli za niepewność metody przyjmiemy niepewność związaną z zastosowanym analizatorem oraz przyjętym sposobem weryfikacji danych, to uwzględniając najważniejsze czynniki wpływające na wynik pomiaru niepewność tę można określić zależnością:

$$u_m = \sqrt{u_{wd}^2 + u_{la}^2 + u_d^2 + u_{gt}^2 + u_{EC}^2 + u_{eksp}^2}$$

Gdzie:

u_{wd} niepewność związana z weryfikacją danych [%],

u_{la} niepewność związana z nieliniowością analizatora [%],

u_d niepewność związana z dryftem analizatora [%],

u_{gt} niepewność związana z wpływem temperatury próbki [%],

u_{EC} niepewność związana z efektywnością konwertera [%] (dotyczy analizatorów NO_x),

u_{eksp} niepewność określona na podstawie powtarzalności [%].

Jeżeli w systemie przyjęta zostanie zasada opisana w punkcie 5.2.4 instrukcji I-01/PB-01/PA, to za niepewność związaną z weryfikacją danych można przyjąć wartość:

$$u_{wd} = \frac{dp}{\sqrt{3}},$$

Gdzie:

dp przedział zmienności, wewnątrz którego nie dokonujemy korekty danych (w instrukcji I-01/PB-01/PA przyjęto $dp = 5$ [%]).

Niepewność związaną z nieliniowością analizatora wyznacza się z zależności:

$$u_{la} = \frac{ds}{\sqrt{3}},$$

Gdzie:

ds największa wartość wskazań wyliczona z zależności (9) zawartej w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza” (w przypadku braku danych, jako ds należy przyjąć największą wartość dopuszczalną - 5 %).

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-07/PB-01/PA	
	SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 5/7	Załącznik 0/0

Niepewność związaną z dryftem analizatora wyznacza się z zależności:

$$u_d = \frac{dm}{\sqrt{3}},$$

Gdzie:

dm największa wartość wskazań dryftu zaobserwowana w trakcie eksploatacji analizatora. Niepewność związaną z wpływem temperatury próbki na wynik pomiaru (zakres zmian temperatury wnętrza kontenera) u_{gt} , wyznacza się z zależności (27) zawartej w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.

W przypadku analizatorów NO_x należy dodatkowo uwzględnić wpływ efektywności konwertera na wynik pomiaru stężeń NO_2 . Niepewność związaną z efektywnością konwertera wylicza się z zależności:

$$u_{EC} = \frac{100 - E_{konw}}{\sqrt{3}},$$

Gdzie:

E_{konw} efektywność konwertera wyznaczona wg procedury (zależność 10) opisanej w „Przewodniku technicznej eksploatacji automatycznej stacji monitoringu jakości powietrza” (lub jako E_{konw} należy przyjąć najniższą wartość dopuszczalną - 95 %).

Ponadto niepewność uwzględniającą dodatkową charakterystykę analizatora szacuje się w oparciu o dane eksperymentalne wykonując badania związane z określeniem powtarzalności.

$$u_{eksp} = \frac{s}{C_g * \sqrt{n}} * 100$$

Gdzie:

s odchylenie standardowe od wartości średniej uzyskanej z n powtórzonych wyników pomiaru znanego stężenia C_g .

4.2. Obliczenie niepewności rejestracji danych

W przypadku przesyłania danych pomiarowych z analizatora do rejestratora danych za pomocą sygnału analogowego (napięciowego lub prądowego), na wartość niepewności wpływa głównie stopień nieliniowości przetworników cyfrowo-analogowych (DAC) analizatorów. Niepewność można wyznaczyć w oparciu o dane eksperymentalne porównania wielkości rejestrowanych w rejestratorze z generowanymi przez analizator (funkcja testowania sygnału analogowego). Sprawdzenie należy wykonać przynajmniej w 5 punktach zakresu pomiarowego, a do wyliczenia niepewności przyjąć maksymalny błąd względny

$$u_{rd} = \frac{\varepsilon}{\sqrt{3}}$$

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-07/PB-01/PA	
	SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 6/7	Załącznik 0/0

Gdzie:

ε maksymalny błąd względny [%] uzyskany z porównania wskazań rejestratora dla zadanych wartości napięć na wyjściu analogowym analizatora.

