No.

The Ministry of Environment and Sustainable Development (MESD)

The National Environmental Protection Agency (NEPA)

The Project
for
Strengthening the Air Quality Monitoring Capability
of
the National Reference Laboratory
of
the National Environmental Protection Agency
in
Romania

ANNEX

活動成果品

DECEMBER 2008

JAPAN INTERNATIONAL COOPERATION AGENCY

SUURI-KEIKAKU CO., LTD.

GREEN BLUE CORPORATION

GE
CR10
08-108

LIST of ANNEX

Annex 1. **Standard Operation Procedures (SOPs)**
標準作業手順書(SOPs)

1.1. Portable Dilution Equipment OGD-2000PT
携帯式希釈器 OGD-2000PT

1.2. Ozone Generator OZON3000
O_3 発生器 OZON 3000

1.3. Calibrating Dilution System EDA-2000
校正希釈システム EDA-2000

1.4. SO_2 and NO_2 Measurements
大気中の SO_2 及び NO_2 測定

1.5. Benzene Measurement
大気中のベンゼン測定

1.6. PM10 and PM2.5 Measurements
大気中の PM10 及び PM2.5 測定

1.7. Lead Measurement
大気中の鉛測定

1.8. Ammonia Measurement
大気中のアンモニア測定

1.9. Hydrogen Sulfide Measurement
大気中の硫化水素測定

Annex 2. **Technical Evaluation of Standard Operation Procedures (SOPs)**
標準作業手順に係る技術評価

Annex 3. **Operation and Maintenance Manual of NRL**
ラボラトリーオペレーション・メンテナンスマニュアル

3.1. Quality Manual
品質マニュアル

3.2. Equipment
機材の維持管理

3.3. Spare Parts
修理用部品

3.4. Chemical Reagents
試薬類

3.5. Liquid and Solid Waste
液体及び固体廃棄物処理

3.6. Safety and Health Control System
安全衛生管理

3.7. Documentation System
文書管理

3.8. Annual Budget Plan
年間予算計画

Annex 4. Guideline for Air Quality Monitoring Strategic Plan
大気質モニタリング戦略計画のためのガイドライン

Annex 5. Training Materials
研修資料

5.1. Training Course of Performance Analysis of the CO, NOx and SO_2 Analyzer
希釈校正システムを用いた測定機の性能試験に関する研修コース

5.2. Training Course of Heavy Metal Measurement Technique in the Air
大気中の重金属類の測定技術に関する研修コース

5.3. Training Course of Benzene Measurement in the Air
大気中のベンゼン濃度測定に関する研修コース

Annex 6. Monitoring Data
モニタリングデータ

6.1. SO2 Calibration Test in Monitoring Equipment Field

SO2 感度確認テスト (モニタリング機材分野)

6.2. NO Calibration Test in Monitoring Equipment Field
NO 感度確認テスト (モニタリング機材分野)

6.3. Result of PM10 Measurement
大気中の PM10 測定結果

6.4. Result of Lead Measurement

大気中の鉛測定結果

6.5. Result of Ammonia Measurement

大気中のアンモニア測定結果

6.6. Result of Benzene Measurement

大気中のベンゼン測定結果

6.7. Result of SO_2 and NO_2 Measurements

大気中の SO_2 及び NO_2 測定結果

6.8. Example of Air Quality Monitoring Data of Romania

ルーマニアの大気モニタリングデータの例

6.9. Form from Romania to the EU

ルーマニアから EU への報告書式

6.10. Part of White Book of Romania(Result of Air Quality Monitoring)

2006 年ルーマニア環境報告書の一部(大気モニタリング結果)

Annex 7. Others

その他

ANNEX 1

Standard Operation Procedures (SOPs)

標準作業手順書 (SOPs)

List of Annex1

1.1. PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU DILUATORUL PORTABIL OGD 2000 UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZOARELOR DE CO, NOx, SO_2

Portable Dilution Equipment OGD-2000PT

携帯式希釈器 OGD – 2000

1.2. PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU GENERATORUL DE OZON 3000 UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZORULUI DE OZON

Ozone Generator OZON3000

O3 発生器　OZON 3000

1.3. INSTRUCȚIUNI DE FOLOSIRE A DILUTORULUI EDA 2000 (Ver.2)

Calibrating Dilution System EDA-2000 (Ver.2)

校正希釈システム　EDA-2000 Ver.2

1.4. PROCEDURA DE MĂSURARE PENTRU DETERMINAREA CONCENTRAȚIEI DIOXIDULUI DE AZOT ŞI DIOXIDULUI DE SULF DIN AERUL ÎNCONJURĂTOR PRIN METODA ION CROMATOGRAFICĂ

SO_2 and NO_2 Measurements

大気中の SO_2 及び NO_2 測定

1.5. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU MĂSURAREA CONCENTRAȚIEI DE BENZEN ÎN AERUL ÎNCONJURATOR

Benzene Measurement

大気中のベンゼン測定

1.6. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU DETERMINAREA GRAVIMETRICĂ A FRACȚIEI PM10 DE PULBERI ÎN SUSPENSIE DIN AERUL ATMOSFERIC

PM10 and PM2.5 Measurements

大気中の PM10 及び PM2.5 測定

1.7. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRUANALIZA PLUMBULUI PRIN AAS

Lead Measurement

大気中の鉛測定

1.8. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU DETERMINAREA AMONIACULUI

Ammonia Measurement

大気中のアンモニア測定

1.9. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU DETERMINAREA HIDROGENULUI SULFURAT

Hydrogen Sulfide Measurement

大気中の硫化水素測定

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENŢIA NAŢIONALĂ PENTRU PROTECŢIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECŢIA LABORATOARELE NAŢIONALE DE REFERINŢĂ

1.1. PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU DILUATORUL PORTABIL OGD – 2000 UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZOARELOR DE CO, NOx, SO_2

携帯式希釈器 OGD - 2000 標準作業手順書（SOP）
－CO、NOx、SO_2 測定機の点検用として使用－

目次

1. 目的
2. 適用範囲
3. 参考文献及び関係文書
4. 定義及び略称
   4.1 定義
   4.2 略称
5. 作業工程フロー
6. 作業内容
   6.1. 携帯式希釈器 OGD-2000 の原理と機能
   6.2. 必要機材
   6.3. 装置構成
      6.3.1 携帯式希釈器 OGD-2000／ 6.3.2 測定機／ 6.3.3 吸引ポンプ／
      6.3.4 ゼロガス発生器・コンプレッサー／ 6.3.5 標準ガス、接続治具等
   6.4. 機器の準備
      6.4.1 携帯式希釈器 OGD-2000 の準備／ 6.4.2 CO、NOx、SO2 測定機の準備／
      6.4.3 ゼロガス発生器の準備
   6.5. 作業実施
      6.5.1 CO、NOx、SO2 測定機の校正／ 6.5.2 直線性の点検／
      6.5.3 短期スパンドリフトの点検／ 6.5.4 GPT によるコンバータ効率の点検／
      6.5.5 応答速度の点検／ 6.5.6 再現精度の点検／
      6.5.7 測定機の予防保守／
7. 保守頻度
8. 責任者関連事項
9. 労働安全技術に関する規格
10. 記録書式
11. 附属書（作業指示書）

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECȚIA LABORATOARELE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ

1.1. PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU DILUATORUL PORTABIL OGD – 2000 UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZOARELOR DE CO, NOx, SO_2

Portable Dilution Equipment OGD-2000PT

COD: PSL 5.4. - 11

APROBAT:

NUME....., Director Executiv

(semnatura)……

ELABORAT:

Nume....., consilier

(semnatura)……

VERIFICAT:

Nume , sef serviciu .....

(semnatura)……

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de față este proprietatea **Laboratoarele Naționale de Referință – Serviciul Laborator Aer** aparținând AGENȚIEI NAȚIONALE PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul ANPM

Copiile sunt numerotate şi controlate.

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENRU PROTECȚIA MEDIULUI **Serviciul Laborator -Aer**	**PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU DILUATORUL PORTABIL OGD- 2000 UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZOARELOR DE CO, NOx, SO_2** **Cod: PSL 5.4 - 11**	Editia 1/data: Revizia 0 /data: Pagina 1 din 27 Exemplar nr.1

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL 5.4 -11 in data de Editia 1, Revizia0	Resp. Calit.		Dir. Gen.

Cuprins

1. Scop……..... 1
2. Domeniul de aplicare……..... 1
3. Documente de referință…….....1
4. Definiții şi prescurtări 1
4.1.Definiții.....1
4.2.Abrevieri.....2
5. Diagrama de Flux.....3
5.1.Diagrama de flux a procesului de lucru.....3
6. Descrierea activitatii.....4
Principiul de functionare al diluatorului portabil OGD-2000.....4
Aparatura si materiale necesare.....4
Descrierea aparaturii utilizare.....5
Pregatirea aparaturii.....10
Realizarea activitatilor.....10
7. Întreținerea periodică..... 15
8. Responsabilități.....15
8.1.Şef Laborator.....15
8.2.Responsabilul de încercare.....15
8.3.Responsabil calitate.....16
8.4.Responsabil metrogie.....16
9. Norme technica securitatii în munca.....16
10. Înregistrări…….....17
11. Anexe ……..……...……...18

1. SCOP

Prezenta procedură prezintă modul de utilizare a diluatorului portabil OGD - 2000 folosit la verificarea şi etalonarea analizoarelor de CO, NOx, SO2 din Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

Scopul acestei proceduri este de a utiliza corect diluatorul portabil OGD - 2000 în vederea etalonarii analizoarelor de CO, NOx, SO_2 , folosite la măsurarea concentrației standardelor de transfer (butelii de CO, NO, SO_2), cu care se realizează trasabilitatea în RNMCA.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura se aplică la verificarea analizoarelor de CO, SO_2, NO_x, conform standardelor europene pentru determinarea CO, SO_2, NOx, în Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

1.SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări

2. SR EN 14626/2005 Metoda standard de măsurare a concentrației de monoxid de carbon prin spectroscopie în infraroşu nondispersivă

3. SR EN 1412/ 2005 Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de sulf prin fluorescență în ultraviolet

4. SR EN 14211/ 2005 Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de azot şi monoxid de azot prin chemiluminescență

5. Manualele de operare ale aparatelor

4. DEFINIȚII ŞI PRESCURTĂRI

4.1. Definiții

Etalonare: comparare a răspunsului analizorului la o concentrație cunoscută a gazului cu o incertitudine cunoscută.

Abatere de liniaritate: deviația maximă de la dreapta de regresie liniară a mediei unei serii de măsurări la aceeaşi concentrație.

Domeniu de certificare: domeniul de certificare pentru care este validat analizorul.

Trasabilitate: proprietatea rezultatului unei măsurători sau valoarea unui standard / etalon prin care aceasta poate fi raportată la referințe stabilite, printr-un lanț neântrerupt de comparări toate având incertitudini stabilite, de obicei standarde naționale sau internaționale.

4.2 Abrevieri

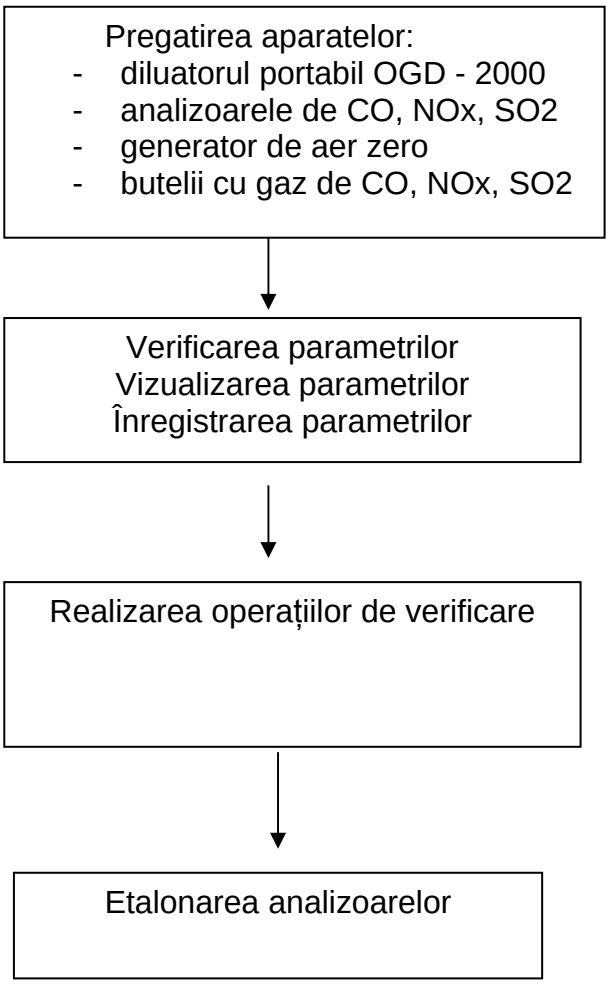
FL – formular de lucru

IL – instrucțiune de lucru

RNMCA – rețea națională de monitorizare a calității aerului

5. DIAGRAMA DE FLUX

5.1. Diagrama de flux a procesului de lucru



6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Principiul de funcționare al diluatorului portabil OGD - 2000

Diluatorul portabil OGD – 2000 este un aparat utilizat pentru diluarea gazului de concentrație mare, operație necesară pentru etalonarea analizoarelor de CO, SO2 şi NOx, verificarea liniarității şi a deviației de span a acestora dar şi pentru titrarea în fază gazoasă (GPT) utilizată la verificarea eficienței convertorului analizorului de NOx.

Principiul de funcționare este următorul: se introduc gazul standard de concentrație ridicată şi aerul zero la debite controlate de către regulatoare de debite (MFC) pentru a se obține la concentrația dorită. Cu amestecul de gaz obținut, se alimentează analizorul în vederea efectuarii calibrarii sau a verificărilor necesare.

Echipamentul utilizează o metodă de control al debitului cu debitmetre de masă, astfel că se poate efectua etalonarea fără a fi necesare precauții privitoare la condițiile mediului înconjurător, precum temperatură sau presiunea în locul unde se efectuează etalonarea.

6.2. Aparatură şi materiale necesare

- Diluatorul portabil OGD – 2000
- Analizor
- pompă
- Sursă de gaz zero: compresor, generator pentru gaz zero
- Sursă de gaz etalon:butelii cu gaz etalon SO2 , CO, NOx
- Sistem de dilutie OGD 2000 (doar pentru stațiile care au butelii cu concentrație mare)
- Tuburi de teflon, fitinguri
- **Filtru cu cărbune activ şi cu purafil** pentru aer zero
- Filtru particule (poziționat în spatele analizorului)

6.3. Descrierea aparaturii utilizate

6.3. 1. Diluatorul portabil OGD – 2000

Diluatorul portabil OGD – 2000 este un aparat care are in interior două debitmetre (MFC1 pentru aer zero şi MFC 2 pentru gaze) care controlează debitul aerului zero şi a gazului , o cameră de amestec, una de reacție, un generator de ozon pentru GPT, trei electrovalve care prin deschiderea lor permit pătrunderea gazului. In figura 1 de mai jos este prezentată schema generală a Diluatorului portabil OGD – 2000.

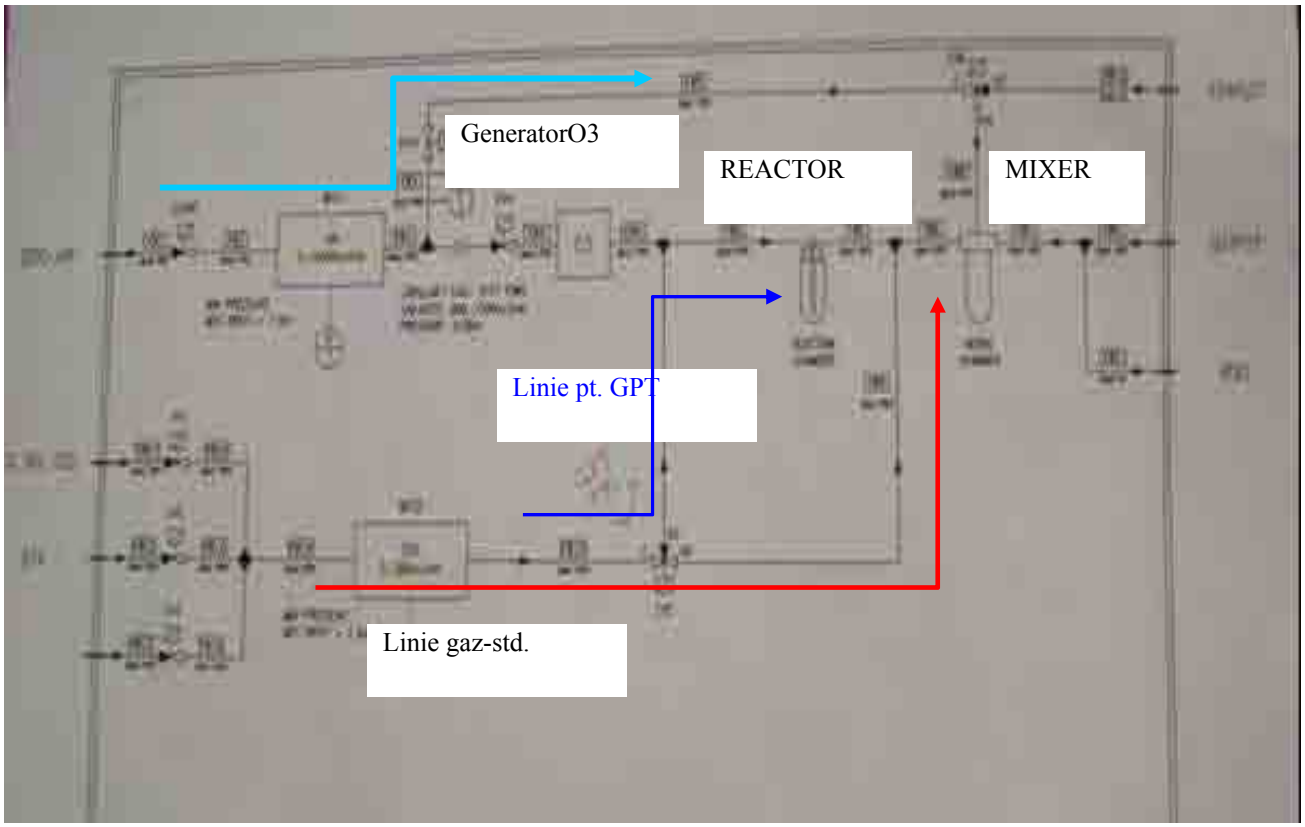


Fig. 1 Schema generală a Diluatorului portabil OGD – 2000

În cazul când se diluează doar gazul standard din butelii, conform schemei aerul zero trece prin traseul de culoare bleu, iar gazul standard prin cel de culoare roşie. O parte din aerul zero iese pe la racordul **Exhaust** iar cealaltă parte merge în camera de amestec unde are loc diluarea gazului standard, apoi iese pe la racordul **Output** pentru a intra în analizor.

In cazul calibrării analizoarelor de ozon, este nevoie să fie generat ozon. Se poate genera concentrația de ozon dorită prin reglarea intensității luminoase a lămpii UV a generatorului de ozon (traiectul galben). In acest caz nu mai este nevoie de gaz din butelii şi trebuie închise porturile GAS 1,2 şi 3. Gazul ozon generat va fi diluat cu gazul-zero venit de pe linia desenată în culoarea bleu şi introdus în analizorul de ozon prin **Output**.

Dilutorul mai poate fi folosit şi pentru titrarea în fază gazoasă (GPT). Procedura în acest caz este de a pune în reacție chimică gaz NO de concentrație cunoscută cu gaz ozon de concentrație necunoscută şi să calculeze concentrația inițială a ozonului din concentrațiile gazelor NO şi NO2.

Această metodă permite determinarea cu precizie a cantității de ozon generate, ozonul putând fi folosit la calibrarea de analizoare de ozon. Pe lângă aceasta, prin ghidarea gazului NO2 simultan generat către un analizor de NOx se poate încerca determinarea experimentală a eficienței convertorului NO2- NO încorporat în analizorul de NOx. In cazul titrării în fază gazoasă, se vor folosi traseiele albastru, galben şi bleu, iar temperatura din spațiu de operare a aparatului trebuie să fie menținută temperatura constantă, deoarece intensitatea radiației furnizate de lampa de ozon este puternic influențată de condițiile de temperatură din jurul acesteia.

Comutarea traseelor pneumatice se poate face prin comutarea valvelor electromagnetice, care se operează manual cu ajutorul butoanelor aflate pe partea frontală a aparatului.

6.3.2. Analizoare

Cu ajutorul acesrtui diluator pot fi etalonate sau verificate analizoarele de CO, SO2 sau NOx.

1. Analizor de CO

Analizorul de monoxid de carbon ML 9830B utilizează o metoda de măsurare a concentrației de monoxid de carbon prin spectroscopie în infraroşu nondispersivă.

Diagramei generală a analizorului este prezentată in din fig.2.

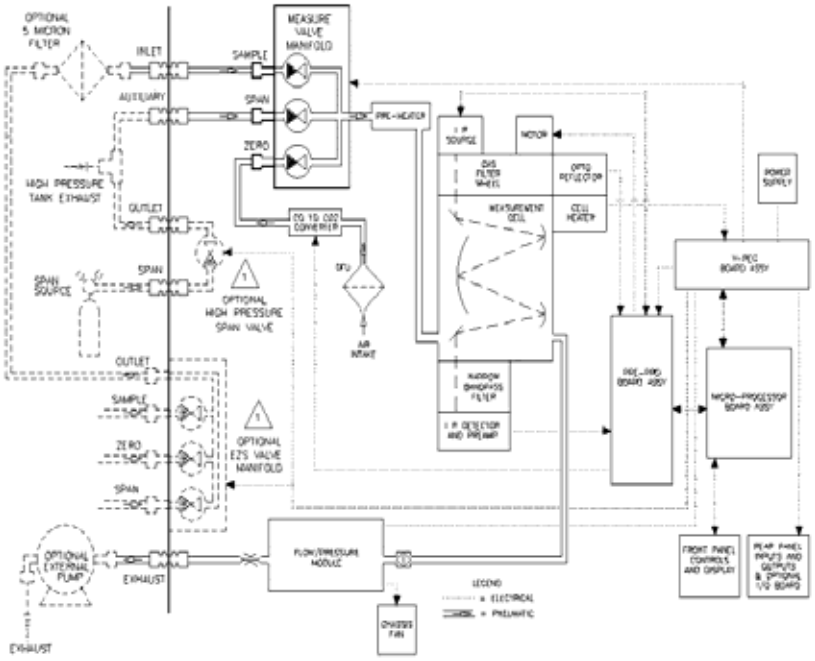


Fig. 2 Diagrama generală a analizorului

2. Analizor de SO_2

Analizorul de dioxid de sulf ML 9850B utilizează o metodă standardizată pentru măsurarea concentrației prin fluorescență în ultraviolet.

Diagrama analizorului este prezentată în figura 3.

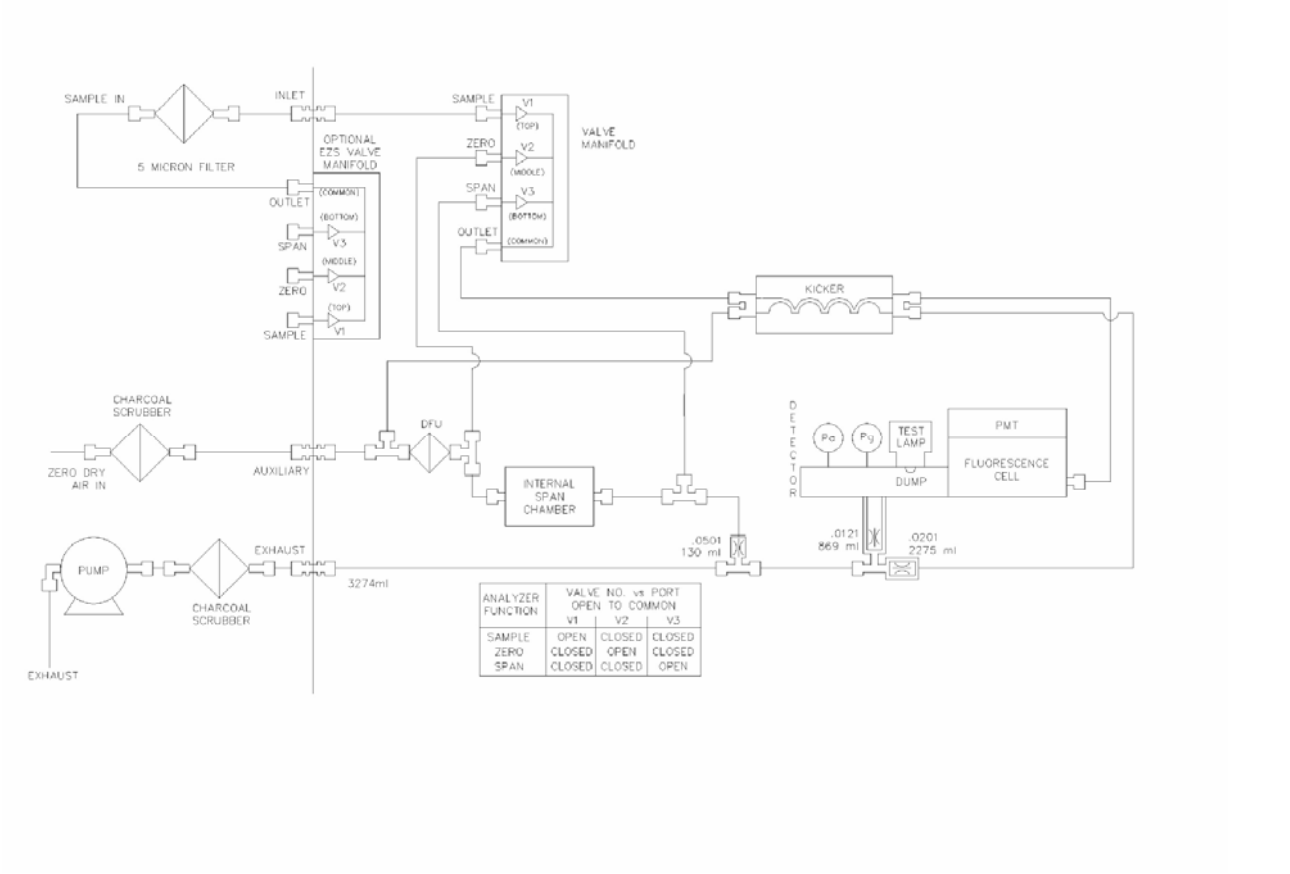


Fig. 3 Diagrama generală a analizorului

3. Analizor de NO_X

Analizorul de oxizil de azot ML 9841B utilizează o metodă standardizată pentru măsurarea concentrației prin chemiluminescență.

Diagrama analizorului pentru determinarea oxizilor de azot este prezentată în figura 3.

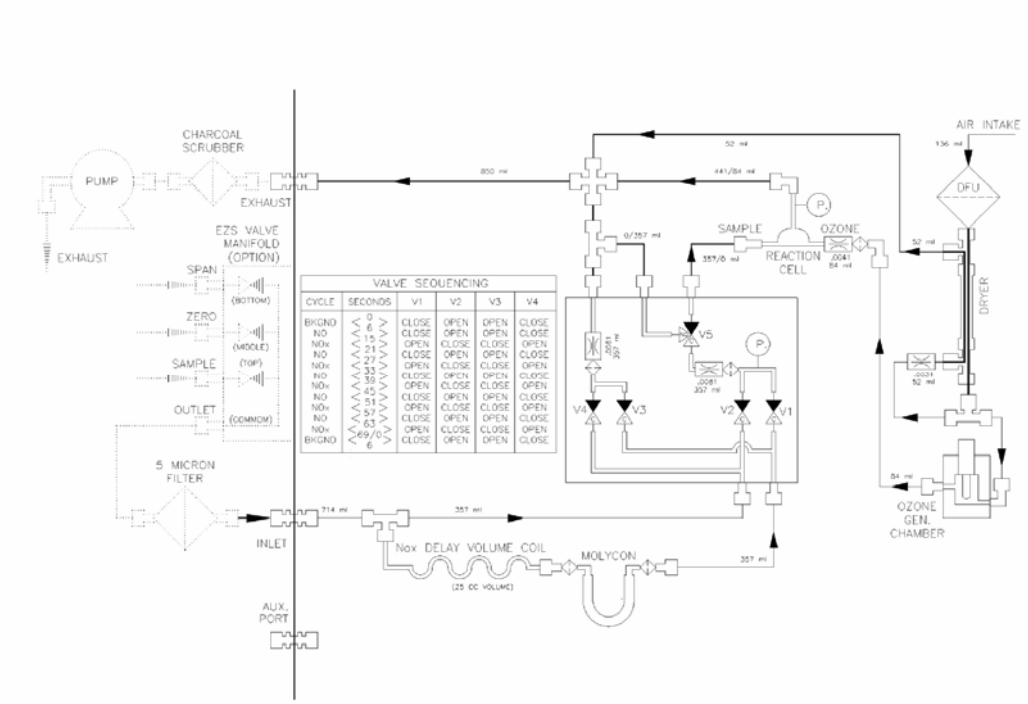


Fig.4 Diagrama analizorului ML 9841B pentru determinarea oxizilor de azot

6.3.3. Pompa

Pompa externă produce un vid puternic pentru a menține un flux constant şi condiții de măsurători optime a instrumentului. Natura reacției de chemiluminiscență necesită prezența unui vid puternic în celula de reacție astfel încât măsurătoarea să fie satisfăcătoare.

6.3.4. Generator de aer zero cu compresor pentru furnizarea gazului de aer zero necesar diluatorului portabil OGD - 2000 pentru diluarea gazului de concentrație mare utilizat la verificarea la capăt de scală a analizoarelor de CO, SO_2, NOx. Aerul zero se mai utilizează şi pentru verificarea de zero a analizorului de ozon.

6.3.5. Materiale, reactivi şi gaze etalon

Trasee, tubulaturi, fitinguri

Materialele folosite pentru trasee, tubulaturi trebuie să fie din materiale inerte care să nu interfereze cu proba cum ar fi cele din teflon ori sticlă borosilicată. Verificați dacă nu există particule materiale colectate

în tuburi şi efectuați curățarea acestuia. Toate fitingurile şi garniturile trebuie să fie din teflon sau oțel inoxidabil.

Filtru de particule: montat la intrarea în analizor a probei de gaz etalon.

Filtru cu cărbune activ şi cu purafil: se foloseşte la curățarea aerului zero produs de generatorul de aer zero pentru etalonarea de zero/ span a analizorului. Se montează pe

tubul pe care iese aerul zero de la generatorul de aer zero înainte de a intra în analizor.

Gaze etalon: sunt butelii cu concentrații cunoscute de CO, NO, SO_2 trasabile la standardele naționale folosite pentru verificarea etalonării.

Aer zero: este produs cu ajutorul generatorului de aer zero şi este necesar pentru realizarea etalonării.

6.4. Pregătirea aparaturii

Pregătirea aparatelor presupune o serie de operații preliminare cum ar fi: pornire, verificarea parametrilor de funcționare şi realizarea conexiunilor aferente conform instrucțiunilor de lucru specifice.

6.4.1. Pregătirea diluatorului portabil OGD – 2000

Se verifică în FL-laborator -01 Formular de inregistrare a operațiilor de **verificare şi** întreținere a aparaturii dacă regulatoarele de debit ale diluatorului portabil au fost verificate în ultimele 6 luni şi rezulatele acestor verificări. Dacă verificarea nu a fost realizată in acest interval, se realizează conform ILInstrucțiuni de lucru pentru verificarea regulatoarelor de debite pentru diluatorul portabil

6.4.2. Pregătirea analizoarelor de CO, NOx, SO2

Se verifică parametrii analizorului şi se notează în FL -01- Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului Dacă se constată că valorile parametrilor ies din valorile indicate de manual se anunță personalul de întreținere şi operația se realizează după ce aparatul a fost reparat.

6.4.3. Pregatirea generatorului de aer zero

Se verifică în FL-laborator -01 Formular de inregistrare a operațiilor de **verificare şi** întreținere a aparaturii dacă convertorul şi filtrele de cărbune activ şi purafil au fost înlocuite în perioada recomandată.

6.5. Realizarea activităților

6.5.1. Etalonarea analizoarelor de CO, NOx, SO_2

Etalonarea analizorului se realizează prin compararea concentrației indicate de analizor cu concentrația gazelor standardizate de concentrații cunoscute.

La 1 lună se efectuează o etalonare a analizorului cu un standard certificat şi după operațiile de înreținere şi reparație a analizorului.

Concentrația care se foloseşte este de cca.70 - 80% din domeniul de certificare.

Puritatea gazului zero este mai mică decât limita de detectare a analizorului

Pentru etalonarea analizorului se fac următoarele măsurători:

- etalonarea de zero
- etalonarea de capăt de scală (span)

Operatila se realizează conform IL... Efectuarea operației de etalonare (calibrare) a analizoarelor

6.5.2. Verificarea liniarității

Se acceptă încercarea abaterii de liniaritate la o specificație mai mică (de exemplu ± 6 % din valoarea măsurată). Dacă analizorul nu trece această specificație, acesta trebuie înlăturat din amplasament, abaterea de liniaritate supunându-se mai departe unei verificări mai riguroase.

Abaterea de liniaritate a analizorului trebuie încercată folosind următoarele concentrații: 0 %, 20 %, 60 % şi 95 % din domeniul maxim certificat. La fiecare concentrație (inclusiv zero) trebuie efectuate cel puțin două citiri individuale.

Frecvența încercării:

După instalare şi după reparație, analizorul trebuie încercat în decurs de un an; dacă rezultatul acestei verificară este ≤ 2,0 % din valoarea măsurată, următoarea încercare trebuie efectuată într-un interval de 3 ani; dacă rezultatul este > 2,0 % dar ≤ 6,0 % analizorul trebuie retestat într-un interval de un an; dacă rezultatul este > 6,0% trebuie luate măsurile corespunzătoare.

Modul de lucru este descris în **IL... Efectuarea operației de verificarea liniarității a analizoarelor.** Incercarea se înregistrează în registrul stației în formularul FL-stație -01 -*Formular de inregistrare a a verificărilor aparaturii*

6.5.3. Verificarea deviației de span pe termen scurt

După stabilizarea analizorului, se înregistrează 20 de măsurări individuale, la concentrația de capăt de scală. Din aceste 20 de măsurări se calculează media pentru capăt de scală. Se repetă operația după 12 ore. Se calculează deviația cu formula:

$$D_{s,s} = \left(C_{s,2} - C_{s,1}\right) - D_{s,z}$$

unde

Ds,s deplasarea după 12 ore la capăt de scală (μmol/mol);

Cs,1 este media măsurărilor gazului de capăt de scală la începutul perioadei de deplasare (exact după calibrare) (μmol/mol);

Cs,2 este media măsurărilor gazului de capăt de scală la sfârşitul perioadei de deplasare (12 ore) (μmol/mol).

Modul de lucru este descris în **IL... Efectuarea operației de verificarea deviației de span pe termen scurt a analizoarelor.** Incercarea se înregistrează în registrul stației în formularul FL-stație -01 -*Formular de inregistrare a a verificărilor aparaturii*

6.5.4. Verificarea eficienței convertorului prin titrare în fază gazoasă (GPT)

Procedura în acest caz este de a pune în reacție chimică gaz NO de concentrație cunoscută cu gaz ozon de concentrație necunoscută şi să calculeze concentrația inițială a ozonului din concentrațiile gazelor NO şi NO2.

Această metodă permite determinarea cu precizie a cantității de ozon generate, ozonul putând fi folosit la calibrarea de analizoare de ozon. Pe lângă aceasta, prin ghidarea gazului NO2 simultan generat către un analizor de NOx se poate încerca determinarea experimentală a eficienței convertorului NO2-NO încorporat în analizorul de NOx.

Modul de lucru este descris în **IL... Efectuarea operației de verificare a eficienței convertorului analizorului de NOx prin titrare în fază gazoasă (GPT)**

6.5.5. Viteza de răspuns

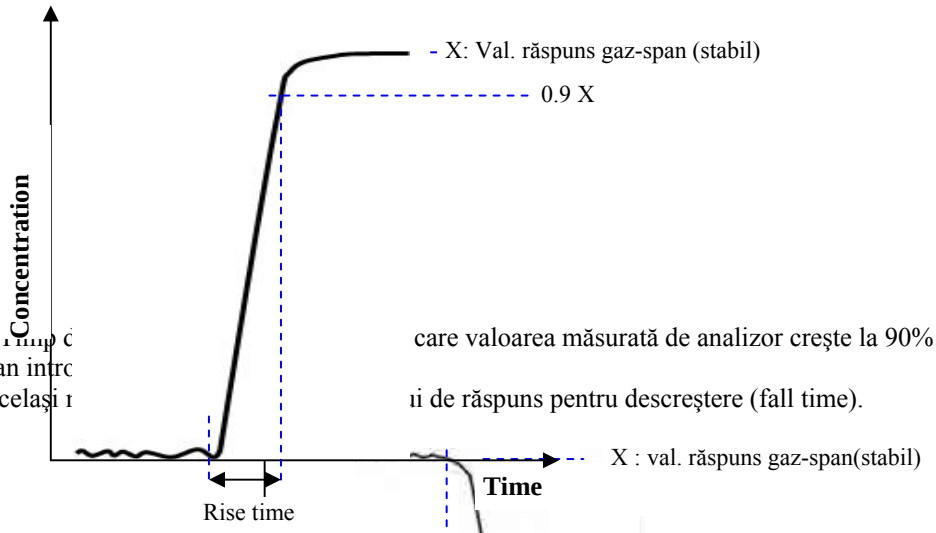
Precedura de introducere a gazului atunci când se doreşte culegerea de date pentru timpul de răspuns (creştere)
(considerăm o concentrație a gazului introdus de 200 ppb)

① Se generează gaz-standard din calibrator la valoarea teoretică de 200ppb.
② Se introduce gazul în analizor şi se înregistrează cu acuratețe valorile măsurate până la stabilizare. Apoi, se calculează 90% din această valoare (de ex., pentru o valoare a răspunsului stabil de 195ppb, 90% va fi 175.5ppb)
③ Se deconectează linia de gaz-standard de la analizor, conntinuându-se însă să se genereze gaz de la calibrator.
④ Imediat după aceasta se alimentează gaz-zero de la butelia de N2 către analizor (nu sub presiune, ci printr-o valvă astfel încât excedentul de gaz să poată ieşi). Rezultatul este că răspunsul analizorului va coborâ imediat la zero.
⑤ Se pregăteşte un cronometru.
⑥ Se conectează linia de gaz-standard la analizor. Se porneşte cronometrul. Valoarea răspunsului creşte rapid.

Când răspunsul ajunge la 177.5ppb se opreşte cronometrul şi se citeşte timpul. Acesta este timpul de răspuns după normativele UE.

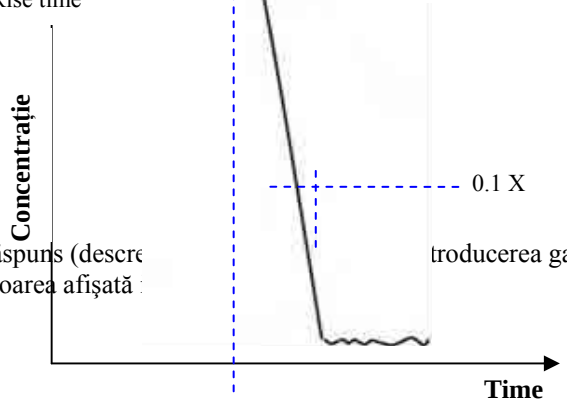
Viteza de răspuns variază în mod normal după concentrația gazului introdus, creşterea fiind rapidă pentru concentrații înalte şi lentă pentru concentrații joase.

Viteza depinde şi de principiul de măsurare şi de proiectare fiecărui echipament, fiind mai rapid pentru analizoarele de CO şi O3 şi mai lent pentru analizoarele de SO2 şi NOx. Pentru compararea răspunsurilor analizoarelor de acelaşi tip, măsurarea se face mai uşor în cazul în care se stabilesc dinainte nişte concentrații pentru gazul introdus.



Timp c care valoarea măsurată de analizor creşte la 90% din valoarea concentrației gazului span intro

In acelaşi r ii de răspuns pentru descreştere (fall time).



Timp de răspuns (descre troducerea gazului zero în care valoarea măsurată de analizor scade la 10% din valoarea afişată

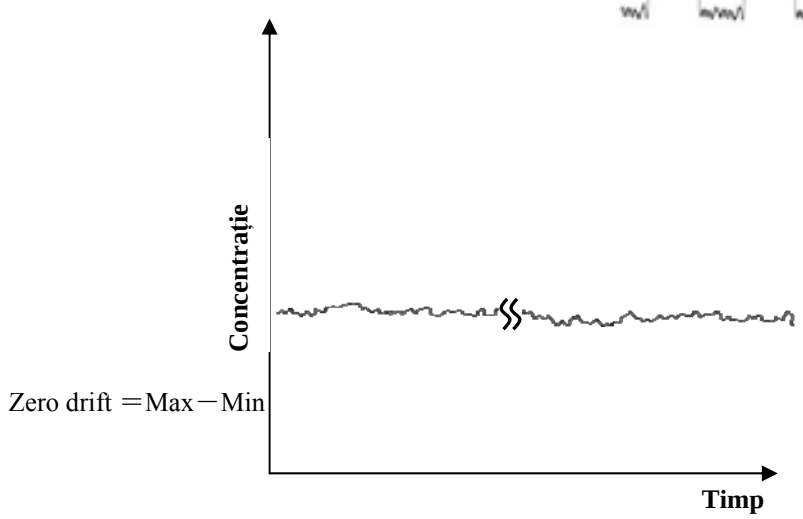
6.5.6. Precizia la repetare

Se introduce gaz de mai multe ori şi se apreciază precizia după diferența dintre ele.

Valoarea răspuns pt. gaz-span: X1, X2, X3

ariația în jurul zero (zero-drift)

Se introduce gaz-zero pentru un interval mai lung (e ıză valoarea variației răspunsului imediat după introducerea gazului cu cea imediat dina



6.5.7. Verificarea şi întreținerea preventivă a analizoarelor

Întreținerea preventivă are ca scop funcționarea corectă a analizorului, precum şi creşterea duratei de viață a acestuia.

Operațiile de întreținere preventivă şi reparații precum şi perioadele recomandate pentru efectuarea acestora sunt prezentate în procedurile specifice de lucru ale analizoarelor.

Efectuarea operațiilor de întreținere preventivă se face de către firma de service cu excepția unor operații care se efectuează de către operatorul laboratorului conform instrucțiunii IL - laborator -01 Instrucțiuni de

lucru privind efectuarea operațiilor de întreținere preventivă şi se înregistrează în registrul laboratorului în formularul FL - laborator -01 Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare.

Raportul elaborat de firma de service, se păstrează în registrul laboratorului.

7. Întreținerea periodică

Prezentul aparat nu conține elemente consumabile care să necesite înlocuire. Privitor la curățirea aparatului, este de ajuns să se facă operațiunea de purjare la fiecare folosire.

Referitor la deşeuri, prezentul aparat nu conține elemente consumabile, deci controlul deşeurilor nu este necesar.

În vederea bunei desfăşurări a activității, la sfârşitul fiecarui an responsabilul de analiză întocmeşte necesarul de consumabile necesare desfăşurării analizei (reactivi, filtre, sticlărie, butelii, MRC, materiale diverse) şi îl transmite şefului de laborator în vederea întocmirii referatelor de necesitate şi bugetului pentru anul care va urma.

Necesarul de piese de schimb este cuprins în contractul de mentenanță încheiat pentru fiecare echipament şi este exclusiv în sarcina firmei prestatoare de servicii

8. RESPONSABILITĂȚI

8.1. Şef de laborator

8.1.2. Verifică modul în care sunt aplicate prevederile prezentei proceduri specifice de lucru şi ale instructiunilor de lucru

8.1.3. Verifică periodic datele care se operează în documentele de înregistrare: caiete de lucru, registru de prelevare probe, registru de inregistrare probe

8.1.4. Verifica si semneaza rapoartele de incercare

8.1.5. Urmareşte programul de etalonare, de mentenanță şi verificare metrologică

8.1.6. Urmareşte modul de lucru în timpul efectuării analizelor

8.2. Responsabil analiză/încercare

1 Pregateste aparatura pentru efectuarea analizei

2 Efectueaza analiza si inregistreaza proba in registrul de analiza,

3 Întocmeşte rapoarte de incercare

4. Asigura ordinea si curatenia la locul de munca

5. Isi insusesc si respecta prevederile prezentei proceduri specifice de lucru si ale instructiunilor de lucru

6. Aduc la cunostinta sefului de laborator orice neconformitate aparuta in activitate, precum si orice disfunctionalitate aparuta in functionarea aparaturii de laborator.

7. Respectă normele de protecție şi securitate a muncii

8.3. Responsabil calitate

8.3.1 Difuzează prezenta procedură

8.3.2 Gestionează originalul procedurilor

8.3.3 Asigură respectarea prevederilor procedurii din punct de vedere al sistemului de management implementat.

8.4. Responsabil metrologie

8.4.1 Menține legătura cu firma care asigură verificarea metrologica a aparatelor

9. Norme privind tehnica securității în muncă

1.Cablurile electrice trebuie sigilate şi protejate pentru a nu exista pericol de electrocutare.

2.Folosirea prizelor şi a prelungitoarelor cu împământare pentru evitarea producerii scurtcircuitelor.

3.Respectarea instrucțiunilor de lucru şi a măsurilor de protecție pentru buteliile de gaz la utilizarea acestora.

4.Verificarea etanşeității conexiunilor de la butelii, analizor, calibrator, pompă pentru a nu avea scăpări de gaze în camera de lucru.

5.Verificarea conexiunilor pneumatice, dacă sunt efectuate în conformitate cu diagramele şi în conformitate cu ceea ce indică manualul de utilizare a analizorului. Conexiunile trebuie să fie strânse bine.

6.Folosirea de plăcuțe de identificare care să permită recunoaşterea fiecărei componente din circuitul pneumatic şi electric.

7.Buteliile vor fi depozitate în locuri bine ventilate şi vor fi fixate bine pentu a se evita răsturnarea lor.

8.Dacă se utilizează buteliile, transportul şi utilizarea acestora trebuie făcute cu mare atenție. Acestea au o presiune ridicată în interior şi manipularea acestora trebuie să se facă cu foarte mare atenție. Dacă butelia cade accidental şi se rupe robinetul, aceasta poate exploda.

9.Regulatorul de presiune se va racorda la butelie prin fixarea colierului şi strângerea şurubului de presiune

10.Garnitura de etanşare dintre robinetul buteliei şi reductorul de presiune trebuie să fie în stare ireproşabilă. Verificarea garniturii se va face prin deschiderea robinetului buteliei şi apoi prin închiderea acestuia. Presiunea afişată pe manometru trebuie să fie constantă. În cazul în care presiunea scade, garnitura de etanşare trebuie înlocuită.

11. La deconectarea regulatoarelor de presiune de pe butelii se verifică dacă

robinetul buteliei este bine închis şi dacă a fost eliminat tot gazul din regulator, urmărind ca indicațiile manometrelor să fie zero. Se fixează cheia franceză cu partea fixă în jos.

Atenție! Pentru evitarea accidentelor nu trebuie să se afle nici o persoană pe direcția de ieşire a gazului din butelie. Persoana care demontează regulatorul de presiune trebuie să fie poziționată lateral față de direcția de ieşire a gazului.

10. Inregistrări

Nr. crt.	Denumire înregistrare	Cod document	Persoana care efectuează înregistrarea	Loc de arhivare-durată (ani)
1.	Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare	FL- laborator -01		Laborator……/5 ani
2.	Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare	FL- laborator -02		Laborator……/5 ani
3.	Formular de solicitare intervenție tehnica	FL-laborator -03		Laborator...../5 ani
4.	Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de CO ML 9830B	FL -05 -01		Laborator...../5 ani
5.				

11. Anexe

Nr. Crt.	Denumire înregistrare	Cod document	Loc de arhivare-durată (ani)
1.	Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului ML 9830B	IL 05 – 01	Laborator……/5 ani
2.	Instrucțiuni de lucru pentru conectarea şi pornirea sistemului de etalonare	IL 05 - 02	Laborator……/5 ani
3.	Instrucțiuni de lucru pentru realizarea etalonării analizorului	IL 05 - 03	Laborator...../5ani
4.			

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECȚIA LABORATOARELE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ

PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU DILUATORUL PORTABIL OGD – 2000 UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZOARELOR DE CO, NOx, SO_2

COD: PSL 5.4. - 11

APROBAT:

NUME....., Director Executiv

(semnatura)……

ELABORAT:

Nume....., consilier

(semnatura)……

VERIFICAT:

Nume , sef serviciu .....

(semnatura)……

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de față este proprietatea **Laboratoarele Naționale de Referință – Serviciul Laborator Aer** aparținând AGENȚIEI NAȚIONALE PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul ANPM

Copiile sunt numerotate şi controlate.

AGENȚIA PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI ..... **Stația de monitorizare.....**	**INSTRUCȚIUNI DE LUCRU PRIVIND ETALONAREA ANALIZOARELOR** **Cod: IL – 5.4.- 11-01**	Editia 1/data: Revizia 0 /data: Pagina 1 din 13 Exemplar nr. 1

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL 5.4 -11 in data de Editia 1, Revizia0	Resp. Calit.		Dir. Gen.

Cod: PSL 5.4- 11
Editia 1/data:
Revizia 0/data:

Cuprins

1. Scop

2. Domeniul de aplicare

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

4. DEFINIȚII ŞI PRESCURTĂRI

5. Abrevieri

6. Mod de lucru

7. Întreținerea periodică

8. Responsabilități

9. Norme privind tehnica securității în muncă

10. Evaluare şi documente

11. Inregistrări

12. Anexe

1. Scop

Instrucțiunile de lucru prezintă modul de etalonare a analizoarelor de de SO_2, CO, NOx cu ajutorul diluatorului portabil OGD 2000 PT. Această operație este necesară atât pentru realizarea unor măsurători precise ale concentrațiilor de SO_2, CO, NOx din aerul ambiental, cât şi pentru îndeplinirea cerințelor de controlul calității din stațiile de monitorizare ale Rețelei Naționale de Monitorizare a Calității Aerului.

2. Domeniul de aplicare

Metoda se aplică la analizoarele din stațiile de măsurare ale **Rețelei Naționale de Monitorizare a Calității Aerului**

Frecvența încercării:

- După instalare şi după reparație,
- La doua saptamani sau cand verificarea cetalonarii indica acest lucru

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

1.SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări

2. SR EN 14626/2005 Metoda standard de măsurare a concentrației de monoxid de carbon prin spectroscopie în infraroşu nondispersivă

3. SR EN 1412/ 2005 Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de sulf prin fluorescență în ultraviolet

4. SR EN 14211/ 2005 Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de azot şi monoxid de azot prin chemiluminescență

5. Manualele de operare ale aparatelor

4. DEFINIȚII ŞI PRESCURTĂRI

4.1. Definiții

Etalonare: comparare a răspunsului analizorului la o concentrație cunoscută a gazului cu o incertitudine cunoscută.

Abatere de liniaritate: deviația maximă de la dreapta de regresie liniară a mediei unei serii de măsurări la aceeaşi concentrație.

Domeniu de certificare: domeniul de certificare pentru care este validat analizorul.

Trasabilitate: proprietatea rezultatului unei măsurători sau valoarea unui standard / etalon prin care aceasta poate fi raportată la referințe stabilite, printr-un lanț neântrerupt de comparări toate având incertitudini stabilite, de obicei standarde naționale sau internaționale.

5. Abrevieri

FL – formular de lucru

IL – instrucțiune de lucru

RNMCA – rețea națională de monitorizare a calității aerului

6. Mod de lucru

6.1. Aparatură şi materiale

- Analizor
- Sursă de gaz zero: compresor, generator pentru gaz zero
- Sursă de gaz etalon:butelii cu gaz etalon SO_2 , , **CO, NOx**
- Sistem de dilutie OGD 2000 (doar pentru stațiile care au butelii cu concentrație mare)
- Tuburi de teflon

Sursele de gaz trebuie să furnizeze gaze de etalonare în exces față de necesarul analizorului iar surplusul se elimină prin orificiu al **OGD 2000 PT** (vent). Presiunea de alimentare trebuie să fie suficient de mare astfel încât prin vent să nu intre aerul ambiental (care poate influența determinarea).

6.2. Operatii preliminare

1. *Se verifică* dacă *standardele de transfer* (aer zero, gaz pentru capăt de scală) au fost certificate în ultimele 6 luni. Se verifica informatiile de pe eticheta acestora cât şi înregistrările din formularele statiei
2. Se schimbă filtrul de particule poziționat în spatele analizorului, conform IL-stație -01- Instrucțiuni de lucru privind efectuarea operațiilor de întreținere preventivă
Operația se înregistrează în FL-stație -01 Formular de inregistrare a operațiilor de **verificare şi** întreținere a aparaturii şi a sistemului de prelevare din stație
3. *Se pregătesc formularele pentru înregistrarea* operațiilor efectuate:

- cod FL –stație-02 Formular de inregistrare a operațiilor de etalonare
- cod FL -01- Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului

6.3. Montarea aparaturii

6.3.1. Conectarea sursei de aer zero

- se verifică/realizează legatura dintre compresor şi racordul generatorului de aer zero (**AIR IN)** printr-un tub de teflon
- se realizeaza legatura dintre racordul generatorului de aer zero (**HIGH PRESSURE OUT)** si sistemului de dilutie **OGD 2000** la **AIR IN** Pe acest traseu, se montează un scruber cu purafill/cărbune activ (acesta este si sensul, întâi purafil apoi carbune)

6.3.2. Montarea buteliei cu gaz etalon

a) Se montează reductorul de presiune:

- Se fixează garnitura de etanşare dintre robinetul buteliei şi reductorul de presiune. Garnitura trebuie să fie în stare ireproşabilă.
- Reductorul de presiune se va racorda prin fixarea colierului şi strângerea şurubului de presiune.
- Se verifică dacă garnitura este în stare bună prin deschiderea lentă a robinetului buteliei şi apoi prin închiderea acestuia; presiunea afişată pe manometru trebuie să fie constantă. În cazul în care presiunea scade, garnitura de etanşare trebuie înlocuită.

b) *Se elimină eventualele impurităţi prin purjare*:

- Se deschide robinetul buteliei
- Se deschide imediat ventilul reductorului de presiune lasând gazul să iasă din reductor
- Se inchide ventilul reductorului de presiune şi apoi cel al buteliei

Se repetă operaţia de cel puţin trei ori.

c) *Se montează traseul pentru gazul etalon*:

- pe tubul de teflon se introduc piuliţa şi garnitura, apoi se introduce tubul de teflon în racordul de ieşire al reductorului şi se înşurubează piuliţa.
- Celălalt capăt al tubului de teflon se introduce Ia racordul de intrare **GAS 1** al sistemului de dilutie **OGD 2000**

6.3.3. Conectarea analizorului

- Se conectează ieşirea OUT de la sistemului de dilutie **OGD 2000** la *filtrul de particule poziţionat în spatele analizorului* care este conectat la intrarea INLET a analizorului printr-un tub de teflon.

6.4. Pornirea aparaturii

a) Se conectează sistemul de dilutie **OGD 2000** la la sursa de curent, se comută butonul de pornire pe poziţia **I** şi se aşteaptă circa 45 min pentru a intra în regim.

b) *Alimentarea cu aer zero*

- se conectează compresorul la sursa de curent
- se conectează generatorul de aer zero la sursa de curent, se comută butonul de pornire pe poziţia **I**
- se deschide robinetul compresorului

- se regleză presiunea gazului la generatorul de aer zero la 2 bari prin utilizarea butoanelor de reglare.
- se aşteaptă până când ledul portocaliu se stinge (pentru a ne asigura că generatorul funcționează la parametrii optimi).

Atenție! Dacă se aprinde ledul roşu, generatorul nu funcționează corect şi trebuie anunțat personalul de service

Sursa de gaz trebuie să furnizeze gaze de etalonare în exces față de necesarul analizorului iar surplusul se elimină printr-un orificiu al piesei în formă de T (vent). Presiunea de alimentare trebuie să fie suficient de mare astfel încât prin vent să nu intre aerul ambiental (care poate influența determinarea).

c) *Alimentarea cu gaz etalon*:

- Se deschide încet ventilul buteliei, se verifică dacă presiunea indicată de primul manometru este mai mare decat presiunea reziduala a buteliei (10% din presiunea totala de 150 bari). Se notează presiunea din cilindru

Important: Se urmareste ca in timpul calibrarii presiunea indicata de primul manometru sa nu scada sub 10% din presiunea specificata pe eticheta buteliei

- Se deschide încet ventilul manometrului şi se verifică dacă presiunea indicată de al doilea manometru este în jur de 2 bari

d) *Ponirea sistemului de dilutie **OGD 2000***

- Se pune gaz devider pe poziția MANUAL
- Pe manometrul din spatele gaz devider se stabileşte valoarea 0,5 bari (pe scala neagră).
- Se fixează pe **AIR FLOW REGULATION** valoarea pentru concentrația la care se verifică analizorul, calculată pentru **gazul zero** conform celor prezentate în anexa.....
- Se fixează pe **CYLINDER FLOW REGULATION** valoarea pentru concentrația la care se verifică analizorul, calculată pentru **gazul etalon** conform celor prezentate în anexa.....

6.5. Verificarea concentrațiilor

Se verifica daca concentratia calculata este identica cu cea indicata de catre analizor . La fiecare concentrație (inclusiv zero) trebuie efectuate cel puțin două citiri individuale. Citirile concentrațiilor se realizează după stabilizarea acestora, după minim 15 minute.

Se calculează mai întâi debitele de aer zero şi gaz etalon necesare fiecărei concentrații.