W przypadku cyfrowego przesyłania danych niepewność ta może być pominięta pod warunkiem właściwej obsługi analizatorów i rejestratorów danych, w tym okresowej kontroli przesyłania danych.

4.3. Obliczenie niepewności układu poboru prób

Niepewność układu poboru prób związana jest głównie ze stratami stężeń badanej substancji wynikającymi z konstrukcji oraz materiału wykonania układu poboru próby. Maksymalna dopuszczalna przez normę wielkość strat wynosi 2%.

Krajowe Laboratorium Referencyjne posiada sprzęt do badania strat w układzie poboru próby i w momencie uruchomienia jego działalności badania tego typu powinny być przeprowadzone. Do tego czasu proponuje się przyjąć wartość dopuszczalną przez normę to jest 2[%] pod warunkiem, że manifold wypełnia wymagania przytoczonych norm serii 14000, jest regularnie czyszczony i sprawdzana jest jego szczelność.

Dodatkowo w budżecie niepewności należy uwzględnić straty mierzonego stężenia wynikające z okresowej wymiany filtra cząstek stałych (maksymalna dopuszczalna wartość strat wg norm serii 14000 wynosi 3 %) .

Zatem, dla wyżej podanych wartości maksymalnych, jako niepewność układu poboru prób należy przyjąć wartość:

$$u_{ppr} = \sqrt{\left(\frac{2}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{3}{\sqrt{3}}\right)^2}$$

4.4. Obliczenie niepewności kalibracji analizatorów

- Wzorcowanie wykonane z użyciem układu dynamicznego rozcieńczania:

$$u_{kal} = \sqrt{u_{gaz}^2 + u_{MFC,g}^2 + u_{MFC,p}^2}$$

Gdzie:

u_{gaz} niepewność stężenia gazu wzorcowego w butli (ze świadectwa wzorcowania) [%]

$u_{MFC,g}$ niepewność pomiaru przepływu gazu wzorcowego za pomocą MFC (ze świadectwa wzorcowania) [%]

$u_{MFC,p}$ niepewność pomiaru przepływu powietrza rozcieńczającego za pomocą MFC (ze świadectwa wzorcowania) [%]

Wojewódzki Inspektorat Ochrony Środowiska w	INSTRUKCJA	I-07/PB-01/PA	
	SZACOWANIE NIEPEWNOŚCI W AUTOMATYCZNYCH POMIARACH ZANIECZYSZCZEŃ POWIETRZA	Data: 7.06.2010	
		Wydanie II	
		Strona 7/7	Załącznik 0/0

- Kalibracja rozcieńczonym gazem

Niepewność stężenia podawanego na analizator jest równa niepewności gazu wzorcowego w butli (ze świadectwa wzorcowania) [%]

$$u_{kal} = u_{gaz}$$

- Kalibracja z zastosowaniem układu permeacyjnego

$$u_{kal} = \sqrt{u_{rp}^2 + u_{pp}^2}$$

Gdzie:

u_{rp} niepewność rurki permeacyjnej (ze świadectwa wzorcowania) [%]

u_{pp} niepewność układu regulacji przepływu powietrza rozcieńczającego (ze świadectwa wzorcowania) [%]

- Niepewność kalibracji analizatora O₃

Niepewność kalibracji miernika O₃ jest równa niepewności kalibratora ozonu.

Przy stosowaniu wartości niepewności z w/w świadectw wzorcowań należy uwzględnić podane tam współczynniki rozszerzenia.

Dodatkowe informacje na temat szacowania niepewności znajdują się w „Przewodniku technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza”.

5. Dokumenty związane

- Instrukcja I-01/PB-01/PA „Gromadzenie i weryfikacja danych pomiarowych”.
- Instrukcja I-05/PB-01/PA „Walidacja metod badawczych automatycznych pomiarów zanieczyszczeń powietrza”.
- Przewodnik technicznej eksploatacji stacji monitoringu jakości powietrza, BMŚ, W-wa, 2010