Se au în vedere următoarele:

- Debitul maxim al regulatorului pentru aer zero este de 10 000 cc/min (indicata în manualul de operare al acestuia) iar cifra care corespunde la debitul maxim este de 999
- valoarea maximă a debitului regulatorului pentru gaz de 200 cc/min (indicata în manualul de operare al acestuia) şi valoarea care corespunde debitului maxim de 999.
- Nu se recomandă debite pentru gazul etalon mai mici de 20 cc/min

- Se verifica ca debitul furnizat de catre sistemul de dilutie **OGD 2000** sa asigure debitul necesar pentru analizor (indicat în manualul de operarea al acestuia) şi un exces de min. 10%.

6.5.1. Calculul debitelor necesare

Pentru calculul debitelor de aer zero se va folosi următoarea formulă:

$$cgaz = \frac{Dgaz * c_{butelie}}{D_{gaz} + D_{aer}} \qquad (1)$$

In care:

C_{gaz} = concentrația de gaz pe care dorim să o obținem
D_{gaz}= debitul de gaz
Daer = debitul de aer zero
$C_{butelie}$= concentrația gazului etalon din butelie

6.5.2. Mod de lucru

1. Se setează valoarea debitului de aer zero calculat prin introducerea cifrelor corespunzătoare la AIR FLOW REGULATION
2. Se apasa butonul AIR IN pentru a permite alimentarea cua aer zero
3. Se setează valoarea debitului de gaz de etalonare calculat prin introducerea cifrelor corespunzătoare la CYLINDER FLOW REGULATION
4. Se apasa butonul INPUT Gas 1 , INPUT Gas2 sau INPUT Gas 3 , functie de intrarea aleasa pentru a permite alimentarea cu gaz etalon.
5. Se aşteapta pana cand valorile citite pe **DILUTION AIR FLOW** si respectiv pe **CYLINDER FLOW REGULATION** sunt stabile.
6. Se citesc valorile afisate si se noteaza cu **$D_{gaz\ citită}$, (**cea de pe **DILUTION AIR FLOW) si,** respectiv **$D_{gaz\ citită}$**
7. Se aşteaptă până când valorile afişate pe display-ul analizorului sunt stabile
8. Se recalculează concentrația de gaz cu debitele de aer şi gaz indicate de diluatorul portabil utilizând formula (1) de mai sus
9. Se verifică dacă după 20 de minute valoarea indicată pe ecranul analizorului diferă de cea calculată cu mai mult de 5 ppb. Daca difera, se realizeza etalonarea aparatului conform punctului urmator

Se trec valoarile în cod FL –stație-02 Formular de inregistrare a operațiilor de etalonare şi valoarea Instrument Gain în FL -01-01 Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului

6.5.3. Reglarea analizorului la capăt de scală

Dacă după 20 de minute valoarea indicată pe ecranul analizorului diferă de cea calculată cu mai mult de 5 ppb, se face ajustarea de capăt de scală astfel:

- Din ecranul principal al analizorului apăsăm sageată jos. Va apărea START MANUAL CALIBATION.
- Alegem opțiunea YES.
- cu tasta SELECT merg Ia cifra pe care vreau să o schimb
- cu SAGETI SUS/JOS cresc sau descresc valoarea (se introduce valoarea concentratiei de pe butelie)
- se tastează ENTER . Va apărea Instrument Gain modificat
- tastăm din nou ENTER pentru a salva noua valoare a acestuia.

Se trece noua valoare a Instrument Gain în cod FL –stație-02 Formular de inregistrare a operațiilor de etalonare şi în FL -01-01 Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului

6.6. Demontarea aparaturii de etalonare

După stabilizarea valorilor de pe display se deconectează sistemul de etalonare astfel:

a) Demontarea buteliei cu gaz pentru capăt de scală

- se închide robinetul buteliei
- se închide robinetul regulatorului de presiune
- se demontează tubul de teflon de Ia intrarea INPUT GAS 1 a sistemul de dilutie **OGD 2000**
- Se închide INPUT GAS 1

b) Deconectarea sursei de aer zero

- se închide generatorul de aer zero comutând butonul de pornire pe poziția **O,**
- se deconectează generatorul de aer zero de la sursa de curent
- se deconectează compresorul de la sursa de curent
- se închide robinetul compresorului
- se deconectează generatorul de aer zero de la de Ia intrarea AIR IN a sistemul de dilutie **OGD 2000**
- Se închide AIR IN

c) Se închide sistemul de dilutie **OGD 2000**

7. Întreținerea periodică

Operațiile de întreținere periodică cele sunt prezentate în POS.

8. Responsabilități

Responsabilitățile personalului sunt cele sunt prezentate în POS.

9. Norme privind tehnica securității în muncă

Normele privind tehnica securității în muncă sunt cele sunt prezentate în POS.

10. Evaluare şi documente

Etalonarea se va trece în registrul stației cod FL –stație-02 Formular de inregistrare a operațiilor de etalonare iar valorile Zero Offset şi Instrument Gain se notează şi în FL -01-01 Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului de SO_2 ML 9850B .

11. Inregistrări

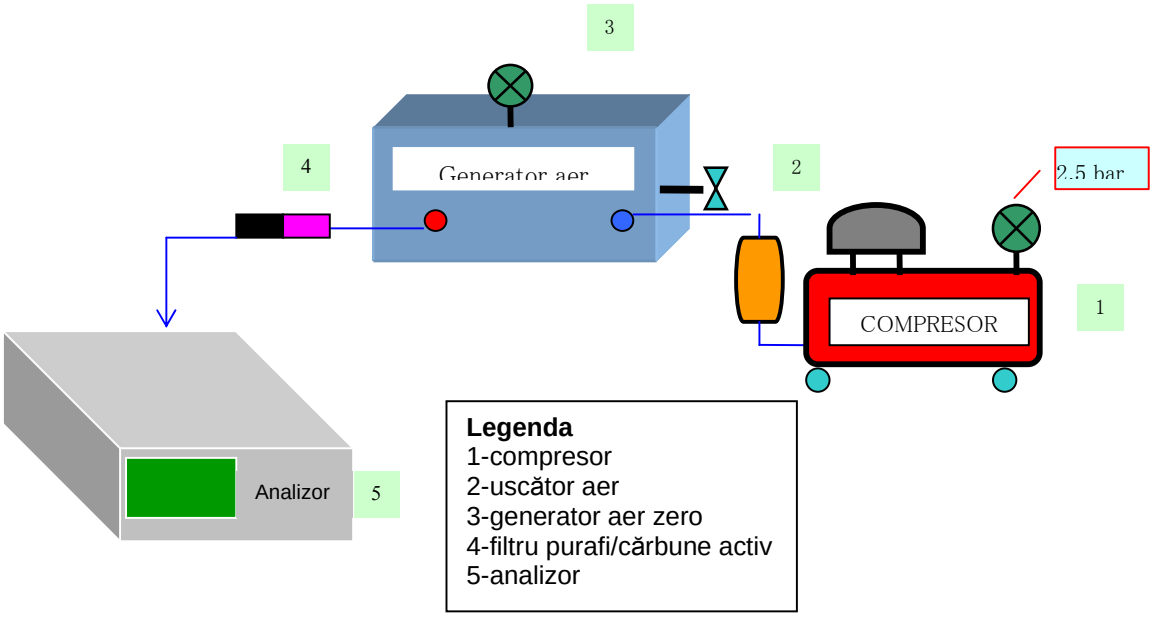
Nr. crt.	Denumire înregistrare	Cod document	Persoana care efectuează înregistrarea	Loc de arhivare-durată (ani)
1.	Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare	FL- laborator -01		Laborator……/ 5 ani
2.	Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare	FL- laborator -02		Laborator……/ 5 ani
3.	Formular de solicitare intervenție tehnica	FL-laborator -03		Laborator...../ 5 ani
4.	Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de CO ML 9830B	FL -05 -01		Laborator...../ 5 ani
5.				

12. Anexe

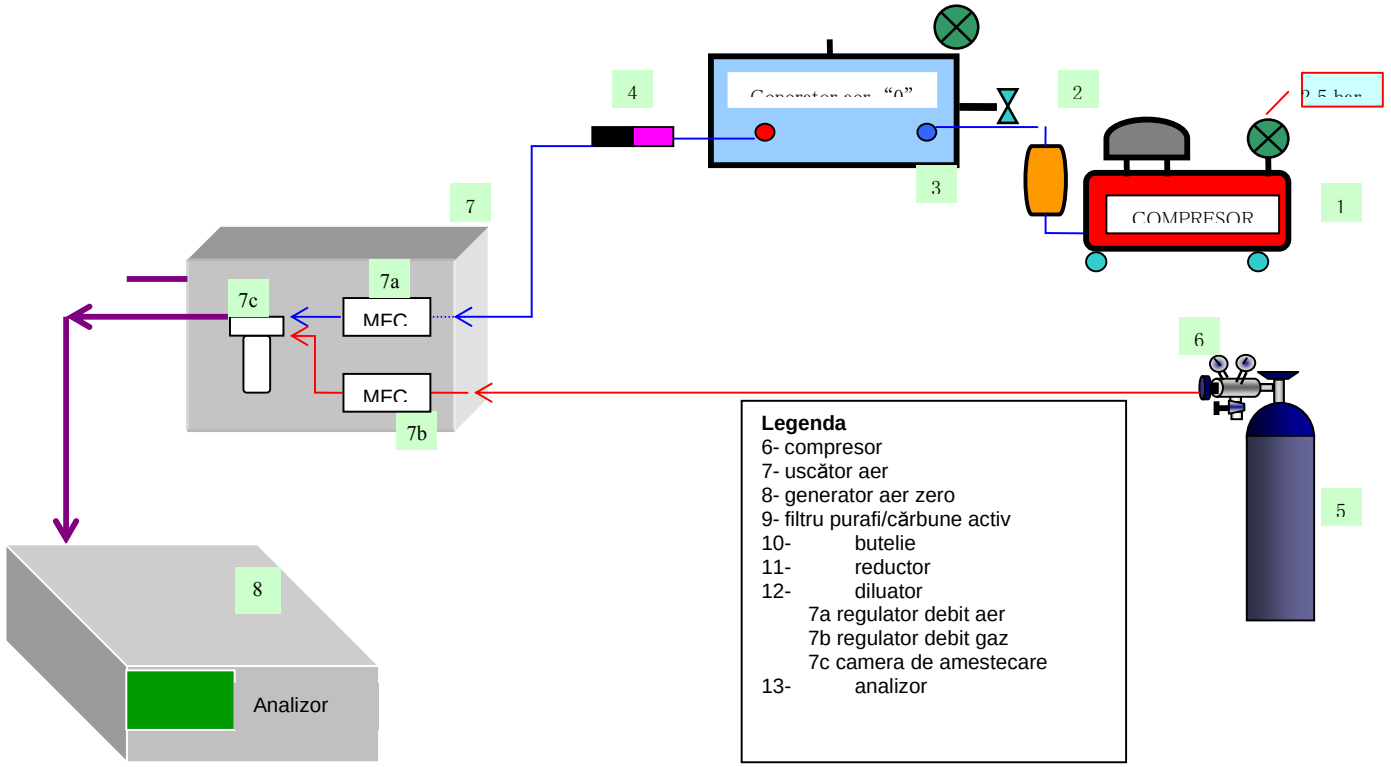
Nr. Crt.	Denumire înregistrare	Cod document	Loc de arhivare-durată (ani)
1.	Instrucțiuni de lucru de punere în	IL 05 – 01	Laborator……/5 ani

	funcțiune a analizorului ML 9830B		
2.	Instrucțiuni de lucru pentru conectarea şi pornirea sistemului de etalonare	IL 05 - 02	Laborator……/5 ani
3.	Instrucțiuni de lucru pentru realizarea etalonării analizorului	IL 05 - 03	Laborator...../5ani
4.			

Anexa nr. 1. Montarea aparaturii pentru etalonarea de zero a analizorului



Anexa nr. 2. Montarea aparaturii pentru etalonarea la capăt de scală (span) a analizor



MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ

1.2. PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU GENERATORUL DE OZON UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZORULUI DE OZON

O3 発生器 OZON 3000　標準作業手順書（SOP）
－O3 測定機の点検用として使用－

目次

1. 目的
2. 適用範囲
3. 参考文献及び関係文書
4. 定義及び略称
   4.1 定義
   4.2 略称
5. 作業工程フロー
6. 作業内容
   6.1. O3 発生の原理と機能
   6.2. O3 測定機の測定原理と妨害物質
   6.3. 装置構成
      6.3.1 Ozon-3000 による O3 発生／ 6.3.2 O3 測定機／ 6.3.3 吸引ポンプ／
      6.3.4 ゼロガス発生器・コンプレッサー／
   6.4. 標準ガス等の部材
   6.5. 作業方法
      6.5.1 装置の準備／
         6.5.1.1. O3 発生器／ 6.5.1.2. O3 測定機／ 6.5.1.3. ゼロガス発生器／
      6.5.2 測定機の校正／ 6.5.3 測定機の予防保守／ 6.5.4 O3 発生器の予防保守／
7. QA コントロール
   7.1 一般条項／ 7.2 校正頻度と維持管理／ 7.3 測定機の校正／
   7.4 ゼロ・スパン確認／ 7.5 直線性のずれ／ 7.6 ガス流路の点検／
   7.7 ゼロガス発生器作動の確認／ 7.8 O3 発生器の点検／
8. 定期点検
9. 労働安全技術に関する規格
10. 責任者関連事項
11. 記録書式
12. 附属書（作業指示書）

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ

1.2. PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU GENERATORUL DE OZON UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZORULUI DE OZON

Ozone Generator OZON3000

COD: PSL 5.4. - 07

APROBAT:

NUME....., Director Executiv

(semnatura)……

ELABORAT:

Nume....., consilier

(semnatura)……

VERIFICAT:

Nume , sef serviciu .....

(semnatura)……

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de față este proprietatea **Laboratoarele Naționale de Referință - Serviciul Laborator Aer** aparținând AGENȚIEI NAȚIONALE PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul ANPM

Copiile sunt numerotate şi controlate.

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI **Serviciul Laborator Aer**	**PROCEDURA SPECIFICA DE LUCRU PENTRU GENERATORUL DE OZON UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZORULUI DE OZON ML9810B** **Cod: PSL 5.4 - 07**	Editia 1/data: Revizia 0 /data: Pagina 1 din 23 Exemplar nr.1

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificări modificare Capitol, subcapitol, pagina modificată, conținut modificări	Nume, prenume, semnătura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL 5.4–07 in data de Editia 1, Revizia 0			Dir. Gen.

Cuprins

1. Scop.....5
2. Domeniul de aplicare.....5
3. Documente de referință.....5
4. Definiții şi prescurtări.....5
4.1. Definiții.....5
4.2. Prescurtări 6
5. Diagrama de flux a procesului de lucru.....6
6. Descrierea activității.....7
6.1 Principiul de funcționare a generatorului de ozon.....7
6.2 Principiul metodei de analiză a analizorului de O_3.....7
6.2.1. Interferenți.....8
6.3. Echipamente şi subansamble.....8
6.3.1. Generatorul de ozon.....8
6.3.2. Analizor de ozon.....9
6.3.3. Pompa de prelevare.....10
6.3.4. Generator de aer zero şi compresor.....11
6.4. Materiale, reactivi şi gaze standard.....11
6.5. Modul de lucru.....11
6.5.1. Pregătirea aparatelor 11
6.5.1.1.Pregătirea generatorului de ozon 11
6.5.1.2. Pregătirea analizorului de ozon.....12
6.5.1.3. Pregătirea generatorului de aer zero.....13
6.5.2. Etalonarea analizorului.....14
6.5.3. Verificarea şi întreținerea preventivă a analizorului.....15
6.5.4. Intreținerea preventivă a generatorului de ozon.....16
7. Asigurarea şi controlul calității.....16
7.1.Generalități.....16
7.2. Frecvența etalonărilor, verificărilor şi întreținerii.....16

7.3. Etalonarea analizorului.....17
7.4. Verificări la zero şi la capăt de scală.....18
7.5. Abaterea de liniaritate.....18
7.6. Verificare trasee de circulație a gazelor.....18
7.7. Verificarea funcționării generatorului de aer zero.....18
7.8. Verificare generator de ozon.....19
8. Întreținerea periodică.....19
8.1 Înlocuirea şi întreținerea consumabilelor, controlul deşeurilor.....19
9. Norme privind tehnica securității în muncă.....19
10. Responsabilități.....20
10.1. Şef Laborator.....20
10.2. Responsabilul de încercare.....21
11. Inregistrări.....21
12. Anexe 22

1. SCOP

Prezenta procedură prezintă modul de utilizare a generatorului de ozon folosit la verificarea şi etalonarea analizorului de ozon din Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

Scopul acestei proceduri este de a utiliza corect generatorul de ozon în vederea etalonarii analizorului de ozon folosit la determinarea concentrației standardelor de transfer cu care se realizează trasabilitatea în RNMCA.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Generatorul de ozon se utilizează la verificarea şi etalonarea analizoarelor de ozon conform SR EN 14625/2005 în Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

Pentru că este un aparat mobil, poate fi folosit şi ca standard de transfer, atunci cand se face o verificare a funcționalității analizoarelor din stațiile de monitorizare.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

3.1. SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări

3.2. SR EN 14625/2005 pentru măsurarea concentrației de ozon prin UV

3.3. Manualele de operare ale aparatelor

3.4. IL 06 – 01 Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului de ozon ML 9810 B

3.5. IL - 06 - 02 Instrucțiune de lucru pentru verificarea analizorului de ozon

3.6. IL - 07- 01 Instrucțiune de lucru pentru generatorul de ozon

4. DEFINITII ŞI PRESCURTĂRI

4.1. Definiții

Etalonare: comparare a răspunsului analizorului la o concentrație cunoscută a gazului cu o incertitudine cunoscută.

Abatere de liniaritate: deviația maximă de la dreapta de regresie liniară a mediei unei serii de măsurări la aceeaşi concentrație.

Domeniu de certificare: domeniul de certificare pentru care este validat analizorul.

Trasabilitate: proprietatea rezultatului unei măsurători sau valoarea unui standard / etalon prin care aceasta poate fi raportată la referințe stabilite, printr-un lanț neântrerupt de comparări toate având incertitudini stabilite, de obicei standarde naționale sau internaționale.

4.2. Prescurtări

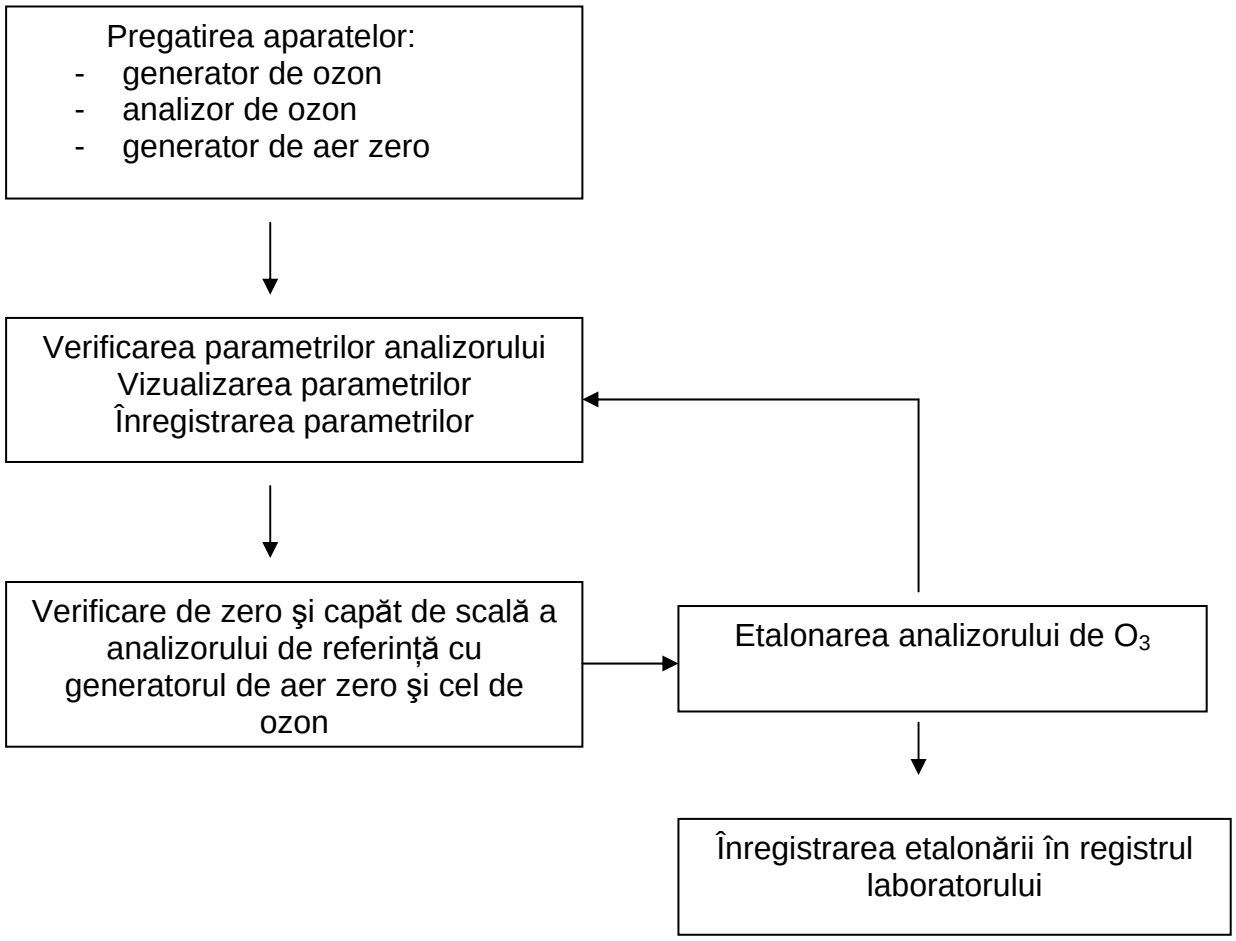
IL – instrucțiune de lucru

FL – formular de lucru

RNMCA – rețea națională de monitorizare a calității aerului

5. DIAGRAMELE DE FLUX

5.1. Diagrama de flux a procesului de lucru



6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Principiul de funcționare al generatorului de ozon

Generatorul de ozon 3000 este un aparat care generează o cantitate de ozon cunoscută cu ajutorul unei lămpi cu raze ultraviolete. Pentru a genera ozon lampa cu raze ultraviolete are nevoie de o cantitate de aer zero.

Concentrația de O3 generată este stabilită în funcție de debitul de aer zero şi de intensitatea luminii emise de către lampa cu raze ultraviole şi de aceea trebuie să se ajusteze potrivit condițiilor scrise în tabelul de calibrare (distribuit de către producator).

Schimbarea concentrației generată de ozon se va face schimbându-se curentul electric care este transmis spre lampa cu raze ultraviolete. Acest lucru se realizează prin schimbarea valorii de la butonul digital **Ozone regulator**, conform tabelului din certificatul emis de producător.

6.2. Principiul metodei de analiză a analizorului de O_3

Analizorul de ozon ML 9810B de O_3 este un aparat care măsoară exact concentrațiile de ozon din aer. Ozonul prezintă o absorbție puternică în spectrul ultraviolet de aproximativ 250 nm. Analizorul de ozon poate măsura cu acuratețe concentrațiile de ozon la mai puțin de 0.5 ppb. O lampă cu vapori de mercur este folosită ca sursă şi o fotodiodă solară cu vacumm este folosită ca detector. Un tub de sticlă serveşte ca celulă de absorbție.

În timpul *ciclului de referință* aerul este transmis printr- un scruber, care îndepărtează ozonul, către fotometru şi se determină intensitatea luminoasă (I_0). Valva este apoi comutată pentru a permite aerului ambiental să umple celula. Pe parcursul acestui ciclu de măsurare este determinată intensitetea luminoasă (I). Legea Beer/ Lambert indică relația între intensitățile luminoase astfel determinate şi concentrația de ozon conform ecuației:

$$(O_3)_{OUT} = \left(\frac{-1}{al}\ln\frac{I}{I_0}\right)\left(\frac{T}{273}\right)\left(\frac{760}{P}\right)\left(\frac{10^6}{L}\right) \qquad \text{(ec. 1)}$$

unde:

$[O_3]_{OUT}$ = concentrația de ozon în ppm

a = coeficientul de absorbție al ozonului la 254 nm = 308 atm^{-1} cm^{-1} la 0^0C şi 760 tor (760 torr = 101kPa)

1 = lungimea drumului optic, cm

T = temperatura probei, ^0K

P = presiunea probei, torr

L = factorul de corecție pentru pierderile de ozon.

6.2.1. Interferențe

Metoda fotometrică UV nu este supusă interferenței cu nici un poluant gazos comun din aerul înconjurător la concentrații mai mici de 100 nmol/mol. Sunt totuşi raportate interferențe de aproximativ 1nmol/mol în echivalent ozon pentru o concentrație de 125 nmol/mol de dioxid de sulf şi de 1 nmol/mol în echivalent ozon pentru o concentrație de 500 nmol/mol dioxid de azot.

Interferența principală în aerul prelevat este reprezentată de vaporii de apă.

6.3. Echipamente şi subansamble necesare

6.3.1 Generatorul de ozon 3000

Generatorul de ozon 3000 produce concentrații cunoscute de ozon folosite la verificarea la capăt de scală a analizorului de ozon. Acesta are în interior un generator de ozon (lampa UV) pentru generarea ozonului, 2 manometre pentru presiune, 2 valve de reglarea presiunii şi un debitmetru.

Aerul zero intră pe la racordul **Air In**, trece prin cele două manometre de presiune (P1 şi P2), între care se află o valvă de reglare a presiunii R1 şi apoi este împărțit în două părți, o parte intră în generatorul de ozon unde are loc generarea ozonului dar şi diluarea acestuia, iar cealaltă parte iese pe vent, conform schemei din figura 1 de mai jos. Vent reprezintă ieşirea prin care se elimină surplusul de aer zero pentru a se face constant debitul care trece prin generatorul de O3.

Presiunea indicată la P1 este stabilită în funcție de presiunea gazului de aer zero furnizat de generatorul de aer zero. Atunci când cantitatea furnizată de aer zero este prea mare şi când se micşorează presiunea de la P2 închizând puțin din R1, presiunea

de la P1 devine prea mare şi depăşeşte scara. În acest caz trebuie să se scadă presiunea furnizată de către generatorul de aer zero. Atunci cand se face constantă presiunea P2 folosindu-se valva R1 şi R2, şi debitul indicat de debitmetrul care se afla la presiunea din partea inferioara de scurgere (low flow pressure) devine constanta. Acest debit indica debitul care trece prin generatorul de O3.

În figura 1 de mai jos este prezentată schema generală a generatorului de ozon.

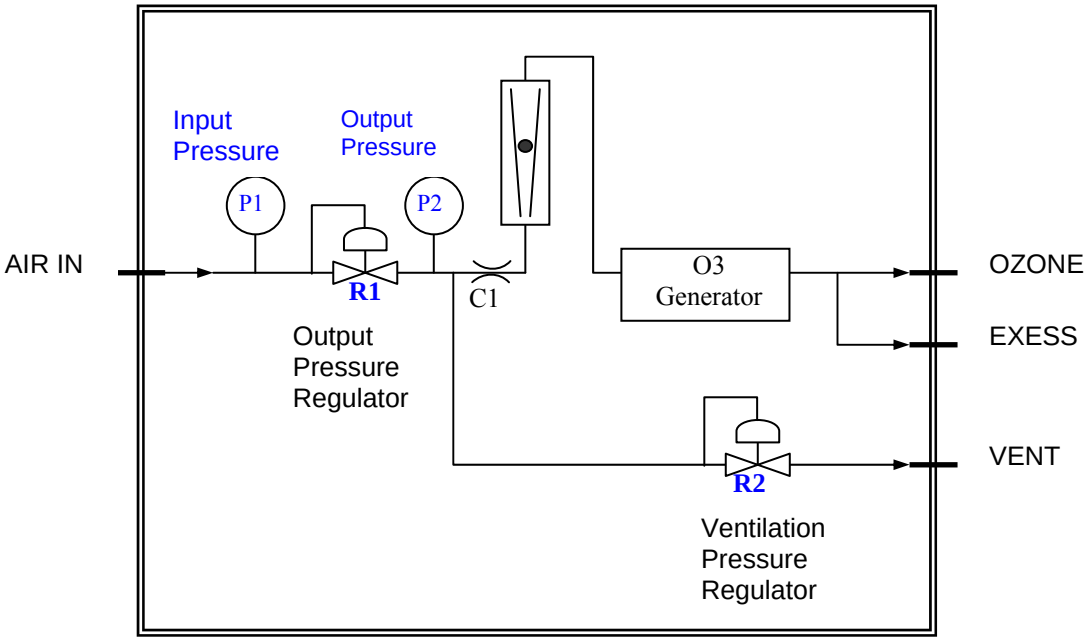


Fig. 1 Schema generală a generatorului de ozon

Atenționare

Intensitatea luminii lămpii cu raze ultraviolete flosită de generatorul de O3 este puterninc influențată de temperatura din jurul lămpii. De aceea, acest aparat trebuie folosit într-o camera în care temperatura este stabilizată.

Trebuie să se aibă grijă să nu intre praf sau gunoaie de la gura de intrare a aerului zero, acest lucru poate cauza probleme.

6.3.2. Analizor de ozon

Analizorul de referință este compus dintr-un modul de alimentare/ microprocesor şi un modul de sonzor. Extern are conectată o pompă pentru aspirarea probei de gaz, conform Diagramei generale a sistemului din figura 2.

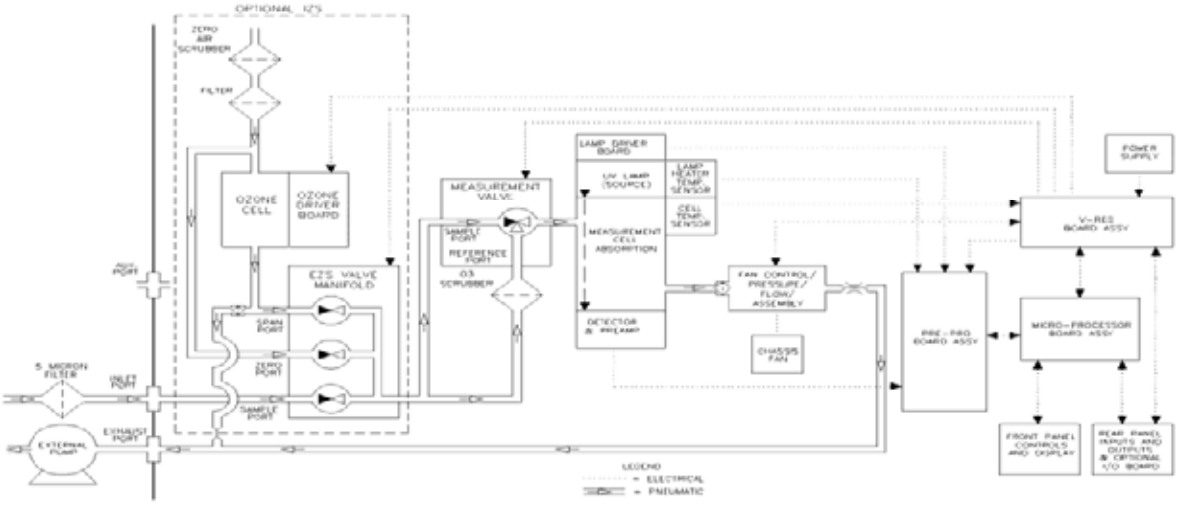


Fig. 2 Diagrama generală a sistemului

Proba de gaz intră în analizor prin valva de admisie probă trecând înainte printr-un filtru de 5 microni şi apoi trece printr- un scruber pentru a înlătura tot ozonul.

Proba intră apoi într- o celulă de măsurare iradiată de o lumină UV generată de o lampă UV cu vapori de mercur care operează la 10mA cu o sursă de alimentare regulată şi detectată cu detectorul UV care este o fotodiodă solară cu vacuum sensibilă doar în regiunea spectrală unde absoarbe ozonul.

Microprocesorul măsoară intensitatea luminii în timpul ciclului de trecere a gazului prin scruber şi în timpul ciclului de probă. Raportul intensităților este proporțional cu concentrația de ozon.

6.3.3. Pompă: aspiră proba de gaz de la sistemul de etalonare în analizor pentru a fi analizată şi apoi eliminată din analizor. Are doua racorduri: unul de intrare care se leaga la racordul **exhaust** al analizorului şi celălalt care se leagă la racordul de evacuare a gazelor.

6.3.4. Generator de aer zero cu compresor pentru furnizarea gazului de aer zero necesar la generatorul de ozon pentru generarea dar şi diluarea ozonului utilizat la verificarea la capăt de scală a analizorului de ozon. Aerul zero se mai utilizează şi pentru verificarea de zero a analizorului de ozon.

6.4. Materiale, reactivi şi gaze etalon

Trasee, tubulaturi, fitinguri

Materialele folosite pentru trasee, tubulaturi trebuie să fie din materiale inerte care să nu interfereze cu proba cum ar fi cele din teflon ori sticlă borosilicată. Verificați dacă nu există particule materiale colectate în tuburi şi efectuați curățarea acestuia. Toate fitingurile şi garniturile trebuie să fie din teflon sau oțel inoxidabil.

Filtru de particule: montat la intrarea în analizor a probei de gaz etalon.

Filtru cu cărbune activ şi cu purafil: se foloseşte la curățarea aerului zero produs de generatorul de aer zero pentru etalonarea de zero/ span a analizorului.Se montează pe tubul pe care iese aerul zero de la generatorul de aer zero înainte de a intra în analizor.

Gaze etalon: sunt gazele de ozon produse de generatorul de ozon cu concentrații cunoscute.

Aer zero: este produs cu ajutorul generatorului de aer zero şi este necesar pentru realizarea etalonării.

6.5. Modul de lucru

6.5.1. Pregătirea aparatelor

Pregătirea aparatelor presupune o serie de operații preliminare cum ar fi: instalare, pornire, operații de punere în funcțiune şi de verificarea unor parametrii, realizarea conexiunilor aferente.

6.5.1.1. Pregătirea generatorului de ozon

Operațiile care se efectuează pentru pregătirea generatorului de ozon, cum ar fi: conectarea la curent, pornirea aparatului, conectarea tuburilor, fixarea concentrației

se găsesc scrise în instrucțiunea IL – 07 – 01 Instrucțiune de lucru pentru generatorul de ozon 3000.

6.5.1.2. Pregătirea analizorului de ozon

Verificarea etalonării analizorului de ozon presupune efectuarea unor operații preliminare de pregătire a aparatului cum ar fi: instalarea aparatului pe raftul de lucru, operații de punere în funcțiune şi de verificarea unor parametrii ai acestuia, pornirea sistemului de etalonare şi realizarea conexiunilor aferente conform instrucțiunii IL 06 – 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului de ozon.

1. Instalarea şi pornirea inițială a analizorului

Înainte de instalarea analizorului se verifică dacă acesta nu este deteriorat. Dacă se observă deteriorări, trebuie contactat personalul de întreținere. Instalarea analizatorului trebuie să se facă într- un loc în care variația de temperatură, praf şi umezeală să fie minime. Locul trebuie să fie foarte bine aerisit şi să permită accesul operatorului la panoul principal în vederea efectuării operațiunilor de control.

2. Operații de punere în funcțiune a analizorului

Operațiile de punere în funcțiune a analizorului de fac conform instrucțiunii IL- 06 – 01 Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului de O_3 ML 9810B.

3. Verificarea parametrilor de funcționare

Se verifică parametrii de funcționare pentru a vedea dacă analizorul funcționează corespunzător, atât la instalare, cât şi înaintea oricărei etalonări. Aceştia trebuie să se încadreze în valorile indicate de manualul analizorului. Dacă se constată că valorile parametrilor ies din valorile indicate de manual se anunță personalul de întreținere. Valorile de la fiecare citire a parametrilor se trec într-un formular FL –06 - 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B sub forma unui tabel care se păstrează în laborator. În tabelul de mai jos sunt prezentați parametrii ce trebuie verificați şi valorile de referință indicate de manual.

Tabelul 1 Parametrii de funcționare ai analizorului de ozon ML 9810B

Frecventa de intretinere	**Intretinere**	**Valori de referinta**
de fiecare dată	**Meniu Instrument Status**	
	Debit de gaz (SLPM)	0.42 - 0.53
	Presiune gaz (Torr)(Presiunea din interiorul celulei)	550 - 750
	Voltaj de referință (V)	1.0 - 4.0
	Conc. Voltage (V) (output celula)	0 - 4.5
	Ground Offset (diferenta de voltaj cu împământare între plăci)	200 - 325
	Curent lampă (mA)	9.5 - 10.5
	Meniu Preprocessor Pots (valoare digitala)	
	zero de masurare (dur:electric zero)	62 (10-90)
	Măsurarea fină de zero	42 (0-99)
	input	68 (10-90)
	reglare lampă	58 (40-80)
	voltaj de referință (V)	1 - 4
	O3 (ppm)	0 - 20
	Conc. Voltage (V) (output celula)	0 - 4.5
	curent lampă	9.5 - 10.5
	Meniu Temperatures (°C)	
	Temperatură celulă	20 - 60
	Temperatură lampă	45 - 55
	Temperatură analizor	15 - 55
	Temperatură gaz	45 - 55
	Calibrare zero (deviatie ± 0,1ppm) Calibrare span (deviatie ± 0.5%)	
	Factor zero (Zero Offset)	
	Factor span (Instrument Gain)	

6.5.1.3. Pregatirea generatorului de aer zero

Operațiile care se efectuează pentru pregătirea generatorului de aer folosit pentru producerea de aer zero necesar generatorului de ozon pentru generarea ozonului utilizat la verificarea analizorului de ozon, cum ar fi: conectarea la curent, pornirea aparatului, conectarea tuburilor, se găsesc scrise în instrucțiunea IL – 07 – 01 Instrucțiune de lucru pentru generatorul de ozon 3000.

6.5.2. Etalonarea analizorului

Etalonarea analizorului se realizează prin compararea concentrației indicate de analizor cu concentrația gazelor standardizate de concentrații cunoscute. Dacă aceasta este mai mare cu ± 10%, atunci se ajustează valoarea indicată de analizor.

La 1 lună se efectuează o etalonare a analizorului cu un standard certificat şi după operațiile de înreținere şi reparație a analizorului.

Concentrația care se foloseşte este de cca.70 - 80% din domeniul de certificare.

Abaterea estimată a gazului span este $\leq$ 5%.

Puritatea gazului Zero este mai mică decât limita de detectare a analizorului

Etalonarea analizorului se realizează în două etape:

1. Etalonare manuală de zero.
2. Etalonare manuală de span.

1. Etalonare manuală de zero

Constă în verificarea analizorului cu aer zero. Dacă la verificarea cu aer zero analizorul arată valori mai mari de 0,003 trebuie să facem ajustare de zero conform instrucțiunii IL - 06 - 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului. Pentru etalonare de aer zero se foloseşte aer zero produs de generatorul de aer zero cu ajutorul unui compresor.

Etalonarea de zero se face o dată pe lună şi atunci când analizorul necesită etalonare, cu gaz zero care trebuie să aibă o puritate mai mică de limita de detecție a analizorului.

2. Etalonare manuală de span

Constă în verificarea analizorului la capă de scală (span) cu gaz standard certificat. Dacă la span analizorul arată valori diferite de cele indicate de generatorul de ozon trebuie să se facă ajustarea de span conform instrucțiunii IL -06 - 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului.

Etalonarea manuală de span se face o dată pe lună şi atunci când analizorul necesită etalonare. Pentru etalonare manuală de span avem nevoie ozon produs de un generator de ozon şi de aer zero produs de generatorul de aer zero.

Etalonarea se va trece în registrul laboratorului în formularul FL – laborator – 02 Formular de înregistrarea operațiilor de etalonare, iar valorile ***zero offset*** şi ***instrument gain*** se notează şi în formularul FL -06- 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B.

Pe baza valorilor măsurate se va calcula abaterea de la liniaritate.

6.5.3. Verificarea şi întreținerea preventivă a analizorului

Întreținerea preventivă are ca scop funcționarea corectă a analizorului, precum şi creşterea duratei de viață a acestuia.

Operațiile de întreținere preventivă şi reparații precum şi perioadele recomandate pentru efectuarea acestora sunt prezentate în tabel 6.2

Tabelul 6.2. Întreținerea preventivă a analizorului ML 98100B pentru determinarea O_3

1 luna	Schimbare filtre de particule probă[1), 2)]	
	Verificare -Alimentare Analog [1)] (V)	11.6 -12.2 (12)
	Verificare -Alimentare digitala [1)] (V)	4.8 - 5.2 (5)
	Verificare de zero/span	
3 luni	Etalonarea analizorului cu un standard trasabil	
6 luni	Înlocuire scruber de aer zero	
1 an	Înlocuire filtru DFU	
	Schimbare filtru cu cărbune activ	
	Verificare /înlocuire scruber de ozon	
	Ajustare Curent Output (4-20mA)	
	Verificare Test Function	
	Verificare/inlocuire lampa UV	
	Verificarea scăpărilor în sistemul pneumatic	
	Curățarea recipientului cu filtre pentru particule [1)]	
Când este cazul	Înlocuire diafragmă (membrană) pompă	

[1)] operație efectuată de operatorul stației

[2)] intervalul de înlocuire se va stabili funcție de concentrația de pulberi din aer

Efectuarea operațiilor de întreținere preventivă se face de către firma de service cu excepția operațiilor notate cu 1) care se efectuează de către operatorul stației conform instrucțiunii IL- laborator -01 Instrucțiuni de lucru privind efectuarea operațiilor de întreținere preventivă şi se înregistrează în registrul laboratorului în formularul FL – laborator - 01 Formular de înregistrare a operațiilor de întreținere preventivă şi reparații a aparaturii din laboratorul de etalonare.

Raportul elaborat de firma de service, se păstrează în registrul laboratorului.

6.5.4. Întreținerea preventivă a generatorului de ozon

Deoarece oxidarea ozonului este puternică, atunci când rămîne în interiorul tuburilor interne, pereții interni ai tuburilor ruginesc, afectând performanțele aparatului, trebuie să se efectueze o curățare a acestuia după fiecare folosire. Acest lucru se face prin introducerea de gaz zero câteva minute la generatorul de ozon şi oprirea generării de ozon prin aducerea la zero a valorii de la **Ozone regulator**.

Trebuie să avem grijă să nu intre praf sau gunoaie de la gura de intrare a aerului zero, acest lucru poate cauza probleme.

7. Asigurarea şi controlul calității

7.1. Generalități

Controlul calității aparaturii este necesar pentru a realiza o verificare corectă a standardelor de transfer cu ajutorul cărora se efectuează etalonările analizoarelor din Rețeaua Națională de Monitorizare a Calității aerului.

7.2. Frecvența etalonărilor, verificărilor şi întreținerii

Verificările şi etalonările precum şi frecvența lor sunt prezentate în tabelul nr. 7.1. Sunt prezentate, de asemenea, criterii pentru reajustarea, etalonarea şi întreținerea analizorului.

Tabelul 7.1– Frecvență cerută pentru etalonare, verificare şi întreținere

Etalonări, verificări şi	Paragraf	Frecvență	Criteriu de acțiune

întreținere			
Etalonare			
Etalonarea analizorului	6.4.2.	1 lună	
Verificare			
Verificarea parametrilor analizorului	6.4.1.3	Înaintea fiecărei determinări	
Verificarea abaterii de liniaritate (a se efectua în laborator sau în teren)	7.5.	Într-un interval de un an după instalare şi după reparație; frecvența ulterioară depinde de rezultatul încercării	Abaterea de liniaritate > 6,0% din valoarea măsurată
Verificarea traseelor de circulație a gazelor	7.6	La şase luni	
Verificarea funcționării generatorului de aer zero	7.7	La 1 an	
Întreținere			
Schimbarea filtrelor de particule de la intrarea în analizor a gazului	6.4.4.	La 2 luni	Reacția la gazul de capăt de scală care trece prin filtru este ≤ 97 %
Schimbarea filtrelor cu purafil şi cărbune activ	7.7.	La 1 an	Dacă este cazul
Întreținerea regulată a componentelor analizorului		La 1 an	

7.3. Etalonarea analizorului

Etalonarea efectuată o dată pe lună va da o indicație mai bună asupra deplasării şi performanței analizorului. Se realizează conform instrucțiunii IL- 06- 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului de ozon.

Gazele de etalonare trebuie neapărat introduse prin filtrul de particule din spatele analizorului pentru a se respecta condițiile din timpul prelevării probelor. Înaintea oricărei etalonări acest filtru trebuie schimbat. Conform instrucțiunii IL-laborator -01Instrucțiuni de lucru privind efectuarea operațiilor de întreținere preventivă.

Etalonarea se înregistrează în formularul FL – laborator – 02 Formular de înregistrarea operațiilor de etalonare, iar valorile **zero offset** şi **instrument gain** se notează şi în formularul FL -06- 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B.

7.4. Verificări la zero şi la capăt de scală

Verificarea de zero şi capăt de scală se realizează inaintea oricărei certificări a standardelor de transfer (generator de ozon) cu scopul de a seziza orice deviație de la etalonarea analizorului.

Gazele de zero şi cele de capăt de scală trebuie introduse în analizor pentru o perioadă de timp suficient de mare încât citirile să fie stabile, minim 10 min pentru fiecare gaz. Dacă diferența între valoarea calculată şi cea indicată pe ecranul analizorului diferă cu mai mult de 0,004 ppm pentru zero şi cu până la15% pentru span este necesară etalonarea analizorului conform instrucțiunii IL – 06 - 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului de ozon.

7.5. Abaterea de liniaritate

Abaterea de liniaritate a analizorului trebuie verificată folosind următoarele concentrații: **0 %, 20 %, 60 % şi 95 %** din domeniul maxim certificat. La fiecare concentrație (inclusiv zero) trebuie efectuate cel puțin două citiri individuale.

Se acceptă valoarea abaterii de liniaritate la o specificație mai mică (de exemplu ± 6 % din valoarea măsurată). Dacă analizorul nu trece această specificație, acesta trebuie înlăturat din amplasament, abaterea de liniaritate supunându-se mai departe unei verificări mai riguroase.

Frecvența încercării

Testarea se realizează odată la 6 luni şi după verificarea anuală sau după reparații.

7.6. Verificare trasee de circulație a gazelor

Este necesară o dată la şase luni să se realizeze o verificare a traseelor deoarece tuburile de teflon pot suferi degradări sau pot apărea scăpări de gaze la îmbinarea acestora.

7.7. Verificarea funcționării generatorului de aer zero

În cazul funcționării incorecte a generatorului de aer zero, acesta nu elimină în totalitate conținutul de monoxid de carbon sau de interferenți şi poate influența acuratețea măsurătorilor.

Schimbarea filtrelor de cărbune activ şi purafil se realizează de către personalul din laborator.

Toate operațiile sunt înregistrate în formularul FL - laborator -01 Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare.

7.8. Verificare generator de ozon

Acest aparat controleaza concentrația generată de O3 cu ajutorul lămpii cu raze ultraviolete. Atunci când lampa cu raze ultraviolete se deterioreaza după o folosire îndelungată, aceasta poate genera valori mai mari sau mai mici de ozon decăt cele trecute în certificatul acestuia influențând acuratețea măsurătorilor, de aceia aparatul trebuie dus constant pentru verificare la o institutie de calibrare care deține aparat de referinta O3 sau la producator.

8. Întreținerea periodică

8.1 Înlocuirea şi întreținerea consumabilelor, controlul deşeurilor

Prezentul aparat nu are consumabile care trebuie inlocuite. In privinta curățirii aparatului, este suficient să se facă o purjare după fiecare folosire. Pentru că nu există consumabile nu este nevoie nici să se facă mentenața reziduurilor.

9. Norme privind tehnica securității în muncă

1.Cablurile electrice trebuie sigilate şi protejate pentru a nu exista pericol de electrocutare.

2.Folosirea prizelor şi a prelungitoarelor cu împământare pentru evitarea producerii scurtcircuitelor.

3.Verificarea etanşeității conexiunilor de la analizor, la generatorul de ozon pentru a nu avea scăpări de gaze în laborator.

4.Verificarea etanşeității conexiunii pompei analizorului la tubul de evacuare gaz standard de la analizor pentru a nu exista scăpări de gaz în laborator.

5.Verificarea conexiunilor pneumatice, dacă sunt efectuate în conformitate cu diagramele şi în conformitate cu ceea ce indică manualul de utilizare a analizorului.Conexiunile trebuie să fie strânse bine.

6.Folosirea de plăcuțe de identificare care să permită recunoaşterea fiecărei componente din circuitul pneumatic şi electric.

7.Dacă este necesară intervenția în interiorul analizorului în timp ce acesta operează, trebuie să se lucreze cu foarte mare atenție datorită voltajului ridicat la unele subansamble. Inspectați cu regularitate sistemul pentru a observa dacă este întreg, complet.

10. Responsabilități

10.1. Şef Laborator

- Îndrumă operatorul care deserveşte laboratorul;
- Urmăreşte buna funcționare a laboratorului: starea aparaturii şi a altor componente din laborator, înregistrarea operațiilor efectuate în registrul de laborator, etc.
- Anunța firma de service în legatură cu disfuncționalitățile/defecțiunile apărute în funcționarea echipamentelor prin completarea FL-laborator -03 - Formular de solicitare interventie tehnica;
- Propune DBFA -ului, în urma unei selecții, firma care va asigura întreținerea şi reparația echipamentelor;
- Informează şeful ierarhic superior asupra problemelor deosebite apărute;
- Informează firma service cu privire la problemele tehnice apărute care necesită intervenția acesteia;
- Transmite şefului ierarhic superior propunerile pentru bugetul laboratorului.

10.2. Responsabilul de încercare

- Utilizează echipamentele în modul în care este indicat în POS, Manualul de operare a aparatelor;
- Efectuează operațiile de verificare şi operare curentă şi periodică a echipamentelor din laborator, conform POS şi manualelor de operare a aparatelor;
- Înregistreză operațiile şi parametrii conform formularelor anexate;
- Înregistrează verificările efectuate de către firma service în Registrul laboratorului şi anunță şeful ierarhic superior;
- Informează şeful ierarhic superior în legătură cu funcționarea aparaturii din laborator, a operațiilor efectuate (etalonări, întreținere, verificări, etc.);
- Anunță şefului ierarhic superior problemele deosebite apărute în cel mai scurt timp.
- Etc

11. Inregistrări

Nr. crt.	Denumire înregistrare	Cod document	Persoana care efectuează înregistrarea	Loc de arhivare-durată (ani)
1.	Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare	FL- laborator - 01		Laborator……/5 ani
2.	Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare	FL- laborator -02		Laborator...../5ani
3.	Formular de solicitare interventie tehnica	FL-laborator -03		Laborator...../5 ani
4.	Formular de verificare a	FL -06- 01		Laborator...../5 ani

	parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B			

12. Anexe

Nr. Crt.	**Denumire înregistrare**	**Cod document**	**Loc de arhivare-durată (ani)**
1.	Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului ML 9810B	IL– 06.01	Laborator……/5 ani
2.	Instrucțiuni de lucru pentru realizarea etalonării analizorului	IL– 06.02	Laborator……/5 ani
3.	Instrucțiuni de lucru pentru generatorul de ozon 3000	IL – 07 – 01	Laborator……/5 ani

1. Scop

Instrucțiunea de lucru prezintă modul de utilizare a generatorului de ozon folosit la verificarea şi etalonarea analizorului de ozon din Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

2. Domeniul de aplicare

Generatorul de ozon se utilizează la verificarea şi etalonarea analizoarelor de ozon conform SR EN 14625/2005 în Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

Pentru ca este un aparat mobil, poate fi folosit şi ca standard de transfer, atunci cand se face o verificare a funcționalității analizoarelor din stațiile de monitorizare.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

3.1. SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări

3.2. SR EN 14625/2005 pentru măsurarea concentrației de ozon prin UV

3.3. Manualele tehnice ale aparatelor

3.4. PSL 5.4 – 06 Procedura specifică de lucru pentru Verificarea analizorului de ozon

3.5. IL - 06 -02 Instrucțiuni de lucru pentru verificarea analizorului de ozon

4. DEFINIȚII ŞI PRESCURTĂRI

4.1. Definiții

Generator de ozon: aparat care produce mai multe concentrații cunoscute de gaz etalon de ozon, conform certificatului de etalonare a aparatului.

Analizor de ozon: aparat care măsoară concetrațiile de ozon prin metoda UV.

Generatorul de aer zero: aparat care produce aer (gaz) zero folosit verificarea de zero a analizorului şi la diluarea gazului de concentrație mare pentru verificarea de span.

Etalonare: comparare a răspunsului analizorului la o concentrație cunoscută a gazului cu o incertitudine cunoscută.

Filtrul de particule: dispozitiv rotund din plastic în interiorul căruia se află un filtru de hârtie care reține particulele din gazul etalon înainte ca acesta să intre în analizor.

4.2 Prescurtări

FL – formular de lucru

IL – instrucțiune de lucru

5. Aparate şi materiale

- generator de aer zero şi compresor pentru gazul zero
- generator de ozon pentru gazul de capăt de scală
- analizor de ozon
- tuburi de teflon racord în formă de **T** şi filtru cu cărbune activ şi purafil

6. Mod de lucru

6.1. Operații preliminare

1. *Se pregătesc formularele pentru înregistrarea* operațiilor efectuate:
   - FL – laborator -02 Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare
   - FL - 06 - 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B
   - FL- laborator -01 Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare

2. *Se verifică în* Registrul de întreținere al generatorului de aer (gaz) zero şi a generatorului de ozon dacă *sursa de aer zero şi de ozon* este corespunzătoare.

3. *Se verifică analizorul:*

Înainte de pornirea instrumentului se verifică dacă acesta nu are defecțiuni (deteriorări). Dacă se observă deteriorări, trebuie contactat personalul de întreținere.

- Se dechide cu atenție capacul din parte frontală şi se verifică conexiunile electrice din interior. Vezi Manualul Service, Capitolul 2 Instalare şi Operare
- Se comută întrerupătorul analizorului pe poziția ON.
- După ce s-a realizat această verificare, se închide capacul la loc.

- Se verifică aşezarea analizorului pe rack, astfel încât să aibă o ventilație corespunzătoare.

6.2. Pregătirea aparaturii

6.2.1. Pregătirea generatorului de ozon

1. **Conectarea la curent electric** se face cu un cablu pentru conectare electrică de 220V (cu împământare), conform fig.1.
2. **Pornirea aparatului** se face prin comutarea butonului negru din fig. 1 de pe poziția **0** pe poziția **I**.
3. **Conectarea tuburilor** se face în partea din spate a generatorului conform fig. 1 *Prezentare racorduri pentru conexiuni*.

fig. 1 *Prezentare racorduri pentru conexiuni*.

- **aerul zero** este generat de către generatorul de aer zero şi este conectat la **Input Air**. Presiunea de furnizare a aerului zero este de cel mult 2 bar.
- **analizorul de ozon** se conectează la racordul **Ozone** al generatorului de ozon.

4. **Reglarea presiunii** se face de la butonul negru din fața aparatului din fig.2 *Prezentare generator de ozon 3000.*

- Presiunea pe cele două ceasuri - **Input pressure** şi **Output pressure** de la generatorul de O_3 trebuie să fie egală cu 1,1 bar (dacă există diferență, aceasta trebuie să fie foarte mică), iar debitul de ozon de la **Ozone flow** trebuie să fie la semn.

fig.2 Prezentare generator de ozon 3000.

5. **Fixarea concentrației** se face pe comutatorul digital **Ozone Regulatore** respectând concentrațiile din certificatul acestuia.

Atenționare

Intensitatea luminii lămpii cu raze ultraviolete flosită de generatorul de O3 este puterninc influențată de temperatura din jurul lămpii. De aceea, acest aparat trebuie folosit într-o camera în care temperatura este stabilizată.

Trebuie să avem grijă să nu intre praf sau gunoaie de la gura de intrare a aerului zero, acest lucru poate cauza probleme.

6.2.2. Pregătirea generatorului de aer zero

a) conectarea generatorului de aer zero

- se montează de la compresor la racordul **Air In** al generatorului de aer zero.

- se montează un capăt al tubului de teflon, la racordul **HIGH PRESSURE OUT** al generatorului de aer zero, iar celălalt capăt la racordul **Input Air** al generatorului de ozon

b) pornirea generatorului de aer zero

- se conectează generatorul de aer zero la sursa de curent, se comută butonul de pornire pe poziția **I**
- se conectează compresorul la sursa de curent
- se deschide robinetul compresorului
- se deschide valva de ieşire aer din compresor
- se reglează presiunea pe manometrul compresorului la 2 bari
- se reglează presiunea gazului la generatorul de aer zero la 2 bari prin utilizarea butoanelor de reglare.
- se aşteaptă până când ledul portocaliu se stinge (pentru a ne asigura că generatorul funcționează la parametrii optimi).

Atenție! Dacă se aprinde ledul roşu, generatorul nu funcționează corect şi trebuie anunțat personalul de service.

6.2.3. Pregătirea analizorul de O_3

- se conectează la racordul de intrare probă(gaz) a analizorului- **Inlet** tubul de teflon care este montat la generatorul de ozon la racordul **Ozone**. Pe acest traseu se montează un filtru de particule.
- se conectează pompa care trage gazul la analizor la racordul **Exhaust** al acestuia.
- se conectează la priză analizorul şi se porneşte prin comutarea butonului din spate de pe poziția **0** pe poziția **I**.

. Se porneşte pompa prin conectarea acesteia la priză şi prin comutarea butonului de pornire de pe poziția **0** pe poziția **I**.

6.3. Verificarea parametrilor de funcționare ai analizorului

Se verifică şi se notează parametrii de funcționare în formularul FL - 06 - 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B

Verificarea parametrilor se face în felul următor:

- Se apasă tasta **Enter** sau **Select** pentru a intra în **Main Menu**, apoi cu săgeata ▲ sau ▼ se alege **Instrument Status**, se apasă tasta **Enter** sau **Select** pentru a intra în acest submeniu, unde vom găsi parametrii privind: debitul de gaz, presiune gaz, voltaj de referință, concentrație voltaj, ground offset, curent lampă. Se notează valoarea fiecărui parametru, apoi se apasă **Exit** pentru a ieşi din submeniu.
- Se apasă tasta **Enter** sau **Select** pentru a intra în **Main Menu**, apoi cu săgeata ▲ sau ▼ se alege **Test Menu**, se apasă tasta **Enter** sau **Select**, apare **Output Test Menu** se apasă **Enter** sau **Select** şi cu săgeata ▲ sau ▼ se alege **Preprocessor Pots**, se apasă tasta **Enter** sau **Select** pentru a intra în acest submeniu, unde vom găsi parametrii privind: zero măsurat, măsurare zero fin, input, reglare lampă, voltaj de referință, concentrația O_3, concentrația voltaj, curent lampă. Se notează valoarea fiecărui parametru, apoi se apasă **Exit** pentru a ieşi din submeniu.
- Se apasă tasta **Enter** sau **Select** pentru a intra în **Main Menu**, apoi cu săgeata ▲ sau ▼ se alege **Temperatures Menu** se apasă tasta **Enter** sau **Select** pentru a intra în acest submeniu, unde vom găsi parametrii privind: temperatura în celulă, lampă, analizor, gaz. Se notează valoarea fiecărui parametru, apoi se apasă **Exit** pentru a ieşi din submeniu.

6.4. Etalonarea analizorului de ozon

Etalonarea analizorului se realizează prin compararea concentrației indicate de analizor cu concentrația gazelor standardizate de concentrații cunoscute.

Etalonarea analizorului se face în două etape:

- etalonare manuală de zero
- etalonare manuală la capăt de scală (span)

6.4.1. Etalonare manuală de zero

Etalonarea manuală de zero constă în verificarea analizorului la concentrația zero şi reglarea citirii analizorului la măsurarea acestei concentrații. Pentru verificarea concentrației de zero avem nevoie de o sursă de aer zero, produsă de un generator de

aer zero care se va conecta la analizor la racordul **Inlet**. Pe acest traseu se va monta un racord în formă de **T** pentru aerul zero în exces.

Se lasă analizorul să măsoare gazul zero până ce valorile afişate pe ecranul analizorului sunt stabile, cca 20 de minute. Dacă valoarea indicată pe ecranul analizorului diferă de zero cu mai mult de 0,003 ppm, ***se face ajustarea de zero*** modificând valoarea **ZERO**.

Valoarea citită după stabilizare se trece în formularul FL – laborator –02 - Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare.

6.4.1.1. Corecția (ajustarea) valorii de zero (Zero Offset)

1. În ecranul principal se apasă pe săgeata ▼ şi apare mesajul **START MANUAL CALIBRATION** ? **NO**. Se alege cu săgeata ▼sau ▲ **ZERO** şi se confirmă cu **Enter**.

2. In dreptul datelor de la **PPM** va apare un cursor a cărui poziție se schimbă prin apăsarea tastei **Select** până când se ajunge la cifra pe care dorim să o modificăm. Modificările se fac cu ajutorul săgeților (▲- crestere, ▼-scadere) până se ajunge la concentrația dorită (cea de pe generatorul de ozon) şi se confirmă cu **Enter**.

(Este preferabilă modificarea în paşi mici a concentrației citite).

3. Se apasă tasta **Enter** sau **Select** pentru a intra în **Main Menu**. Pe ecranul analizorului sunt afişate submeniurile, cu săgeata ▲ sau ▼ se alege **Instrument Menu**, apoi prin apăsarea tastei **Enter** sau **Select** se intră în acest submeniu.

4. Cu săgeata ▲ sau ▼ se alege **Measurement Menu**, se dă **Enter** pentru a intra în acest submeniu.

5. Cu săgeta ▲ sau ▼ se ajunge la **Zero offset.** Prin apăsarea repetată a tastei **Select** se va ajunge la ultima zecimală pe care o modificăm în scopul corecției de ***zero offset*** (se recomandă să se modifice ultima zecimală pentru a nu forța analizorul), iar modificarea acesteia se realizează prin intermediul tastelor cu săgeți ale aparatului (▲- creşetere, ▼-scădere), urmărind ca valoarea citită de analizor să fie cât mai apropiată de zero.Se confirmă valoarea modificată prin apăsarea tastei **Enter,** apoi pentru a ieşi din submeniu se apasă **Exit**.

6. Se recomandă ca această modificare să se facă în paşi mici, după fiecare

modificare se aşteaptă câteva minute pentru stabilizarea citirii analizorului, ca valoarea mediei (AVR) să devină egală cu valoarea momentană (ppm) şi ambele să devină constante.

7. Operația de corectare a citirii se efectueaza până când valoarea afişată de aparat este foarte apropiată de zero (0,001-0,003 ppm).

8. Dacă valoarea indicată de analizor este bună, se deconectează sursa de aer zero, se pune analizorul în modul **Mesure** urmând paşii: **Enter** sau **Select** se intră în **Main Menu,** apoi cu săgeata ▲sau▼ se alege **Cal. Mode,** apoi cu **Select** se ajunge la poziția **Zero** pe care o vom schimba cu săgeata ▲sau▼ la poziția **Mesure,** se dă **Enter,** apoi **Exit.**

9. Valoarea citită după corectare (ajustare) se trece în formularul FL – laborator –02 - Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare şi în formularul FL - 06- 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B.

6.4.2. Etalonarea manuală la capăt de scală (span)

Etalonarea manuală la capăt de scală (span) constă în verificarea analizorului la o concentrație de span cunoscută şi reglarea citirii analizorului la măsurarea acestei concentrații. Pentru această verificare avem nevoie de gaz etalon (standard) cu concentrație cunoscută de ozon şi de aer zero. Realizarea conexiunilor între aparate este prezentată la punctul 6.2 Pregatire aparate.

6.4.2.1. Setarea analizorului pentru măsurarea valorii de span

Analizorul de ozon trebuie să fie în modul de măsurare: **Measure**

1. Se apasă tasta **Enter** sau **Select** pentru a intra în **Main Menu**. Pe ecranul analizorului sunt afişate submeniurile în care se poate intra pentru verificarea analizorului şi pentru calibrare manuala.

2. Se selectează cu săgeata ▲ sau ▼, **Calibration Menu**, se apasă **Enter**. Se selectează apoi cu săgeata ▲ sau ▼ **Calibration**, apoi cu **Select**, trecem cursorul în partea dreaptă, se alege **Manual** şi se confirmă alegerea cu **Enter**.

3. Tot în aceiaşi fereastră cu săgeata ▼ alegem **Cal. Mode,** apoi cu **Select** se

ajunge în partea dreaptă unde se pune cu săgeata ▲ sau ▼ **Measure** (dacă nu este). Se apasă **Enter**, apoi se iese din submeniu cu **Exit**.

4. Se fixează o valoare pe generatorul de ozon la **OZONE REGULATOR** (din certificatul generatorului de ozon) şi astfel vom avea o concentratie de ozon. Se aşteaptă ca analizorul să măsoare concentrația de ozon generată de generatorul de ozon, aproximativ 10 minute. Dacă nu este cea indicată de generatorul de ozon se va face etalonarea de span.

6.4.2.2. Corecția (ajustarea) valorii de capăt de scală

1.În ecranul principal se apasă pe săgeata ▼ şi apare mesajul **START MANUAL CALIBRATION** ? **NO**. Se alege cu săgeata ▼sau ▲ **Span** şi se confirmă cu **Enter**.

2. In dreptul datelor de la **PPM** va apare un cursor a cărui poziție se schimbă prin apăsarea tastei **Select** până când se ajunge la cifra pe care dorim să o modificăm. Modificările se fac cu ajutorul săgeților (▲- crestere, ▼-scadere) până se ajunge la concentrația dorită (cea de pe generatorul de ozon) şi se confirmă cu **Enter**.

(Este preferabilă modificarea în paşi mici a concentrației citite).

3. După **Enter** cursorul sare la valoarea **Instrument gain**, care a fost recalculatat automat în urma modificării concentrației de către analizor. Aceasta se confirma cu **Enter**. Se iese din submenu apăsând **Exit**.

4. Se va aştepta câteva minute pentru ca citirea analizorului să devină stabilă, adică valoarea afişată la **AVR** să fie egală cu cea de la **PPM** şi stabilă cateva minute.

5. Se fixează o altă valoare pe generatorul de ozon (din certificatul generatorului) şi se aşteaptă ca citirea analizorului să se stabilizeze.Dacă valoarea citită de analizor nu este cea de pe generator se face ajustarea analizorului la fel ca mai sus.

6. Se repetă operația de la punctul 5 până se parcurg toate valorile de pe certificatul generatorului de ozon.

7. Valoarea citită după corectare (ajustare) şi cea de la **Instrument gain** se trece în formularul FL – laborator –02 - Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare şi valoarea **Instrument gain** în formularul FL -06- 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B.

6.5. Deconectarea sursei de aer zero şi a celei de ozon

Înainte de a deconecta aparatele se va curăța câteva minute de ozon traseele de la generatorul de ozon prin introducerea de aerului zero şi oprirea generarării de ozon prin aducerea la zero a valorii de la **Ozone regulator**, deoarece oxidarea ozonului este puternică, atunci când rămîne în interiorul tuburilor interne, pereții interni ai tuburilor ruginesc, afectând performanțele aparatului. Apoi se efectuează operațiile de mai jos.

- se închide robinetul compresorului
- se închide generatorul de aer zero comutând butonul de pornire pe poziția **0**
- se deconectează generatorul de aer zero de la sursa de curent
- se deconectează compresorul de la sursa de curent
- se deconectează generatorul de aer zero de la generatorul de ozon
- se pune valoarea zero la generatorul de ozon la **Ozone regulator**
- se deconectează generatorul de ozon de la analizor
- se închide generatorul de ozon comutând butonul de pornire pe poziția **0**
- se deconectează generatorul de ozon de la sursa de curent
- se închide pompa prin comutarea butonului de pornire de pe pozitia **I** pe poziția **0** şi se scoate din priză
- se închide analizorul de la butonul din spate prin mutarea lui de pe poziția **I** pe poziția **0** şi se scoate din priză.

6.6. Norme privind tehnica securității în muncă

1.Cablurile electrice trebuie sigilate şi protejate pentru a nu exista pericol de electrocutare.

2.Folosirea prizelor şi a prelungitoarelor cu împământare pentru evitarea producerii scurtcircuitelor.

3.Verificarea etanşeității conexiunilor de la analizor, la generatorul de ozon pentru a nu avea scăpări de gaze în laborator.

4.Verificarea etanşeității conexiunii pompei analizorului la tubul de evacuare gaz standard de la analizor pentru a nu exista scăpări de gaz în laborator.

5.Verificarea conexiunilor pneumatice, dacă sunt efectuate în conformitate cu diagramele şi în conformitate cu ceea ce indică manualul de utilizare a analizorului. Conexiunile trebuie să fie strânse bine.

6.Folosirea de plăcuțe de identificare care să permită recunoaşterea fiecărei componente din circuitul pneumatic şi electric.

7.Dacă este necesară intervenția în interiorul analizorului în timp ce acesta operează, trebuie să se lucreze cu foarte mare atenție datorită voltajului ridicat la unele subansamble. Inspectați cu regularitate sistemul pentru a observa dacă este întreg, complet.

7. Evaluare şi documente

Etalonarea se va trece în registrul laboratorului în formularul FL -laborator – 02- Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare, iar valorile **Zero Offset** şi **Instrument Gain** se notează şi în formularul FL -06 -01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B .

Formularul de etalonare va fi arhivat în dosarul analizorului de ozon ML 9810B.

1.3. Instructiuni de folosire a dilutorului EDA 2000 (Ver.2)

校正希釈システム EDA-2000 標準作業手順書（SOP）Ver.2

目次

1. 目的と適用範囲
2. 概要
   2.1 仕様
   2.2 システム構成
3. 作業フロー
4. 準備
   4.1 接続
      4.1.1 電気接続／ 4.1.2 配管接続
   4.2 起動
      4.2.1 通電／ 4.2.2 暖機／ 4.2.3 ソフト起動
5. 操作
   5.1 設定
      5.1.1 標準ガスシリンダー／ 5.1.2 ゼロガス発生器／ 5.1.3 希釈装置／PC／
      5.1.4 測定機
   5.2 データの記録
      5.2.1 自動試験モードでの記録／ 5.2.2 手動試験モードでの記録
   5.3 測定機の性能試験
      5.3.1 検量線／ 5.3.2 バックグラウンド試験／ 5.3.3 検出下限試験／
      5.3.4 妨害物質の影響試験／ 5.3.5 ゼロドリフト試験 5.3.6 スパンドリフト試験
      5.3.7 再現性試験／ 5.3.8 応答速度試験 5.3.9 GPT（Gas Phase Titeration）
   5.4 終了操作
      5.4.1 パージ操作／ 5.4.2 自動測定機の停止／
      5.4.3 ゼロガス発生器／コンプレッサー／標準ガスシリンダー
      5.4.4 希釈器と PC の停止
6. データの取りまとめ
   6.1. 自動モードのデータに対して
   6.2. 手動モードのデータに対して
      6.2.1 直線性／ 6.2.2 バックグラウンド濃度／
      6.2.3 ゼロドリフト、スパンドリフト 6.2.4 再現性
   6.3. 不適切な操作によるデータの除外
7. 維持管理
   7.1 定期保守
      7.1.1 標準ガスシリンダー／ 7.7.2 ゼロガス発生器／
      7.1.3 希釈器 EDA-2000／ 7.7.4 その他
   7.2 上位トレーサビリティでの値付け
   7.3 廃棄物管理
   7.4 安全対策

1.3. Instructiuni de folosire a dilutorului EDA 2000 (Ver.2)

Calibrating Dilution System EDA-2000 (Ver.2)

Cuprins

1. Scop şi domeniu de aplicare 1
2. Generalităţi 2
   2.1 Specificaţii 2
   2.2 Structura sistemului 4
3. Secvenţa operaţiunilor 5
4. Pregătire 5
   4.1 Conectare 5
      4.1.1 Conexiunile electrice 5
      4.1.2 Conectarea conductelor 6
   4.2 Pornire 8
      4.2.1 Trecerea comutatoarelor pe poziţia „pornit” 8
      4.2.2 Incălzirea aparatelor 8
      4.2.3 Pornirea aplicaţiei software 8
5. Operare 9
   5.1 Setare 9
      5.1.1 Buteliile de gaz-standard 9
      5.1.2 Generator gaz-zero 9
      5.1.3 Dilutor, computer 9
      5.1.4 Analizoare 14
   5.2 Inregistrarea datelor 15
      5.2.1 Inregistrarea în regim de test automat 15
      5.2.2 Inregistrarea în regim de test manual 16
   5.3 Testarea performanţelor analizoarelor 19
      5.3.1 Linia de calibrare 19
      5.3.2 Test de background 21
      5.3.3 Testarea limitei inferioare de detecţie 21
      5.3.4 Testarea influenţei perturbatorilor 21
      5.3.5 Testarea deviaţiei de zero (zero-drift) 22
      5.3.6 Testarea deviaţiei la capătul de scală (span-drift) 22
      5.3.7 Testul de repetabilitate 23
      5.3.8 Testarea vitezei de răspuns 23

5.3.9 GPT (Titrarea în fază gazoasă) 25
5.4 Operațiunile de terminare 27
5.4.1 Purjarea 27
5.4.2 Oprirea analizoarelor automate 27
5.4.3 Generatorul de gaz-zero, compresorul, buteliile de gaz-standard 28
5.4.4 Oprirea dilutorului şi a computerului, buteliile de gaz-standard 28
6. Ordonarea datelor 28
6.1 Datele din regim automat 28
6.2 Datele din regim manual 28
6.2.1 Liniaritatea 29
6.2.2 Concentrația de background 29
6.2.3 Deviația de zero şi deviația de capăt de scală 29
6.2.4 Repetabilitatea 29
6.3 Excluderea datelor provenite din operarea neadecvată 29
7. Mentenanță 30
7.1 Mentenanță periodică 30
7.1.1 Butelii gaz- standard 30
7.1.2 Generator gaz-zero 30
7.1.3 Echipament diluator EDA-2000 30
7.1.4 Altele 31
7.2 Stabilirea nivelului de precizie cu etaloane de trasabilitate de nivel superior 31
7.3 Controlul deşeurilor 31
7.4 Măsuri de securitate 31

1. Scop şi domeniu de aplicare

Prezentul material stabileşte procedura de operare şi mentenanță a dilutorului de calibrare conținând echipamentul de diluare “EDA-2000”.

Dilutorul este capabil să dilueze la concentrația dorită gaze din butelii de înaltă concentrație cu ajutorul gazului zero (aer rafinat). Gazul diluat poate fi furnizat către un analizor automat de aer şi poate fi folosit la calibrarea sau verificarea performanțelor acestuia.

In tabelul nr. 1 sunt cuprinse cele mai reprezentative gaze standard, iar în tabelul 2 sunt prezentate domeniile de diluție ale sistemului.

Tabelul 1. Tipuri de gaze standard reprezentative

	Tipul de gaz standard la butelie
Pentru analiza mediului	SO2(în N2) NO(în N2) CO(în N2) CH4 (în aer) C3H8 (în aer)
Pentru inspecția gradului de influențabilitate la factori perturbatori	NH3 (în N2) H2S (în N2)

Tabelul 1.2. Domenii de diluare a sistemului diluator de calibrare

	Domeniu de operare a fluxului
Debitmetrul de masă pe linia de gaz-zero	0-10000 ml/min la 0℃
Debitmetrul de masă pe linia de gaz-standard	0-100 ml/min la 0℃

Notă: Conform specificațiile debitmetrelor de masă incluse model 5850TR produs de BROOKS

In cazul folosirii sistemului pentru calibrarea de analizoare de ozon, condițiile de generare a ozonului sunt precum mai jos.

Tabel 3. Condiții de generare a gazului ozon standard

	Domeniu de operare a fluxului
Debitmetrul de masă pe linia de gaz-zero	0-10000 ml/min la 0℃
Debitmetrul de masă pe linia de gaz-standard ozon	0-1000 ml/min la 0℃
Concentrația maximă de O3 generat	Cca. 400 ppb

Notă: Conform specificațiile debitmetrelor de masă incluse model 5850TR produs de BROOKS

2. Generalități

2.1 Specificații

Echipament diluator EDA-2000	
Precizia de măsurare a debitului	±1% din scală
Repetabilitatea de control al debitului	±0,2% din scală
Liniaritatea de măsurare a debitului	±0,5% din scală
Domeniul debitului de aer diluat	0 la 10000 cmc/min
Domeniul debitului de gaz din butelie	0 la 100 cmc/min
Domeniul debitului de ozon generat	0 la 1000 cmc/min
Condiții pentru aerul-zero	10000 cmc/min la 2 Bar
Porturi de alimentare cu gaz de calibrare	9 (configurabil)
Porturi de alimentare cu gaz de diluare	1
Modulul Generator de Ozon	
Capacitate maximă	Cca. 400 ppb
Feedback optic	Standard
Specificații Electrice	
Alimentare necesară	220 V, 50 Hz
Canale de intrare semnal analog	şase canale de 4-20 mA
Ieşiri digitale	
Specificații fizice	
Temperatura de funcționare	5-40℃
Presiune de alimentare	1.5-2 Bar necesari
Masa	
Dimensiuni (lățime x înăltime x adâncime)	

Generatorul de aer-zero AIR-2000	
Debit de ieşire gaz-zero	Funcție de capacitatea rezervorului 24 de litri, capacitatea compresorului de aer 7 bar
Punct de rouă	-
Uscător	Nu are
Concentrații de ieşire (maxime)	CO - până la 0.05 ppm Nox – până la 1 ppb Total hidrocarbonați – până la 70 ppb Ozon – până la 1 ppb SO2 – până la 1 ppb HCl – până la 10 ppb

Fixare	Pe schelet-cadru
Dimensiuni (lățime x înăltime x adâncime)	483 x 133 x 435 mm
Masa	7.0 kg
Alimentare necesară	220 V, 50 Hz

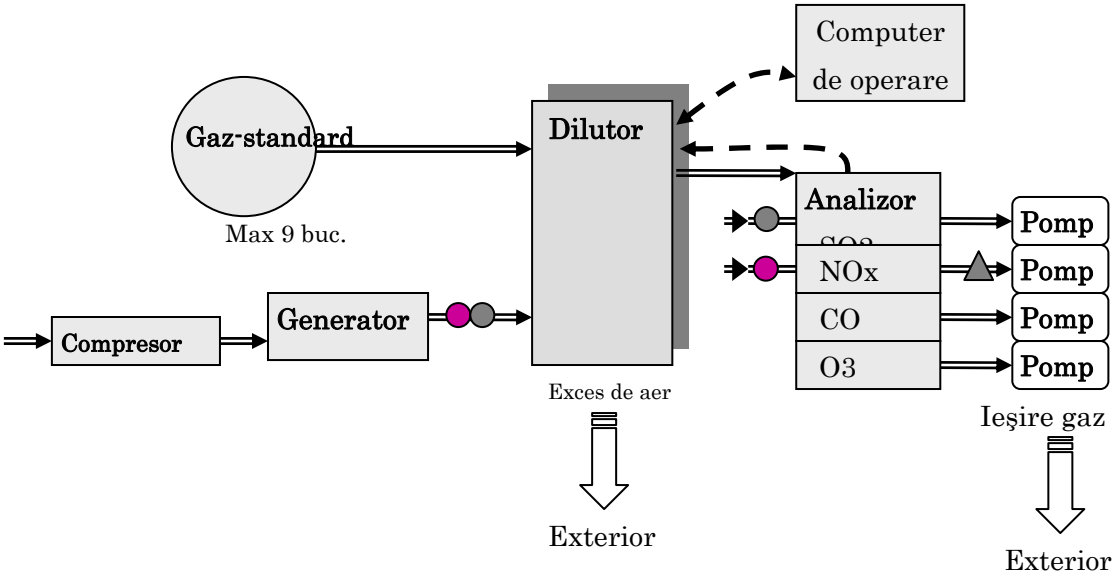
2.2 Structura sistemului

Acest sistem are în principiu aceiaşi parametri ca şi un dilutor portabil, dar este tratat cu un manual separat deoarece are în plus proprietatea că poate funcționa cu comandă de la distanță de la un computer ataşat şi că poate face statistici.

Elementele componente ale sistemului sunt prezentate în tabelul 4, iar schema conexiunilor în figura 1.

Tabel 2.1 Componentele sistemului diluator

	Component	Producător, Cod produs
1	Echipament de diluare	ORION, EDA-2000
2	Calculator personal pentru operare	
3	Compresor	
4	Generator gaz-zero	ORION, AIR-2000



Legenda

- Tub carbon activ (pt. gaz-zero)
- Tub Purafil (pt. gaz-zero)
- Tub carbon activ (pt. protecția pompei)
- Conductă de gaz
- Linie de semnal

Figura 2.1 Schema conexiunilor diluator pentru calibrare

Generatorul de gaz-zero generează aer rafinat cu conținut redus de impurități din aerul ambiant, eliminând şi metanul. Din această cauză el poate folosit la inspecția

analizoarelor hidrocarbonaților fără metan.

Concentrația gazului diluat este decisă prin combinarea concentrației şi a debitului de gaz-standard din butelie.

3. Secvența operațiunilor

In tabelul 3.1 este prezentată secvența operațiunilor pentru întregul sistem, care conține operarea, mentenanța şi măsurile de siguranță.

Tabel 3.1 Secvența operațiunilor pentru dilutorul de calibrare

	Etapa	Operațiune
1	Pregătire	Conexiunea cu exteriorul Pornire
2	Operare	Setare (mod automat sau mod de testare manual) Inregistrare de date (mod automat sau mod de testare manual, comparare cu criteriile UE) Testarea performanțelor analizoarelor (Puncte de verificare comune tuturor testelor, liniaritate, zgomot de fond, limita inferioară de detecție, deviație drift, precizie la repetare, timp de răspuns, GPT) Operare la oprire
3	Statistici	Metode de calcul, ştergere a datelor
4	Mentenanță	Mentenanță periodică Stabilirea nivelului de precizie cu etaloane de trasabilitate de nivel superior
5	Măsuri de siguranță	

Dilutorul se poate folosi pentru toate gazele din tabelul 1. Cu toate acestea, procedurile sunt similare pentru toate gazele, astfel că în prezentul material nu se va vorbi despre toate gazele, ci se va trata numai despre NO ca gaz reprezentativ.

4. Pregătire

4.1 Conectare

Se conectează linia electrică, liniile de semnal şi conductele.

4.1.1 Conexiunile electrice

4.1.1.1 Conectarea la sursa de curent electric

Se conectează cablul împământat din dotarea aparatului la sursa ordinară de curent electric de 220V, 50 Hz. Dilutorul şi generatorul de gaz-zero sunt permanent conectate la priza comună a cadrului-suport. Privitor la computerul de operare şi la compressor, fiecare dintre ele se conectează la un prelungitor.

4.1.1.2 Conectarea liniilor de semnal

Se conectează computerul cu dilutorul cu ajutorul cablului RS232 din dotare.

Se conectează analizorul şi dilutorul cu ajutorul unui cablu pentru semnal analog. Se conectează cu cleştişori-banană terminalele de intrare (canalele 1-6) de pe fața dilutorului. Cablurile de conectare la polul pozitiv sunt diferite de cele de conectare la polul negativ. Este necesară atenție pentru a nu le lăsa să se atingă în cursul operațiunii de conectare.

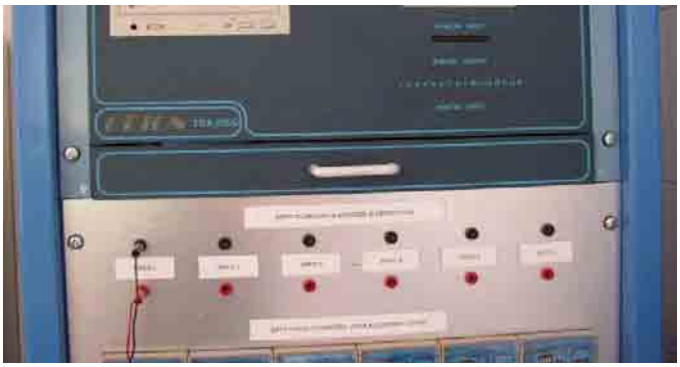


Figura 4.1 Terminalele pentru semnal de intrare de pe fața dilutorului.

Analizoarele de SO2, CO şi ozon necesită câte o ieşire, în timp ce analizorul de Nox necesită trei ieşiri, câte una pentru NO, NO şi NO2. Pentru a nu se greşi conexiunile este necesar să se decidă ce canal este folosit pentru fiecare analizor. De exemplu, în cazul unei greşeli de conexiune, datele înregistrate pentru NO pot fi de fapt datele pentru SO2.de fapt datele pentru SO2.

4.1.2 Conectarea conductelor

Se conectează ieşirea dela compresor cu intrarea de la generatorul de gaz-zero cu ajutorul cablului special. Se conectează gazul-zero alimentat de la generatorul de gaz-zero la portul „DIL INPUT 1” aflat pe partea din spate a dilutorului (Nr. IV, linia bleu din Figura 3)

S
di
co

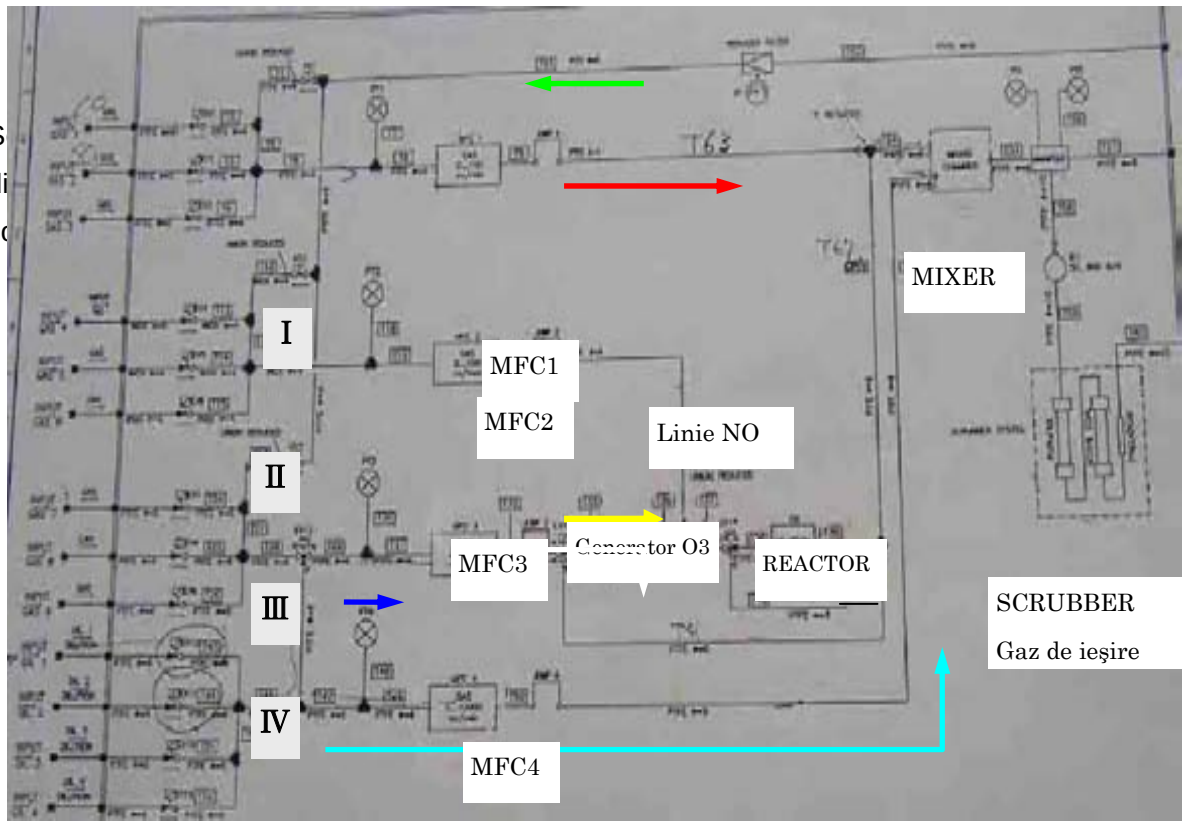


Fig. 4.2 Schema circuitelor de gaz ale dilutorului

Pe liniile I şi III se poate conecta în principiu orice gaz standard. Cu toate acestea, pentru SO2, care este mai corosiv, se va folosi o linie separată. Pentru SO2 se va aloca portul I, iar pentru CO portul II sau III.

Se pot conecta şi alte tipuri de gaze (ex. CH4,C3H8 sau H2S, NH3, etc.). A se avea grijă la conectarea fiecărui tip de gaz-standard pe fiecare linie pentru a nu se produce reacții chimice între ele. De exemplu, este interzisă conectarea pe aceeaşi linie a SO2 şi H2S, care se află în relație redox. E interzisă conectarea pe aceeaşi linie a SO2 şi NH3, deoarece între ele se produce o reacție acid-bază (de neutralizare).

Se conectează un tub de teflon la „OUTPUT” şi apoi se conectează direct la intrarea analizorului care trebuie testat. Este interzis a se folosi filtrul casetă din dotarea analizorului.

Se verifică dacă este conectată ieşirea „VENT” a dilutorului la conducta care elimină gazul în exteriorul camerei.

Linia colorată verde din figură se foloseşte exclusiv pentru purjare. Atunci când se efectuează purjarea, se conectează conducta de gaz-zero (presiune 6 bar) de la generatorul de gaz-zero la „PURGE”.

4.2 Pornire

4.2.1 Trecerea comutatoarelor pe poziția „pornit”

Se comută compresorul, generatorul de gaz-zero, dilutorul, computerul, pompa de adsorbție şi fiecare dintre analizoare pe poziția “pornit”. Analizoarele trebuie pornite după pornirea şi verificarea intrării în funcțiune a pompei de adsorbție. Pentru restul echipamentelor nu este necesară o ordine specială de pornire.

4.2.2 Incălzirea aparatelor

Compresorul nu necesită timp de încălzire, dar sunt necesare câteva minute după pornire pentru ca rezervorul de aer comprimat să se umple.

Cu privire la generatorul de aer-zero, încălzirea sa este confirmată prin aprinderea diodei electroluminiscente de pe fața frontală, atunci când temperatura încălzitorului catalizatorului pentru CO şi HC a ajuns la 400℃.

Dilutorul nu are părți care necesită încălzire, astfel că îi este de ajuns un timp de circa 30 de minute.

Analizoarele necesită cel mai îndelungat timp de încălzire. Timpul de încălzire diferă funcție de tip, dar în general analizoarele trebuie lăsate să se încălzească pentru minimum 2-3 ore pentru a putea fi asigurată o inspecție precisă.

4.2.3 Pornirea aplicației software

După pornirea computerului de operare, se porneşte aplicația special destinată dilutorului “OL-CAL2000”. Se verifică apariția ferestrei-program din figura 4.3.

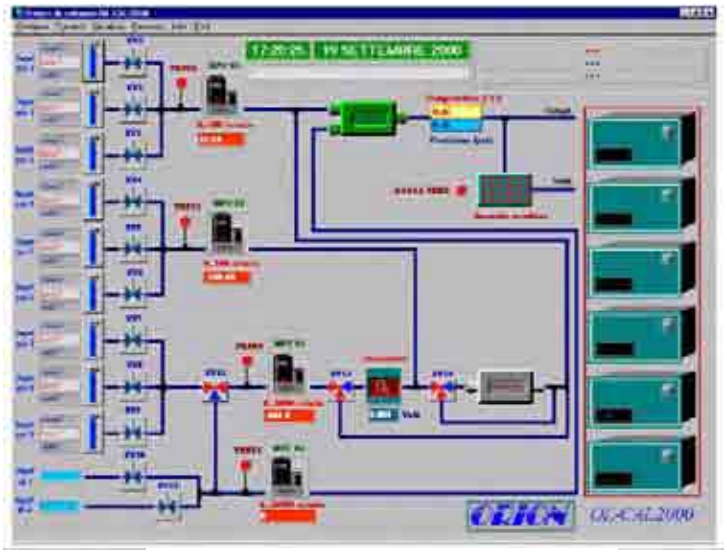


Fig.4.3 Dilutorul: Fereastra de pornire a software-ului

5. Operare

5.1 Setare

In perioada de după pornire în care se aşteaptă încălzirea analizoarelor automate se fac setările condițiilor de operare a sistemului dilutor. Gazele pornesc imediat după introducerea tuturor parametrilor. Din această cauză este necesar să se aprecieze timpul de introducere a parametrilor astfel încât operațiunea de setare să se termine la sfârşitul intervalului de încălzire a analizoarelor.

Condițiile de ajustare şi funcționare a fiecărui echipament precum şi condițiile de generare a gazelor-standard introduse cu ajutorul computerului se vor înscrie în Fişa de Administrare.

5.1.1 Buteliile de gaz-standard

Se deschide robinetul principal al buteliei de gaz-standard NO, se reglează presiunea secundară a regulatorului astfel încât presiunea gazului trimis către dilutor să fie 1.5-2 bar.

5.1.2 Generator gaz-zero

Se reglează butonul de ajustare a presiunii astfel încât manometrul de pe fața frontală a generatorului de gaz-zero să arate 1.5-2 bar.

5.1.3 Dilutor, computer

Se introduc de la computer condițiile de introducere a gazelor-standard în vederea testării performanțelor analizoarelor. A se consulta paragrafele 3 şi 4 din manualul dilutorului EDA-2000 pentru detalii.

5.1.3.1 Mod de operare manual

In cazul operării manuale a dilutorului, toate condițiile de ghidare a gazelor-standard din tabelul 5.1 de mai jos se vor specifica utilizându-se aplicația software din computer. Specificarea condițiilor se face fără folosirea barei de meniu, doar prin aplicarea de click pe fiecare dintre icoanele din figura 4.2.

In ce priveşte debitul de la debitmetrul de masă şi tensiunea aplicată în generatorul de ozon, acestea se pot specifica şi cu ajutorul barei de meniu în fereastra de setare din figura 5.1.

Figura 5.1 Fereastra de setare (Debitmetre şi generator ozon)

Tabelul 5.1 Condiții de introdus în modul manual

Echipament		Parametri de introdus
1	Butelii gaz- standard	Tip de gaz-standard, concentrația indicată pe butelie, unitatea de măsură a concentrației
2	Gaz-zero	Tipul de gaz-zero
3	Linii folosite	Gaze-standard: se va alege dintre liniile I-III prin aplicarea de click pe linia dorită.
		Gaz-zero: Se indică linia IV prin click
4	Setarea debitului	Gaze-standard: se specifică debitul de condus prin debitmetrele de masă ale liniei (în cmc/min). Se introduc valorile fie direct în spațiul de pe ecran, fie punând cursorul mouse-ului pe linia de referință a butonului rotund şi învârtindu-l ținând apăsat butonul stânga al mouse-ului.
		Zero-gaz: similar cu gazele-standard
5	Generator de ozon	Selectare ON-OFF. In cazul selectării opțiunii ON, debitul de gaz-zero care trece prin generator se introduce precum MFC04. Pentru tensiunea aplicată în generator se specifică valoarea dorită între 0 şi 5 V.

Valorile debitelor se calculează în prealabil conform formulei de mai jos.

$$Y = \frac{a}{a+b} \times X$$

Unde Y este concentrația generată (ppb)
X este concentrația gazului-standard înscrisă pe butelie (ppb)
a este debitul gazului-standard care trece prin MFC2 (ml/min)
b este debitul gazului-standard care trece prin MFC2 (ml/min)

Pentru calcului valorii a (debitul de gaz-standard) cunoscându-se X, Y şi b se foloseşte formula de mai jos:

$$a = \frac{Y}{X - Y} \times b$$

Generarea gazelor diluate începe imediat după introducerea manuală a condițiilor de mai sus (culoarea liniilor folosite se schimbă din albastru în roşu). Odată pornite, qazele diluate continuă să fie ghidate prin linii până când operatorul le opreşte manual, astfel că timpul de lucru poate fi lungit după necesități.

Terminarea curgerii gazelor se poate face fie prin aplicarea de click pe linie şi anularea comenzii de admisie a gazelor, fie prin aplicarea de click pe valva electromagnetică de pe linie pentru a o închide (culoarea liniei respective revine de la roşu la albastru).

5.1.3.2 Modul de operare automat

La operarea dilutorului în modul automat, se fac automat testele-standard prezentate la paragraful 5.3. Condițiile de testare sunt aceleaşi cu cele prezentate în tabelul 5.1, dar procedura de specificare este precum mai jos:

Se alege submeniul din bara de meniu din figura 5.2 şi mai întâi se specifică parametrii din tabelul 5.2.

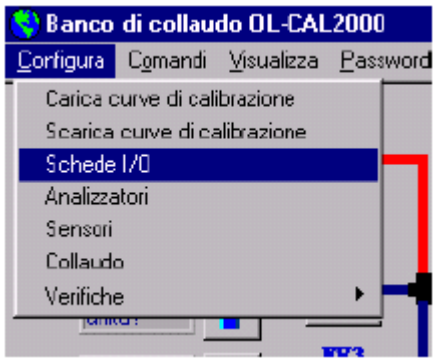


Fig. 5.2 Meniul de setare a condiţiilor (regim automat)

Tabelul 5.2 Condiții de introdus în modul automat

Echipament		Parametri de introdus
1	Butelii gaz- standard	Tip de gaz-standard, concentrația indicată pe butelie, unitatea de măsură a concentrației
2	Timp de execuție	Timpul de circulare a gazelor diluate către analizoare
3	MFC (debitmetre de masă)	Tensiunea de control a debitmetrului, nr. canalului de ieşire-comandă, nr. canalului de intrare pentru înregistrare (aceste valori determină proporția de diluare)
4	Generator de ozon	Tensiunea aplicată, nr. Canalului de ieşire-comandă
5	Nr. canal informare alarmă	Nr. canal pt. afişarea alarmei de presiune, nr. canal pt. afişarea alarmei de temperatură la scrubber
6	Nr. canal pt. controlul valvei electromagnetice	Nr. canalului de ieşire-comandă

Fig. 5.3 Fereastra de setare a semnalelor de intrare(regim automat)

In continuare, se introduc informațiile privitoare la analizorul testat

Tabel 5.3 Informații despre analizor (mod automat)

1	Tip de analizor
2	Numele substanței analizate
3	Unitatea de măsură a concentrației substanței poluante
4	Domeniul semnalului de ieşire analog (tensiune)
5	Domeniul de concentrație echivalent semnalului de ieşire în tensiune
6	Canalul de intrare destinat citirii valorilor de ieşire ale analizorului
7	Nr. zecimale ale valorii raportate
8	Dacă se foloseşte sau nu linia de calibrare întocmită la testul precedent

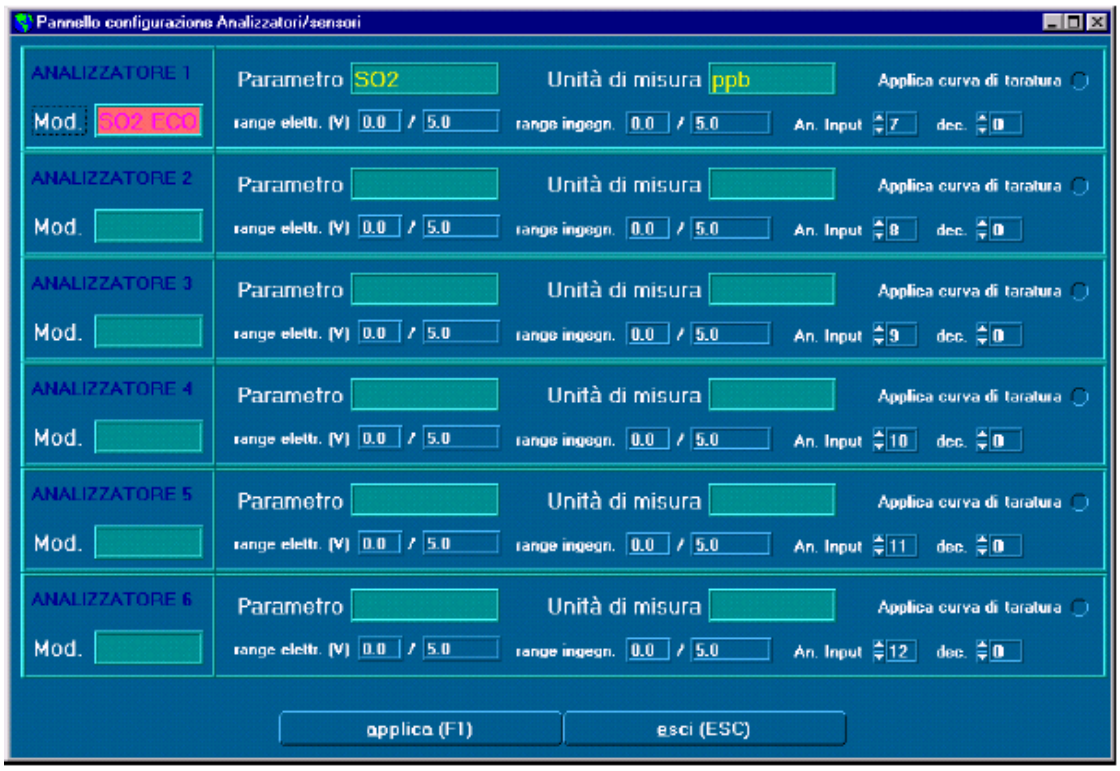


Figura 5.3 Fereastra de setare a intrărilor şi ieşirilor analizorului

5.1.3.3 Puncte de verificare a diluatorului

Inainte de a se termina încălzirea analizoarelor şi generarea gazelor-standard, se face verificarea preciziei semnalelor transmise. Această operațiune se face împreună cu verificarea preciziei semnalelor de intrare-ieşire ale analizorului, de la articolul 5.1.4. Procedura este precum mai jos:

Se accesează meniul deajustare a semnalelor de intrare-ieşire din submeniul analizorului şi se generează semnale de ieşire de 4mA (semnalul de zero) şi apoi de 20mA (semnalul de capăt de scală). Iconița corespunzătoare analizorului afişată pe ecranul computerului arată valoarea concetrației. Se verifică dacă ea arată respectiv 0 ppb şi 1000

ppb (pentru SO2).

In cazul în care valorile sunt greşite, se verifică mai întâi dacă semnalul de ieşire din analizor este correct sau nu. Se comută multimetrul digital pe măsurarea curentului, se plasează cleştişorii pe mufele terminalului cablului de transmisie şi se verifică dacă valorile curentului sunt 4mA şi 20mA. In cazul în care valorile diferă se ajustează semnalul de ieşire al analizorului.

In cazul în care valorile de pe ecranul computerului diferă de 0ppb şi 1000ppb chiar şi după ajustarea ieşirii analizorului, se ajustează valoarea afişată de analizor cu cea primită în dilutor astfel încât să fie identice.

Dilutorul nu are părți care să necesite ajustare după încălzire, dar este necesar să se inspecteze senzorul de presiune şi generatorul de ozon. După terminarea setărilor şi începerea generării gazelor-standard, se fac următoarele verificări:

1) Imediat după începerea generării gazului diluat, se verifică valorile afişate de manometrele aflate înaintea debitmetrelor de masă şi se verifică valoarea de 2.0 psi pe ecranul computerului.

2) Se inspectează valorile afişate de termometrul şi senzorul de presiune aflate în apropierea ieşirii gazului-standard din dilutor. Pentru parametrii gazului-standard admis în analizoare, se specifică valori de temperatură şi presiune apropiate de cele din cameră.

3) In cazul în care se generează ozon, se verifică vizual dacă lampa se aprinde rapid după începerea generării.

4) Se verifică dacă flotorul de debit excedentar este un pic înălțat. Un mic exces de debit este suficient.

5.1.4 Analizoare

Analizorul nu conține părți care să necesite ajustări după pornire. Cu toate acestea, înainte de a se termina încălzirea analizoarelor şi generarea gazelor-standard, este bine să se facă verificarea preciziei semnalelor transmise. Această operațiune se face împreună cu verificarea preciziei semnalelor de intrare-ieşire ale analizorului, de la

articolul 5.1.3.3 (Puncte de verificare a dilutorului).

Cu privire la valorile parametrilor de funcționare de pe meniul analizorului, precum temperatura, presiunea, tensiunea, etc., se verifică după terminarea încălzirii dacă sunt în limitele permise şi se înscriu în Fişa de administrare.

5.2 Inregistrarea datelor

Atunci când se operează diluatorul în regim de testare automată de la computer, valorile instantanee de ieşire de la analizor sunt colectate în computer şi apoi rezultatele calculate automat sunt stocate în memorie.

Atunci când se operează în regim de testare manuală, valorile de ieşire nu sunt stocate în memorie, nefiind înregistrate în computer. (Cu toate acestea, valorile instantanee din ultimele 20 de minute dinaintea opririi sistemului sunt stocate temporar în memoria cash a calculatorului şi pot fi salvate ca fişier imagine după terminarea examenului în regim manual).

Variația în timp a valorilor instantanee se poate înregistra şi în cazul regimului de funcționare manuală prin conectarea unui înregistrator grafic la ieşirea de semnal analogic a analizorului. Deseori este folosită şi metoda de a nota datele citite şi a le înscrie pe un grafic pe hârtie, însă această metodă nu e la fel de fiabilă întrucât deseori este greu de decis vizual în ce măsură s-au stabilizat valorile. In cazul în care se are la dispoziție un înregistrator grafic, este de preferat a nu se citi datele vizual.

5.2.1 Inregistrarea în regim de test automat

In cazul operării dilutorului în regim automat, parametrii de introdus necesari înregistrării sunt precum în tabelul 5.4.

Tabel 5.4 Parametri înregistrați (regim automat)

1	Selectarea parametrilor testați (par. 5.3 din prezentul document)
2	Numele fişierului-raport
3	Creare de fişier nou sau ataşare de date la un fişier deja existent
4	Text de adăugat pentru referință

Fereastra de setare a parametrilor înregistrați în regim automat se află în partea dreaptă a figurii 5.4. In partea stângă a figurii se află fereastra de selectare a parametrilor pentru testarea performanței. Aici se pot selecta tipuri de parametri de test.

Figura 5.4 Parametri pentru testul de performanță şi de întregistrat

Prin aplicarea de click pe F2 începe introducerea gazului-standard şi totodată şi înregistrarea automată. La terminarea timpului specificat gazul-standard se opreşte. Simultan se opreşte operația de înregistrare a datelor şi se crează automat raportul.

5.2.2 Inregistrarea în regim de test manual

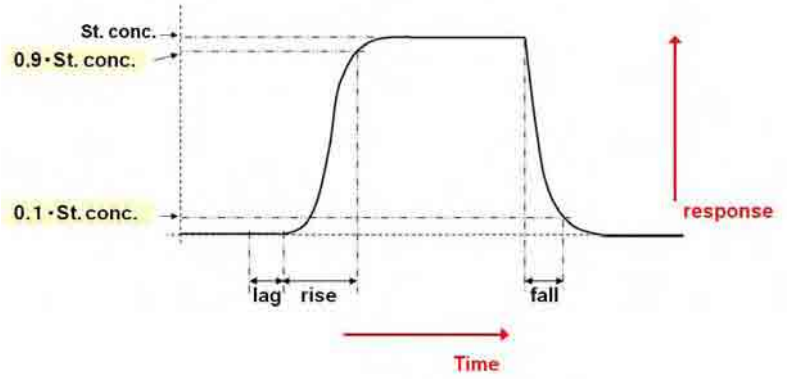


Figura 5.5.Variația răspunsului analizorului la admisia gazului standard

In figura 5.5 se arată variația în timp a valorilor instantanee afişate de analizor la introducerea de gaz-standard. Este o formă tipică de curbă obținută la introducerea succesivă de gaz-zero, gaz de capăt de scală şi din nou de gaz-zero.

In regim manual, în cazul oricărui tip de test dintre cele specificate la paragraful 5.3, este necesar să se înregistreze curba de răspuns fie cu un înregistrator grafic fie pe ecranul computerului.

In cazul afişării curbei pe computer, după afişarea datelor necesare pe ecran se vor efectua operațiunile de memorare de mai jos:

Apăsând butonul “Print Screen” de pe claviatură, curba afişată pe ecran este înmagazinată în memoria temporară. Se lipeşte imaginea rezultată în Word, etc. şi se memorează după ataşarea datei şi condiților de testare şi numele persoanei executante.

Nu se pot salva date numerice.

Inregistrarea cu grafice pe calculator nu este adecvată pentru înregistrări de lungă durată, deoarece datele din grafice nu rămân decât maximum 20 de minute în memoria cash.

Inregistrarea cu ajutorul înregistratorului grafic se face cu următoarea procedură.

Se desface conectorul către echipamentul dilutor de la terminalul de ieşire analogică aflat în spatele analizorului.

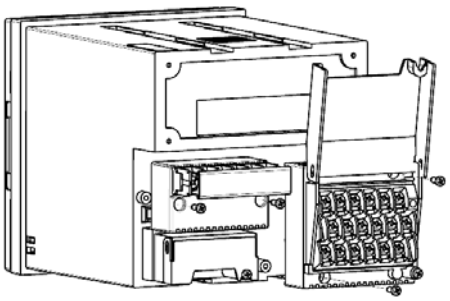
Se leagă la analizor conectorul unui cablu special destinat înregistratorului grafic. Cele două fire ale înregistratorului trebuie conectate la terminalele plus şi minus de pe placa de terminale, fără inversiuni (se pot înregistra simultan semnale de la maximum 6 analizoare).

Se porneşte înregistratorul.

Ajustarea semnalului de ieşire transmis (de efectuat după posibilități)

- Se testează semnalele de ieşire de la analizor. Cu ajutorul unui multimetru, se verifică dacă sunt emise semnale de 4mA pentru 0 şi de 20mA pentru capătul de scală.
- In acelaşi mod se verifică dacă pentru semnal de ieşire de 4mA (de zero), înregistratorul înscrie în partea de sus a hârtiei de înregistrat. In cazul în care înregistratorul nu marchează deloc, se reglează conform instrucțiunilor din manual astfel încât punctele marcate să ajungă pe linia de 0.

In continuare se reglează înregistratorul astfel încât pentru semnalul de capăt de scală (20mA) să marcheze 100% din scală. Reglările înregistratorului se fac pentru fiecare canal în parte.



Din graficele înregistratorului se pot culege date care se pot la rândul lor ordona în tabele de înregistrare.

Privitor la citirea datelor din grafic, aceasta se va face alegându-se valori ulterioare stabilizării răspunsului.

In figura 5.6 e prezentată o situație în care răspunsul analizorului variază în timp la introducerea de gaz de concentrație constantă . In acest caz citirea trebuie făcută după ce răspunsul se stabilizează şi nu în timpul variației semnalului (în exemplul de față este vorba de creştere).

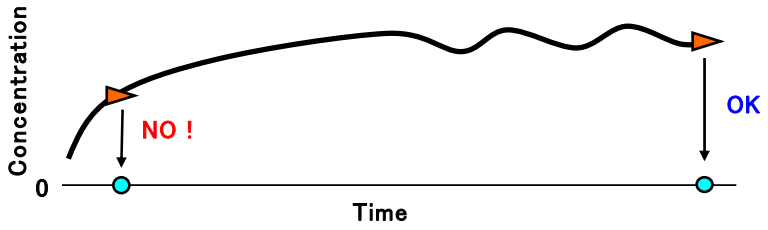


Fig. 5.6 Timpul de citire a datelor

Valorile citite se ordonează în tabele. In figura 5.7 se află un exemplu de înregistrare pentru testul de repetabilitate a analizorului de oxizi de azot.

NOx Analyzer Serial No. M2206-M905 Original setting Gain 2.359
The record of response under introducing NO standard gas 03-Sep-07 2.363

Span gas setting Ⅰ		
NO Cylinder Conc.	(ppm)	75.9
MFC02 (St. gas flow rate)	(ml/min	32
MFC03 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	3000
Introducing time	(min)	20

Response Ⅰ				
Date	25/09/07	26/09/07	27/09/07	28/09/07
Measured Conc. NO (ppb)	782	773	789	855
Measured Conc. NOx (ppb)	783	779	783	
Expected Conc. NO (ppb)	801			
Gain	2.103			
Offset NO	0.0001			
Offset NO2	0.0003			

Span gas setting Ⅱ		
NO Cylinder Conc.	(ppm)	75.9
MFC02 (St. gas flow rate)	(ml/min	32
MFC03 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	100
MFC04 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	2900
Introducing time	(min)	20

Response Ⅱ			
Date	25/09/07	26/09/07	27/09/07
Measured Conc. NO (ppb)	783	778	802
Measured Conc. NOx (ppb)	784	783	804
Expected Conc. NO (ppb)	801		
Gain	2.103		

Span gas setting Ⅲ		
NO Cylinder Conc.	(ppm)	75.9
MFC02 (St. gas flow rate)	(ml/min	32
MFC03 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	1000
MFC04 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	2000
Introducing time	(min)	20

pressure dropped at 2nd gauge

Response Ⅱ			
Date	25/09/07	26/09/07	27/09/07
Measured Conc. NO (ppb)	783	777	794
Measured Conc. NOx (ppb)	784	782	795
Expected Conc. NO (ppb)	801		
Gain	2.103		

Span gas setting Ⅳ		Low concentration Cylinder		
NO Cylinder Conc.	(ppm)	540		
Date		25/09/07	26/09/07	27/09/07
Before pur	Measured Conc. NO (ppb)	329		
ditto	Measured Conc. NOx (ppb)	337		
After purg	Measured Conc. NO (ppb)	401	357	575
ditto	Measured Conc. NOx (ppb)	404		

350

increased after removing the filter case

573 2nd

0.748148 3rd

decreased even after purging again! 4th

Fig. 5.7 Exemplu de înregistrare a răspunsului la introducerea gazului standard

5.3 Testarea performanțelor analizoarelor

Prezentul diluator are setate opt tipuri de testare automată, prin care se pot aprecia performanțele analizoarelor după variația semnalelor de la analizoare la introducerea de gaz-standard.

Testările sunt gândite astfel încât toate, cu excepția testului de influență a perturbatorilor (nr. 4 din tabelul 5.5), să se poată efectua prin varierea concentrației şi timpului de circulare a gazului-standard . Aceste teste se pot efectua şi în regim manual.

Tabelul 5.5 Teste-standard ale analizoarelor

1	Trasarea liniei de calibrare
2	Test de background
3	Testarea limitei inferioare de detecție
4	Testarea influenței perturbatorilor
5	Testarea deviației de zero (zero-drift)
6	Testarea deviației la capătul de scală (span-drift)
7	Testarea preciziei la repetare
8	Testarea vitezei de răspuns (întârziere, timp de creştere, timp de scădere)

In cazul testării în regim automat, alegerea testărilor de efectuat se face prin bifarea căsuțelor corespunzătoare testărilor în lista de tipuri de testare aflată în partea stângă a figurii 5.4. Referitor la operarea în fereastra de setare a regimului automat, se va consulta cap. 5 din manualul producătorului pentru procedurile necesare fiecărui tip de test.

Mai jos sunt date explicații referitoare la fiecare tip de testare. Cu toate acestea, după începerea testelor se vor inspecta valorile afişate de senzorii din fereastra din fig. 4.2 (prezentați în tabelul 5.6) pentru a se verifica dacă gazul-standard circulă conform condițiilor setate.

Tabelul 5.6 Teste-standard ale analizoarelor

1	Linia selectată
2	Debitul fiecărui debitmetru
3	Valorile presiunii în senzorii dinaintea debitmetrelor de masă
4	Concentrația în analizor (a se verifica şi identitatea valorii afişate pe ecranul computerului cu cea afişată de analizor)
5	Temperatura şi presiunea în mixer
6	Tensiunea aplicată în generatorul de ozon

5.3.1 Linia de calibrare

5.3.1.1 Trasarea liniei de calibrare

Acest test constă în trasarea unei curbe care reprezintă senzitivitatea analizorului, care conține valorile citite pentru cel puțin cinci concentrații diferite de gaz introdus în analizor. Ea se trasează aşadar folosind cel puțin cinci puncte care includ şi concentrația zero. In

cazul testării în cinci puncte, variația valorilor instantanee afişate de analizor arată precum în fig. 5.8.

Testarea în regim automat începe odată cu terminarea setărilor în fereastra de setări (fig. 5.9), astfel că introducerea gazelor începe şi se termină automat. Atât valoarea răspunsului analizorului cât şi linia care exprimă senzitivitatea analizorului raportată la valoarea reală a concentrației gazului-standard sunt calculate automat.

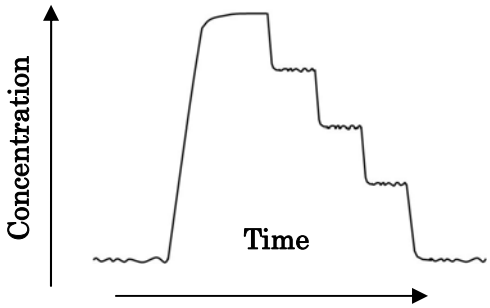


Fig. 5.8 Curba de răspuns la trasarea liniei de calibrare

Fig. 5.9 Calibration Curve Setting

5.3.1.2 Testarea liniarității

Acest test presupune calculul abaterii maxime a fiecărui punct de concentrație de la curba de calibrare.

Software-ul dilutorului nu conține această facilitate de calcul. Calculul se va face manual prin introducerea datelor în MS Excel (fig. 5.10).

Decizia admis-respins se face prin compararea cu standardul european (4%).

calcul abatere linearitate NO

M2206-M905 **700 ppb**

procent	Concentrație teoretică	Concentrații prima determinare	Concentrații a doua determinare	Valoarea medie,
0	0	0	0	0
20	192	152	152	152
60	577	567	567	567
95	914	947	947	947

B	1.048011
A	0.039752

Functia de regresie: y=B*x+A

Se calculează y utilizând valorile teoretice:

Concentrație teoretică	y= A+B*c teoretic	vm	dc=vm-y	dr=dc/c*100
0	0.039752311	0	-0.03975	
192	201.2578945	152	-49.2579	-25.6552
577	604.7421902	567	-37.7422	-6.54111
914	957.9219502	947	-10.922	-1.19496

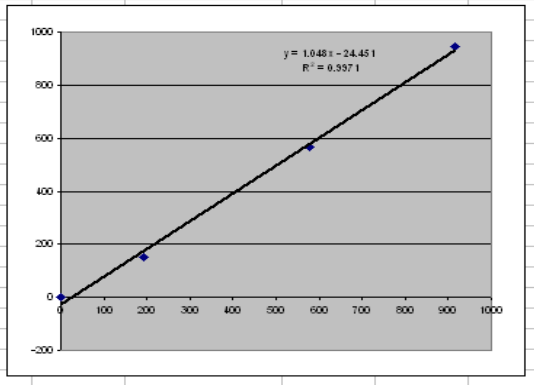


Fig. 5.10 Tabel de calcul al

5.3.2 Test de background

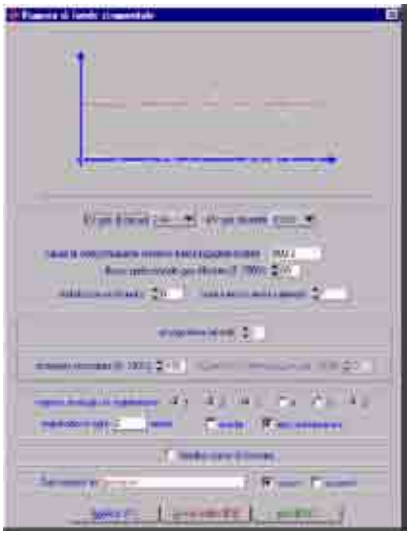


Fig. 5,11 Fereastra de setare pt. test de background

Este un test de apreciere a zgomotului de fond al analizorului.

Intrucât calculul se face automat ca valoare RMS, valoarea RMS diferă funcție de concentrația gazului-standard introdus.

Din această cauză, testul se va face întotdeauna pentru aceleaşi valori ale concentrației de gaz-standard introdus (de exemplu, 0 şi 80% din scala întreagă).

Nu se poate face o apreciere corectă în cazul în care gazul generat conține multe impurități. Este aşadar nevoie ca filtrele absorbante şi catalizatorii să fie schimbate periodic.

Precizia datelor este influențată de temperatura camerei, variații de tensiune de alimentare, etc. Din această cauză, pentru a obține date fiabile, la proiectarea sistemului este necesar să se aibă în vedere condiționarea aerului, mărimea camerei şi alimentarea cu energie.

Standardele ASRO nu conțin date despre testul de bacground. Numărul de puncte de măsurare nu este stabilit.

5.3.3 Testarea limitei inferioare de detecție

Este un test care presupune că limita inferioară de detecție este echivalentă cu dublul zgomotului de fond. Se vor avea în atenție aceleaşi puncte ca la paragraful precedent.

5.3.4 Testarea influenței perturbatorilor

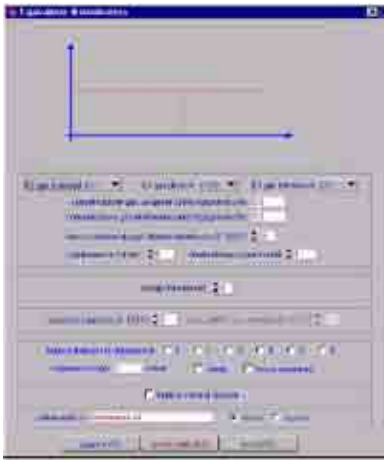


Fig. 5.12 Fereastra de setare pt. testul influentei perturbatorilor

Ex.: Analizoarele de SO2 sunt perturbate de hidrocarburi aromatici, iar cele de ozon de toluen. Se generează un gaz perturbator de concentrație aleasă, se introduce în analizor şi se urmăreşte influența sa asupra preciziei măsurării.

Pentru aceasta,se conectează o butelie de gaz umplută cu gaz perturbator de concentrație înaltă la un port liber dintre cele nouă porturi de conectare ale dilutorului.

Se va acorda atenție punctelor prezentate în

paragraful 4.1.2 pentru ca gazele să nu intre în reacții chimice unul cu celălalt.

5.3.5 Testarea deviației de zero (zero-drift)

Se conectează timp îndelungat dilutorul la gaz-zero şi se cercetează deviația răspunsului analizorului, care este diferența între valoarea răspunsului mediu imediat după introducerea gazului şi valoarea medie imediat înaintea sfârşitului testării. Datele se colectează conform instrucțiunilor de la paragraful 8.4.4 din standardul românesc SR EN 14211. Standardele europene prevăd testarea deviației pe termen scurt prin circularea de gaz timp de cel puțin 12 ore, iar deviația maximă admisă este de 2ppb.

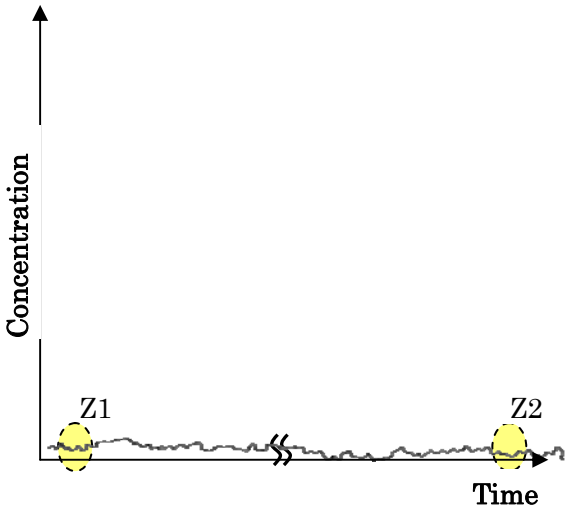


Figura 5.13 Variația răspunsului la testul de deviație-zero

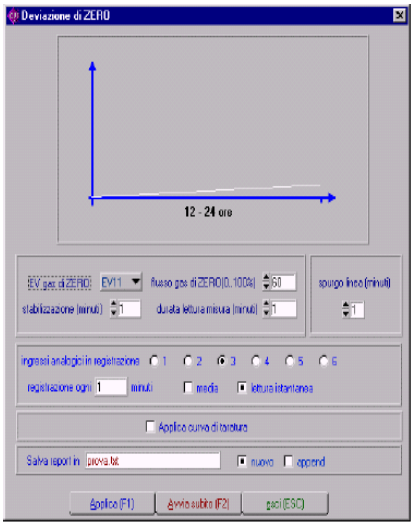


Fig. 5.14 Fereastra de setare pt. testul de deviație-zero

5.3.6 Testarea deviației la capătul de scală (span-drift)

Se conectează timp îndelungat dilutorul la gazul cu concentrație de capăt de scală şi se cercetează deviația răspunsului analizorului, care este diferența între valoarea răspunsului mediu imediat după introducerea gazului (S1) şi valoarea medie imediat înaintea sfârşitului testării (S2). Datele se colectează conform instrucțiunilor de la paragraful 8.4.4 din standardul românesc SR EN 14211. Standardele europene prevăd testarea deviației pe termen scurt prin circularea de gaz timp de cel puțin 12 ore, iar deviația maximă admisă este de 6 ppb.

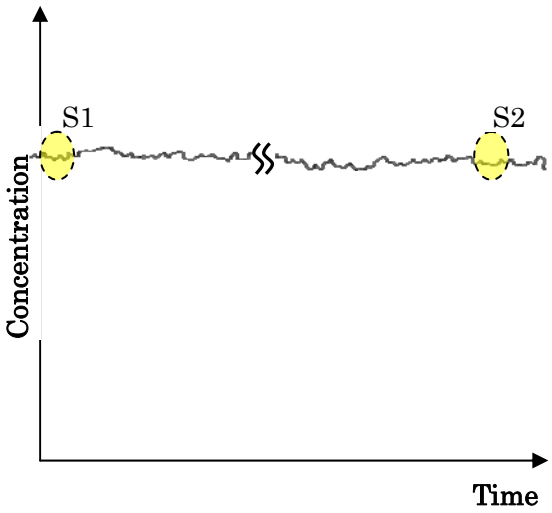


Fig. 5.15 Variația răspunsului la testul deviație la capăt de scală

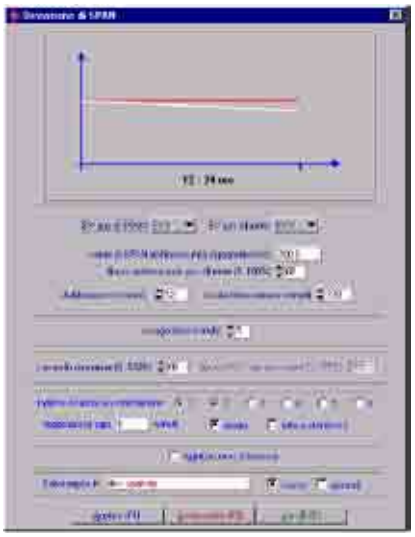


Fig. 5.16 Fereastra de setare pt. testul deviației de capăt de scală

5.3.7 Testul de repetabilitate

Se verifică precizia după abaterea standard la circularea de gaz-standard de aceeaşi concentrație de mai multe ori. Conform ASRO „SR EN 14211”, paragraf 3.8 „Repetabilitate” şi 8.4.5 „Abaterea standard la repetabilitate”, se colectează 20 de date (fig. 5.17 este pentru 3 date).

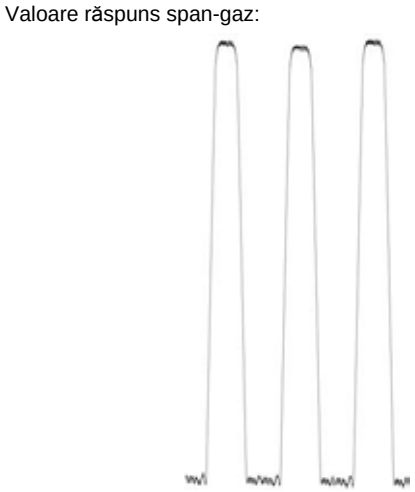


Fig. 5.17 Variația răspunsului la testul de repetabilitate

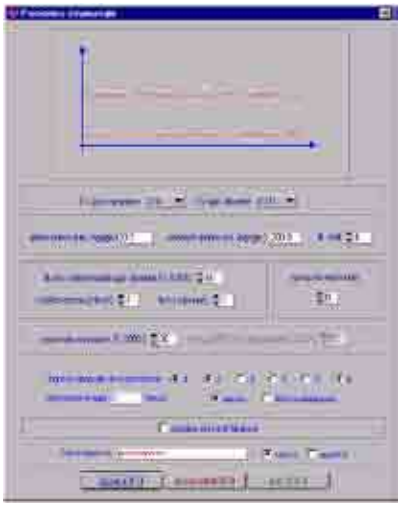


Fig. 5.18 Fereastra de setare pt. testul de repetabilitate

5.3.8 Testarea vitezei de răspuns

Testarea vitezei de răspuns se poate face şi în regim automat. Cu toate acestea, din cauza lungimii conductelor care unesc mixerul de analizoare, funcție de analizor este posibil ca deplasarea şi stabilizarea concentrației gazelor să necesite timp. Din această

cauză, testarea vitezei de răspuns în regim automat generează erori.

Pentru a se evita aceste erori, testarea se va executa manual după procedura de mai jos:

Procedura de circulare manuală a gazului pentru colectarea de valori de „timp de creştere”:
(se presupune că gazul are o concentrație de 200ppb)

① Se generează gaz standard din calibrator la concentrația teoretică de 200ppb.
② Se introduce gazul şi se notează cu precizie valorile până la stabilizare. Se notează răspunsul în ppb la stabilizare. Se calculează 90% din valoarea de mai sus (de exemplu, pentru o valoare stabilă de 195ppb, 90% este 175.5ppb).
③ Se debranşează linia de gaz-standard de la analizor. Generarea de gaz-standard se continuă şi după debranşare.
④ Imediat se circulă gaz-zero din butelia de N2 spre analizor (fără presiune; gazul-zero în exces se lasă afară printr-un manifold). Valoarea răspunsului analizorului scade imediat spre zero.
⑤ Se pregăteşte un cronometru.
⑥ Se branşează linia de gaz-standard la analizor. Simultan se porneşte cronometrul (se începe măsurarea timpului). Valoarea răspunsului începe să crească rapid.
⑦ In momentul în care valoarea răspunsului ajunge la 175.5 ppb se opreşte cronometrul şi se citeşte timpul. Această valoare este valoarea „timpului de creştere” în UE.

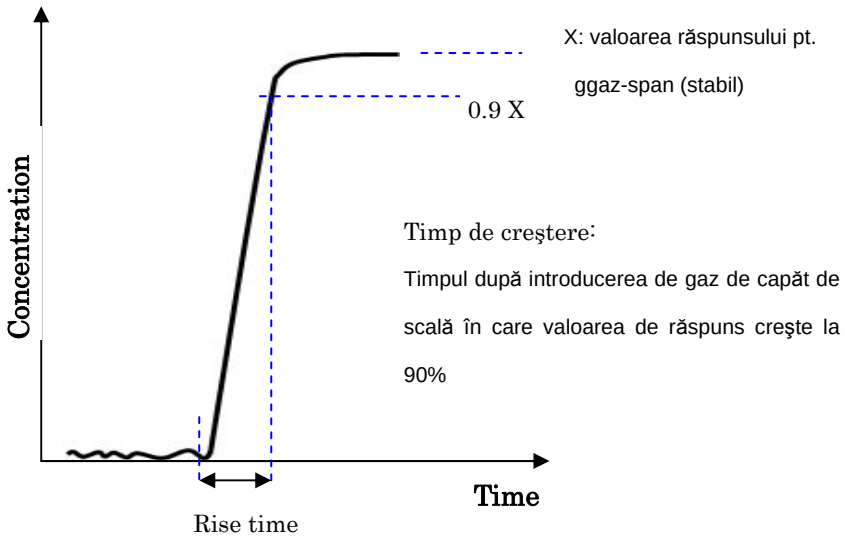


Fig. 5.19 Variaţia răspunsului la testul de viteză a răspunsului (creştere)

Metoda de măsurare a timpului de scădere este asemănătoare cu cea de mai sus.

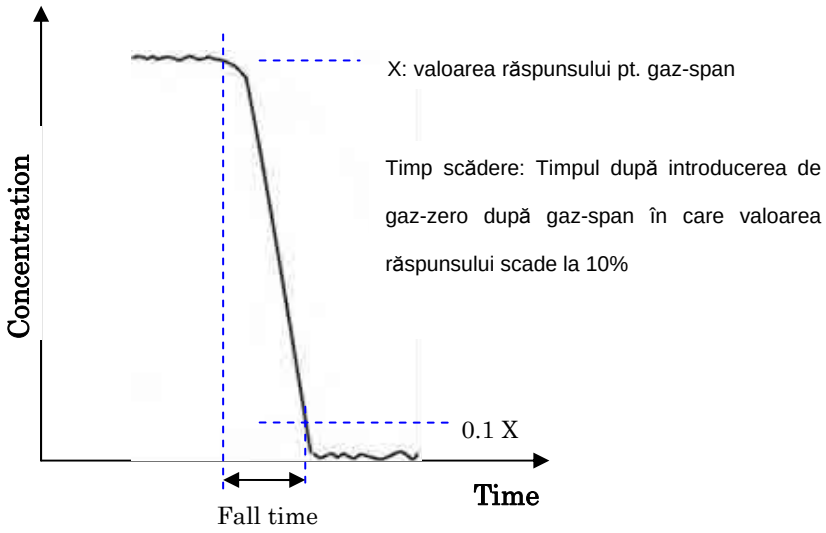


Fig. 5.20 Variația răspunsului la testarea vitezei de răspuns (timp scădere)

5.3.9 GPT (Titrarea în fază gazoasă)

Se fac operațiunile de la Pas 1 la Pas 5 (fig. 5.21), conform procedurii de operare GPT:

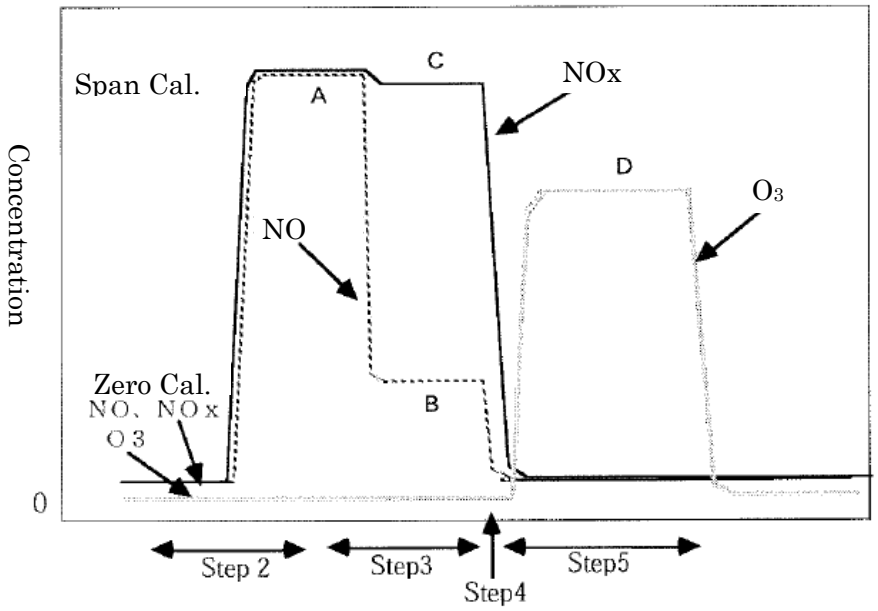


Fig. 5,21 Procedura de operare la GPT şi variația răspunsului analizoarelor de NOx şi O3

Spre deosebire de operarea obişnuită, în cazul GPT se foloseşte generatorul de ozon, astfel că se vor folosi traiectele precum în fig. 5.22.

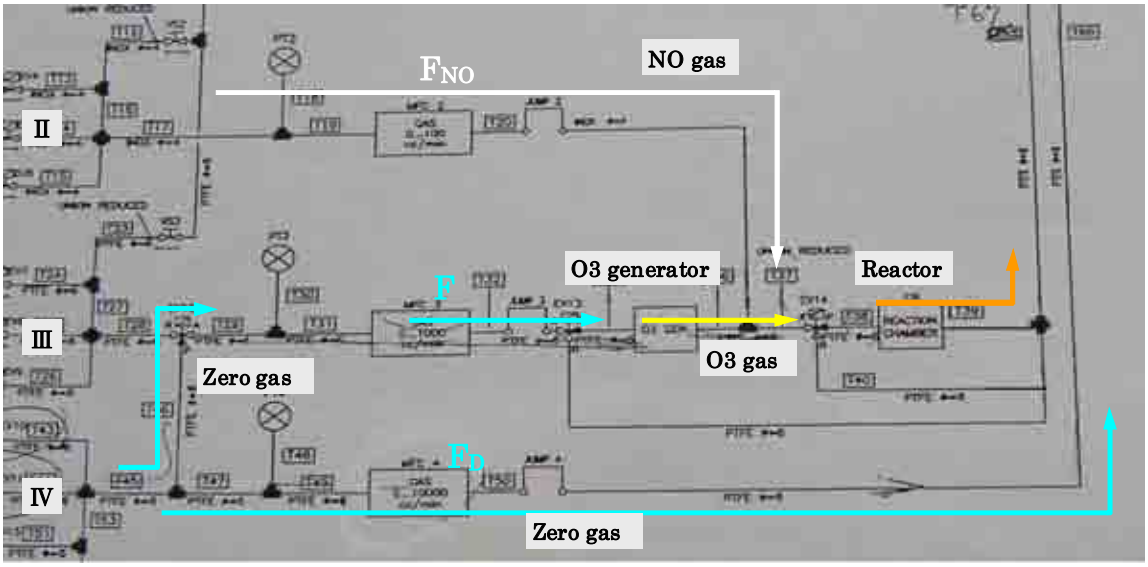


Fig. 5,22 Circulația gazelor la operarea GPT

La operarea GPT, pe lângă linia II de gaz standard NO şi linia IV de gaz-zero de diluare, simultan se foloseşte şi lnia III pentru generarea de ozon. Generatorul de ozon de pe linia III se porneşte numai atunci când se generează ozon.

După deciderea concentrației de ozon funcție de rezultatele operațiunii GPT se opreşte gazul-standard NO prin închiderea valvei electromagnetice de pe linia II (gaz-standard NO). Se continuă generarea ozonului cu ajutorul generatorului, producându-se gaz ozon în concentrația calculată. Acest gaz O3 se va folosi la calibrarea analizorului de ozon. Detaliile sunt conform Instrucțiunilor de operare GPT.

Regimul automat al prezentului sistem nu conține operare GPT, astfel că setările condițiilor se face manual. Folosind o filă de MS EXCEL pentru calcularea GPT, se apreciază debitele şi concentrațiile. Tabelul 5.7 conține un exemplu de condiții de generare.

Tabel 5.7 Condiții de testare GPT (exemplu)

Simbol	Denumire	Valoare setată (ex.)
NOstd	Concentrația buteliei de gaz-standard NO	75.9 ppm
F0	Debitul de gaz-zero care parcurge generatorul de ozon.	166 ml/min
Fp	Debitul de gaz-zero al liniei de diluare	1.334 ml/min
—	Generator de ozon- tensiune aplicată	5V (max.)
—	Concentrația ozonului generat	405 ppb
FNO	Debitul gazului-standard	6 ml/min
Fout	Concentrația gazului NO diluat (concentrația la ieşire)	Cca. 300 ppb

5.4 Operațiunile de terminare

5.4.1 Purjarea

După folosirea dilutorului se va îndruma gaz-zero prin conducte pentru a se executa operațiunea de eliminare a gazului-standard de concentrație înaltă rămas. In figură, pentru a se îndruma gaz-zero prin traiectul de purjare verde, se deschid cu mâna valvele de închidere-deschidere de pe fiecare dintre liniile I-III (în linia verde este nevoie de gaz-zero de cel puțin 6 bar).

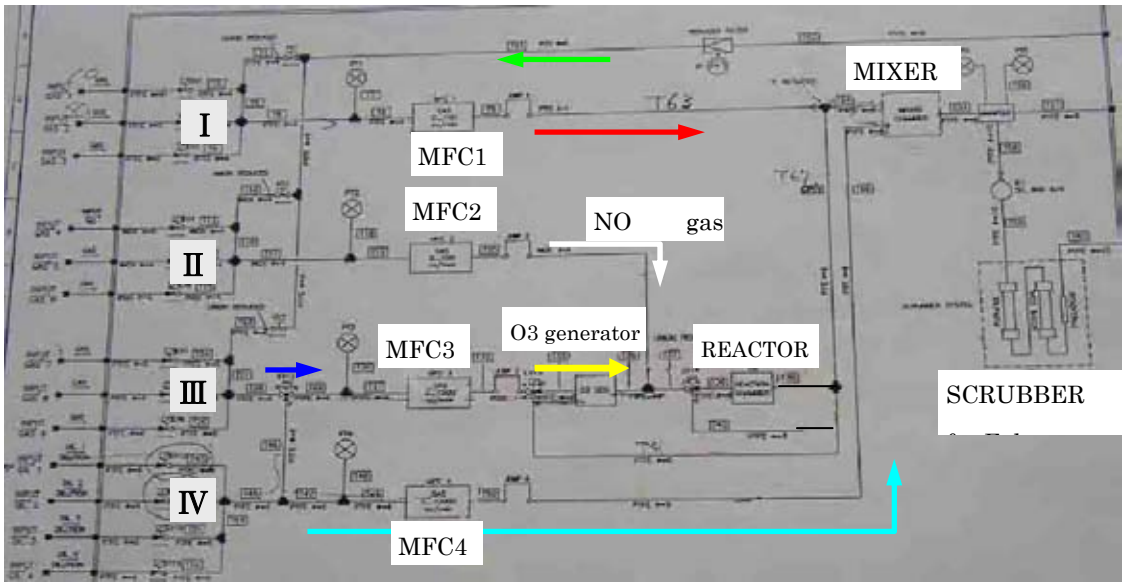


Fig. 5,23 Schema traiectelor diluatorului

După începerea purjării cu gaz-zero, se verifică dacă valorile afişate de analizor pornesc să scadă. Purjarea se încheie după ce se confirmă că analizorul a ajuns la valoarea zero.

Pentru purjarea uzuală este destul să se îndrume gaz-zero timp de zece minute. Cu toate acestea, pentru gaze cu adezivitate ridicată precum SO2 şi NO2, se va îndruma gaz-zero şi observa situația pentru un timp mai îndelungat.

Purjările pentru fiecare dintre liniile I-III se vor efectua separate, luându-se în considerare posibilitatea de intrare în reacție a gazelor standard din fiecare linie. După terminarea purjării, se închid cu mâna valvele de închidere-deschidere pentru purjare.

5.4.2 Oprirea analizoarelor automate

Oprirea alimentării electrice a analizoarelor automate se face după îndrumarea de zero gaz şi aşteptarea ca valoarea indicată să ajungă la zero. In continuare se opreşte alimentarea pompei de absorbție.

Cu toate acestea, în cazul analizoarelor de NOx dotate cu funcția de oprire a alimentării la generatorul de ozon, înaintea opririi alimentării analizorului de NOx se va opri întâi comutatorul pentru ozon, iar alimentarea analizorului propriu-zis de NOx se va opri după ce mai întâi se aşteaptă ca valoarea măsurată de analizorul de NOx să ajungă la zero.

5.4.3 Generatorul de gaz-zero, compresorul, buteliile de gaz-standard

După încheierea operațiunilor de oprire a dilutorului şi a analizoarelor automate, se opreşte alimentarea cu current electric a generatorului de gaz-zero şi a compresorului.

Apa condensată adunată în rezervorul de compresie se scoate afară prin învârtirea valvei manuale din partea inferioară a rezervorului. Chiar şi în cazul în care compresorul este dotat cu funcția de eliminare automată a apei, în cazul în care acesta are o valvă manuală este mai bine ca evacuarea să se facă folosind-o pe aceasta (pentru a se preîntâmpina ruginirea pereților rezervorului).

Se închid robinetele principale de la buteliile de gaz-standard. Pe cât posibil, se verifică dacă manometrele secundare ale regulatorului arată zero.

5.4.4 Oprirea dilutorului şi a computerului, buteliile de gaz-standard

După efectuarea operațiunilor de oprire de mai sus se opreşte alimentarea dilutorului şi a computerului.

6. Ordonarea datelor

6.1 Datele din regim automat

In modul de lucru automat, ordonarea datelor colectate şi întocmirea rapoartelor se face automat. Rapoartele sunt salvate automat în computer, putând fi deschise în acesta şi imprimate la imprimanta din dotarea sistemului, după care se pot arhiva ca documente pe hârtie.

In cazul în care se doreşte trimiterea fişierelor salvate către alt computer, se conectează o memorie flash la portul USB al dilutorului şi se copiază. Cu toate acestea, copierea folosindu-se memorii flash nu este recomandată deoarece memoriile flash pot conține viruşi care pot contamina aplicațiile dilutorului.

6.2 Datele din regim manual

Pe baza datelor înregistrate în tabele, se calculează valorile reprezentative după procedura de mai jos.

6.2.1 Liniaritatea

Rezultatele introducerii de gaz standard pentru cinci puncte de concentrație se introduc într-un table EXCEL şi cu ajutorul lor se întocmeşte un grafic de dispersie. Se foloseşte funcția de ataşare a liniei de interpolare şi se trasează linia de regresie (în acelaşi fel în care se trasează şi linia de calibrare de la 5.3.1.1).

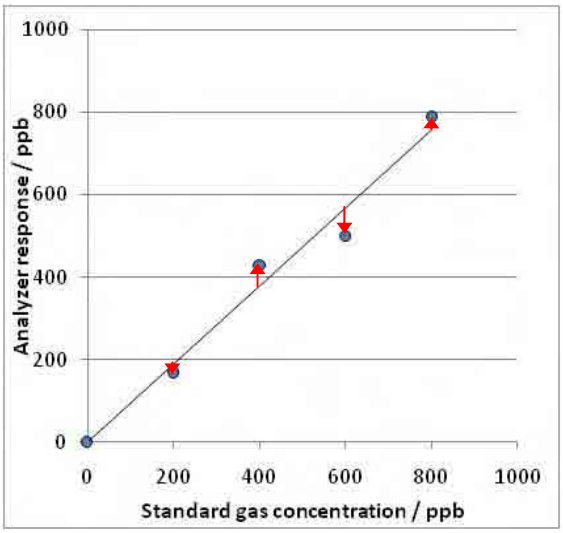


Fig. 6,1 Linia de regresie şi deviațiile

Formula de calcul pentru linia de regresie este aceeaşi cu cea descrisă în ASRO SR EN 14în ASRO SR EN 14211, Anexa B, punct B.1.

Testarea liniarității presupune afişarea diferențelor dintre concentrațiile în fiecare punct şi linia de regresie (conform fig. 6.1). Valoarea de raportat se calculează fie ca raportul dintre diferența cea mai mare dintre cele cinci puncte şi domeniul de folosire, fie ca raport în procente dintre această diferență şi concentrația de introducere.

In standardele ASRO nu este specificat dacă raportarea se face la domeniul de folosire sau concentrația de introducere.

6.2.2 Concentrația de background

In cazul unui număr n de puncte de măsurare, zgomotul de fond se va calcula conform formulei de mai jos.

$$R = \overline{r_1^2 + r_2^2 + \cdots\cdots + r^2}$$

6.2.3 Deviația de zero şi deviația de capăt de scală

Datele se calculează conform instrucțiunilor de la paragraful 8.4.4 „Deviația pe termen scurt” din standardul românesc SR EN 14211.

6.2.4 Repetabilitatea

Datele se calculează conform instrucțiunilor de la paragraful 8.4.5 „Deviația standard la repetare” din standardul românesc SR EN 14211

6.3 Excluderea datelor provenite din operarea neadecvată

In cazul evenimentelor de genul celor de mai jos (incluzând greşeli ale personalului), datele măsurate se exclud de la calcule.

1) Date citite înainte de stabilizarea răspunsului analizorului.

2) Instabilitatea răspunsului analizorului.

3) Probleme de alimentare cu energie electrică: întreruperi de current sau variații de tensiune.

4) Variații de temperatură ambiantă în afara ariei 25±1℃, din cauza unor eventuale defecțiuni ale sistemelor de condiționare a aerului.

5) Deschiderea ferestrelor sau uşilor pentru ventilare.

7. Mentenanță

7.1 Mentenanță periodică

7.1.1 Butelii gaz- standard

O dată pe lună se scoate regulatorul de la butelia de gaz-standard NO şi se purjează deschizându-se robinetul principal pentru o clipă. Atunci când presiunea din butelii scade sub 10 bar, se înlocuieşte butelia cu una nouă.

Se respectă termenele de valabilitate ale gazului-standard înscrise pe butelie. Buteliile expirate se returnează la furnizorul de gaz-standard.

7.1.2 Generator gaz-zero

O dată la şase luni se introduce în analizor N2 şi se verifică poziția zero a analizorului. Astfel se verifică dacă puritatea gazului-standard generat nu a scăzut.

Se înlocuiesc periodic catalizatorul pentru eliminarea CO şi HC din interiorul generatorului de gaz-zero, precum şi cărbunele activ şi filtrele purafil din exteriorul acestuia. Perioada de folosire a acestora depinde de timpul total de generare a gazului-zero. Referitor la catalizatorii pentru eliminarea CO şi HC, producătorul recomandă un timp de înlocuire de 9000 de ore.

7.1.3 Echipament diluator EDA-2000

De fiecare dată după folosirea dilutorului se face operațiunea de purjare.

Anual se înlocuieşte filtrul cu cărbune activ şi filtrul purafil destinat procesării gazului eliminat.

In scopul de a inspecta precizia diluării, anual se introduce în analizoare gaz-standard de concentrație scăzută şi se testează păstrarea senzitivității lor. De exemplu, se diluează gaz-standard de 2000pm şi se calibrează analizorul, după care se introduce direct gaz de 20ppm nediluat. In cazul în care analizorul afişează tot 20ppm, dilutorul funcționează bine.

Anual se inspectează debitele controlate de cele două debitmetre de masă ale aparatului EDA-2000 prin branşarea unui debitmetru-standard în urma lor. Inspecția se face pentru fiecare debitmetru în câte şase puncte: pentru MFC1 şi MFC2 0, 20, 40, 60,

80, 90 ml/min, pentru MFC3 0, 200, 400, 600, 800, 900 ml/min, pentru MFC4 0, 2000, 4000, 6000, 8000, 9000 ml/min şi se evaluează erorile şi liniaritatea.

7.1.4 Altele

Ieşirea analizorului de ozon nu este prevăzută cu tub cu cărbune activ. Din această cauză, dacă la testarea analizorului de ozon se introduce în continuu gaz-standard ozon, aceasta grăbeşte îmbătrânirea diafragmei pompei de absorbție. Din această cauză este necesară atenție la concentrația şi timpul de introducere a gazului.

7.2 Stabilirea nivelului de precizie cu etaloane de trasabilitate de nivel superior

Precizia de diluție a dilutorului depinde în mare măsură de precizia ajustării debitmetrelor de masă incorporate. Din punct de vedere a trasabilității debitului, fiecare dintre debitmetrele dilutorului se va inspecta anual folosindu-se un aparat de nivel superior (standard de stat) şi se va arhiva certificatul de revizie.

Anexez aici pentru referință materialul de mai jos, deşi nu este relevant pentru procedura de față:

In Laboratoarele Naționale de Referință, generatorul de ozon OGD-2000PT este folosit precum standard de transfer pentru concentrația de ozon. O dată pe an, este necesar ca el să fie calibrat fie prin trimiterea la producător şi calibrarea cu ajutorul unui aparat de nivel superior, fie la o instituție deținătoare de etaloane O3SRP din sistemul NIST.

7.3 Controlul deşeurilor

Absorbanții, catalizatorii, etc.rămaşi după înlocuire la mentenanța periodică vor fi procesați conform instrucțiunilor statului sau ale autorităților regionale.

7.4 Măsuri de securitate

In cazul scurgerii de gaz-standard de concentrație înaltă în laborator, se va proteja sănătatea personalului deschizându-se uşile şi ferestrele imediat pentru ventilarea camerei. Se vor inspecta eventuale îndoiri sau striviri la conductele de PCV destinate eliminării gazelor extinse de la sistemul de diluție în afara camerei.

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115

DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.4. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU

Procedura de măsurare pentru determinarea concentratiei dioxidului de azot şi a dioxidului de sulf din aerul înconjurător prin metoda ion cromatografică

大気中の SO_2 及び NO_2 測定標準作業手順書(SOP)

目次

1. 目的
2. 適用範囲
3. 参考文献及び関係文書
4. 定義及び略称
5. 分析工程フロー
6. 作業内容
   6.1. 必需品
      6.1.1 測定機材
      6.1.2 ガラス器具、消耗品
      6.1.3 試薬
         A. 試薬調製方法（水、溶離液、溶離液原液、溶離液、NO2 標準液、SO4 標準液、希釈、酸化液、再生液）／ B. 標準液の確認／ C. QC 標準の利用
   6.2. サンプリング
   6.3. 機器の準備
   6.5. 分析の実施
      6.5.1 試験法の原理／ 6.5.2 操作／ 6.5.3 分析試料調製／ 6.5.4 検量線／
      6.5.5 試料分析
   6.6. 結果の表示と記録
      6.6.1 校正式／ 6.6.2 標準原液の計算／ 6.6.3 校正溶液の計算／
      6.6.4 大気中 NO2 及び SO2 濃度の計算
   6.7. 検査と試験報告の出荷/ 6.8. 試験報告の納品と保存/
   6.10. 分析法のバリデーション/ 6.11. 不確かさの見積もり/
   6.12. 適正な測定の確保手段/ 6.13. 結果の精度保証/
   6.14. 試料、試薬、標準の廃棄/ 6.15. 労働安全、
7. 記録関連
8. 責任者関連事項
9. 附属書

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.4. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU

Procedura de măsurare pentru determinarea concentratiei dioxidului de azot şi a dioxidului de sulf din aerul înconjurător prin metoda ion cromatografică

SO_2 and NO_2 Measurements

Cod : PSL – 5.4 – 03 – 01

EDITIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:15.10.2008

DIFUZAT ÎN REGIM CONTROLAT. EXEMPLAR NR.

APROBAT:
Director DLNR
Data semnării

ELABORAT: Alina ILIE – consilier principal
Responsabil determinare: Alina ILIE – consilier principal
DATA elaborării aceeaşi cu Data ediției

VERIFICAT:

Şef laborator
Data semnării

DATA APROBARII/APLICĂRII:

Notă: Documentul de față este proprietatea Serviciului laborator aer aparținând ANPM . Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul laboratorului.
Copiile sunt numerotate şi controlate.

COD FL – 4.3-01
Editia
1/data:
Revizia 0/data:

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL –5.4 -			

CUPRINS

1. **Scop**
2. **Domeniu de aplicare**
3. **Documente de referință şi conexe**
4. **Definiții şi abrevieri**
5. **Diagrama de flux a procesului**
6. **Descrierea activității**
7. **Înregistrări**
8. **Responsabilități**
9. **Anexe**

1. SCOP

Prezenta procedură descrie activitățile de prelevare, pregătirea probei, execuția determinărilor şi calculele necesare pentru determinarea concentrațiilor de dioxid de azot şi dioxid de sulf, precum şi responsabilitățile personalului implicat în activitatea de execuție şi control al acestei determinări.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura se aplică la determinarea concentrațiilor de dioxid de azot şi dioxid de sulf din probele de aer, recoltate de către personalul laboratorului.

Valorile domeniilor de valabilitate pentru cei doi indicatori sunt prevăzute în Ordinul Ministrului 592/2002 pentru aprobarea Normativului privind valorile limită, a valorilor de prag şi a criteriilor şi metodelor de evaluare a dioxidului de sulf, dioxidului de azot şi a oxizilor de azot, pulberilor în suspensie (PM10 şi PM2,5), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ ŞI CONEXE

3.1. Documente de referință :

1. SR EN ISO/CEI 17025/2001: Cerinte generale pentru competenta laboratoarelor de incercari si etalonari
2. SR EN ISO 9001/2001: Sisteme de management al calitatii.Cerinte
3. SR ISO 5667-1 Ghid general pentru stabilirea programelor de prelevare
4. SR EN 13528-1:2003 Calitatea aerului înconjurator – Prelevatoare prin difuzie pentru determinarea concentrațiilor de gaze şi vapori. Cerințe şi metode de încercare Partea 1: Cerințe generale
5. SR EN 13528-2:2003 Calitatea aerului înconjurator – Prelevatoare prin difuzie pentru determinarea concentrațiilor de gaze şi vapori. Cerințe şi metode de încercare Partea 2: Cerințe specifice şi metode de încercare
6. SR EN 13528-3:2004 Calitatea aerului înconjurator – Prelevatoare prin difuzie pentru determinarea concentrațiilor de gaze şi vapori. Cerințe şi metode de încercare Partea 3: Ghid de selectare, utilizare şi întreținere
7. Analiza NO_2 si SO_2 conform metodei elaborată de către Radiello

3.2. Documente conexe:

1. Manualul Calității, cod MC - 01
2. IL-01 Instructiune de lucru pentru ion cromatograf
3. IL-03 Instructiune de lucru pentru sistemul de purificare a apei
4. IL-04 Instructiune de lucru pentru baia cu ultrasunete
5. IL-05 Instructiune de lucru pentru etuva
6. IL-06 Instructiune de lucru pentru vortex
7. IL-07 Instructiune de lucru pentru balanță analitică Mettler Toledo
8. Ghid EURACHEM/CITAC, Ed. A II-a "Cuantificarea incertitudinii în măsurarea analitică"

4. DEFINIȚII ŞI ABREVIERI

4.1. Definiții

- **aer înconjurător**: aerul troposferic, exclusiv cel din locurile de muncă.
- **blanc de laborator:**
- **blanc de teren:**
- **curba de regresie** pentru un eşantion de n perechi de observații a două caracteristici x şi y, curba de regresie a lui y în x este o reprezentare a lui y ca o funcție de x. Când curba de regresie a lui y în x este o dreaptă, regresia se numeşte liniară.
- **debit de prelevare prin difuzie**: debit la care prelevatorul prin difuzie colectează un anumit gaz sau anumiți vapori în atmosferă, exprimat în picograme pe părți per bilion[1] pe minut (pg ppb^{-1} min^{-1}) sau centrimetri cubi pe minut (cm^3 min^{-1}).
- **domeniu de lucru:** (a unei metode de analiză): Interval stabilit experimental şi verificat statistic prin etalonarea procedurii, situat între concentrația sau masa cea mai mică şi concentrația sau masa cea mai mare. Limita unui domeniu de lucru care se situează cel mai jos posibil este limita de cunatificare a unei metode analitice.
- **etalonare**: ansamblul de operații prin care se stabileşte, în condiții specificate, relația dintre valorile indicate de un aparat de măsurare sau de către un sistem de măsurare, cu valorile prezentate de către un etalon de referință.

Nota 1: rezultatul etalonării permite estimarea erorilor de indicație ale aparatului de măsurare sau ale măsurii materializate sau atribuirea de valori unor repere de scări arbitrare.
Nota 2: o etalonare poate fi astfel efectuată încât să se determine alte proprietăți metrologice.
Nota 3: rezultatul etalonării poate fi înscris într-un document numit uneori "Certificat de etalonare" sau "Raport de etalonare"
Nota 4: rezultatul unei etalonări poate fi exprimat şi sub forma unei corelații "testări de etalonare" sau "curbe de etalonare".

- **etalon:** mijloc de măsurare (măsură materializată, aparat de măsurare, material de referință sau sistem de măsurare) destinat să definească, să măsoare, să conserve sau să reproducă o unitate, ori una sau mai multe valori ale unei mărimi pentru a servi ca referință (a le transmite, prin comparare la alte aparate de măsurat).
- **fisa tehnică de securitate a materialelor:** informatii scrise care sunt furnizate de furnizor-importator referitoare la toxicitatea, proprietățile fizice, riscurile asupra sănătății, reactivitatea chimicalelor.

- **prelevator prin difuzie**: dispozitiv capabil să preleveze probe de gaze sau vapori din atmosferă cu un debit controlat printr-un proces fizic cum este difuzia gazelor printr-un strat de aer static sau printr-un material poros şi/sau permeația printr-o membrană, dar care nu presupune deplasarea activă a aerului prin dispozitiv.

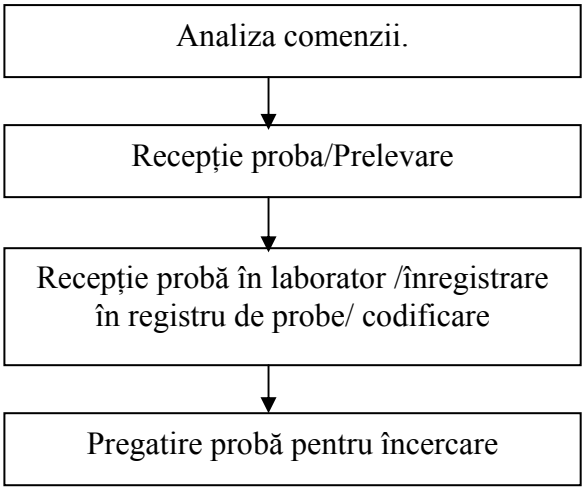
NOTA 1 – În mod normal termenul activ se referă la deplasarea aerului prin pompare.
NOTA 2 – Această definiție diferă de cea din EN 838:1995 prin adăugarea cuvintelor"sau printr-un material poros"

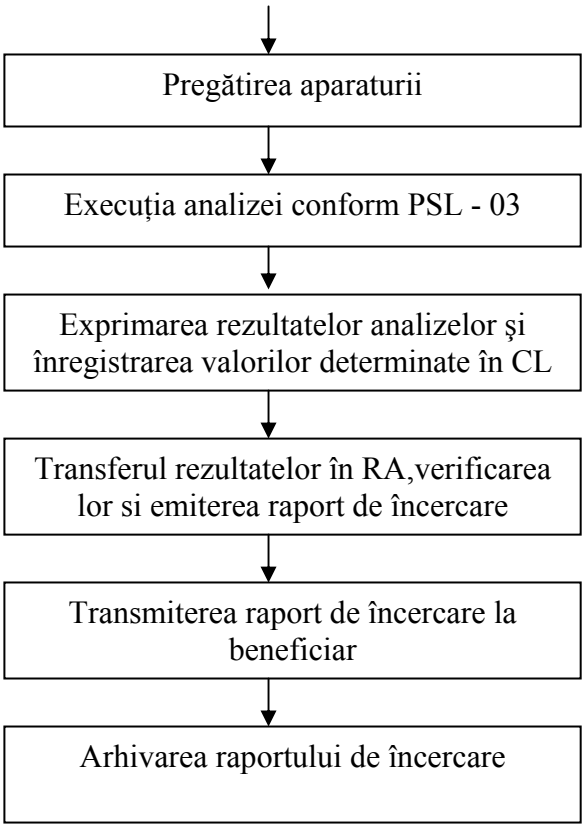
- **procedură de măsurare**: procedură pentru prelevarea şi analiza unui poluant sau a mai multor poluanți din aerul inconjurător şi care include conservarea şi transportul probei.
- **selectivitate**: grad de independență față de interferenți.
- **soluție standard stoc**: o soluție concentrată ce contine unul sau mai mulți analiți, preparată în laborator folosind materiale de referință verificate sau procurate din surse comerciale recunoscute.
- **soluție standard pentru etalonare:** este o solutie preparată prin diluarea primară a soluției standard sau a soluției standard stoc sau a analitul surogate. Solutia standard pentru etalonare este folosita pentru etalonarea instrumentului cu respectarea concentratiei analitului.
- **valoare limită**: nivel fixat pe baza cunoştințelor stiințifice, în scopul evitării, prevenirii sau reducerii efectelor dăunătoare asupra sănătății omului sau mediului, care se atinge într-o perioadă dată şi care nu trebuie depăşit după ce a fost atins.

4.2. Abrevieri

- **CL** - caiet de lucru
- **RA** - registru analize
- **IL** - instructiune de lucru
- **IC** - ion cromatograf
- **AS** - autosampler
- **TEA** - trietanol amina
- **LDM** - limita de detecție a metodei
- **PO** - procedură operațională

5. DIAGRAMA DE FLUX A PROCESULUI





6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Resurse necesare

În vederea bunei desfăşurări a activității, la sfârşitul fiecarui an responsabilul de analiză întocmeşte necesarul de consumabile necesare desfăşurării analizei (reactivi, filtre, sticlărie, MRC, materiale diverse) şi îl transmite şefului de laborator în vederea întocmirii referatelor de necesitate şi bugetului pentru anul care va urma.

Necesarul de piese de schimb este cuprins în contractul de mentenanță încheiat pentru fiecare echipament şi este exclusiv în sarcina firmei prestatoare de servicii.

6.1.1. Aparate şi echipamente de măsurare

Echipamentele şi aparatura folosită pentru determinarea NO_2 şi SO_2 prin ion cromatografie sunt:

- ion cromatograf 761 Compact IC (Metrohm), amplasat în sala 13
- autosampler 813 Compact Autosampler (Metrohm), amplasat în sala 13
- PC Intel (R) Pentium (R) 4 CPU 2.8 GHz 2.796 GHz, 504 MB of RAM
- baia de curățare cu ultrasunete Elma Tl-H-5, amplasată în sala 27
- sistem de purificare a apei TWF, amplasat în sala 27
- balanța analitică Metler Toledo cu patru zecimale, clasa de precizie I, amplasată în camera 25
- vortex (agitator), amplasat în camera 27
- trompa de vid, sala 27
- frigider, camera 13

- pipete automate Eppendorf (1-10 ml; 0,5-5ml; 0,1-1ml)

6.1.2. Sticlărie. Consumabile

Sticlăria necesară pentru analize este următoarea:

- sticlă brună - 1000 ml;
- pahare Berzelius - 50 ml, 100 ml;
- sticle de ceas cu diametrul de 10 mm, 20 mm;
- fiole pentru cântărire;
- pară de cauciuc pentru pipete;
- baloane cotate 100, 1000 ml, clasa A
- echipamente tip Radiello - adăpost, cartuşe absorbante, tuburi de difuzie, suport pentru cartuşe;
- pipete cu bulă cu două cote - 5 ml, 10 ml, clasa A
- pisete;
- pâlnii de sticlă;
- consumabile de laborator (vârfuri de pipete pentru pipete automate de 1-10 ml, 0.5-5 ml, 0.1-1 ml, seringi 5 ml, filtre nylon 0.45 μm, d=25mm);
- stativ pentru pipete;
- spatulă;

6.1.3. Reactivi

La efectuarea analizelor se vor utiliza numai reactivi de calitate analitică recunoscută. La livrare, loturile de reactivi vor fi însoțite de certificate de calitate, certificate de analiză, precum şi de fişe tehnice de securitate. Cântărirea reactivilor, prepararea soluțiilor şi stabilirea concentrației acestora se efectuează de către executantul analizei la IC.

Cântărirea reactivilor necesari preparării soluțiilor se face la balanța analitică Metler Toledo conform ILL 04, iar rezultatele se trec în „Caiet evidență cântăriri", cod CL - 4.6 – 02.

Executantul înregistrează în "Caietul consum pe analize", cod CL- 4.6 – 01 valorile cântăririlor şi a volumelor de soluții preparate, în vederea stabilirii consumurilor.

Soluțiile preparate se păstrează în sticlă cu etichetă. Eticheta trebuie să conțină:

- denumirea soluției
- concentrația soluției
- data preparării soluției
- termenul de valabilitate (dacă este cazul)
- numele şi semnătura executantului

A. Mod de preparare a reactivilor

a) Apa

Apa folosită trebuie să fie deionizată, altfel spus să nu conțină anionii care urmează să fie analizați, particulele prezente nu trebuie să depăşească 0.20 μm, iar conductivitatea electrică trebuie să fie mai mică de 0,1μS/cm. Creşterea conductivității electrice determinate de dizolvarea dioxidului de carbon nu influentează determinarea.

b) Eluentul

Alegerea eluentului depinde de tipul coloanei de separare precum şi de tipul detectorului. În metoda prezentată în această procedură este indicată soluția de eluent cu o concentrație de:

1.8×10^{-3} mol/l Na_2CO_3 şi 1.7×10^{-3} mol/l $NaHCO_3$.

c) Soluția standard stoc pentru eluent:

Soluția standard stoc primară de eluent poate fi cumpărată de la producător, de exemplu reactiv Exaxol Italia, sau poate fi preparată în laborator după cum urmează:

- se cântăresc la balanța analitică 1.9072g Na_2CO_3 şi 1.4281g $NaHCO_3$, se dizolvă în apă ultrapură, după care se aduce la semn cu apă ultrapură într-un balon cotat de 100 ml. Dizolvarea este urmată de filtrare printr-o membrană cu diametrul porilor mai mici de 0.45 μm.

d) Soluția de lucru de eluent

Se efectuează o diluție 1/100 din solutia standard stoc de eluent. Eluentul se prepară întotdeauna proaspat. Eluentul se poate păstra la temperatura de +4º C cel mult 7 zile. Pentru a evita proliferarea bacteriilor sau a algelor , eluentul se conservă la întuneric şi se reinnoieşte la fiecare 2-3 zile.

Pentru prepararea soluției folosite la analiză se măsoară cu pipeta automată 10 ml din soluția standard stoc şi se diluează cu apă deionizată pâna la 1l .

Apa deionizată folosită pentru prepararea soluției este degazată în prealabil timp de 10 minute cu ajutorul băii cu ultrasunete în vederea îndepărtării gazelor care în aparat compromit performanța sistemului şi au efecte nefavorabile asupra integrității datelor.

După adăugarea eluentului, soluția este supusă din nou degazării timp de 3 minute.

e) Soluția standard stoc de azotit 1000 mg/l:

Soluția standard stoc primară de 1000 mg/l NO_2^- poate fi cumpărată de la producător, de exemplu soluție standard stoc 1000 mg/l Merck, sau poate fi preparată în laborator după cum urmează:

1. azotitul de sodiu $NaNO_2$ (cu o puritate de minim 99%) trebuie uscat înainte de a prepara soluția. Se pune la uscat o cantitate de 0,5 -1 g azotit de sodiu într-o capsulă de porțelan şi se usucă în etuvă la o temperatură de 102ºC timp de 1-2 ore.
2. la sfârşitul perioadei de uscare se scoate (cu ajutorul mănuşilor) capsula de porțelan din etuvă şi se introduce în exicator, unde se lasă să se răcească timp de 30 min-1 h
3. cantitatea necesară pentru prepararea a 1000 ml de soluție se calculează dupa cum urmează: 1 x 68.995/46.006 = 1.500 g/1 l de soluție (unde 68.995 reprezintă masa molară a $NaNO_2$ iar 46.006- masa molară a ionului NO_2) ; pentru 100 ml cantitatea necesară este de 0.15 g
4. se cântăresc 0.15 g ±0.001 g de azotit de sodiu uscat într-o sticlă de ceas sau într-o fiolă de cântărire; este bine să se folosească recipiente din sticlă şi nu din plastic, datorită faptului că efectele electrostatice pot introduce erori în procesul de cântărire.
5. într-un balon de 100 ml se pun 30-80 ml apă deionizată în care se va dizolva cantitatea de azotit cântărită.
6. se agită bine până la dizolvarea completă şi se aduce la semn cu apă deionizată.
7. cantitatea de sare nefolosită se dizolvă în 50 -100 ml apă, după care soluția se aruncă în sticla cu reziduri aflată la nişă, sala 27.

Dizolvarea este urmată de filtrare - cu ajutorul unei seringi - printr-o membrană cu diametrul porilor mai mici de 0.45 μm.

1 ml corespunde la 1 mg de NO_2^-

Notă: soluția standard stoc de azotit de sodiu este stabilă 28 de zile, dacă este păstrată la o temperatură de 4^0 C. Soluțiile standard folosite la etalonare se prepară prin diluarea soluției standard stoc cu soluția de absorbție (apa deionizată).

Solutiile diluate din soluțiile standard stoc pot fi preparate lunar, cu exceptia soluțiilor de azotit care trebuie preparate zilnic.

f) Soluția standard stoc de sulfat 1000 mg/l:

Soluția standard stoc primară de 1000 ppm SO_4^{2-} poate fi cumpărată de la producător, de exemplu soluție standard stoc 1000 mg/l, Merck, sau poate fi preparată în laborator după cum urmează:

1. sulfatul de potasiu K_2SO_4 (cu o puritate de minim 99%) trebuie uscat înainte de a prepara soluția. Se pune la uscat o cantitate de 0,5-1 g K_2SO_4 într-o capsulă de porțelan şi se usucă în etuvă la o temperatură de 102ºC timp de 1-2 ore.
2. la sfârşitul perioadei de uscare se scoate (cu ajutorul mănuşilor) capsula de porțelan din etuvă şi se introduce în exicator, unde se lasă să se răcească timp de 30 min -1 h
3. cantitatea necesară pentru prepararea a 1000 ml de soluție se calculează dupa cum urmează:
   1 x 174.258/96.062 = 1.8140 g/1 l de soluție (unde 174.258 reprezintă masa molară a K_2SO_4 iar 96.062 - masa molară a ionului SO_4^{2-}); pentru 100 ml cantitatea necesară este de 0.1814g
4. se cântăresc 0.1814g ±0.001 g de K_2SO_4 uscat într-o sticlă de ceas sau într-o fiolă de cântărire; este bine să se folosească recipiente din sticlă şi nu din plastic, datorită faptului că efectele electrostatice pot introduce erori în procesul de cântărire.
5. într-un balon de 100 ml se pun 30 - 80 ml apă deionizată în care se va dizolva cantitatea de sulfat cântărită.
6. se agită bine până la dizolvarea completă şi se aduce la semn cu apă deionizată.
7. cantitatea de sare nefolosită se dizolvă în 50 -100 ml apă, după care soluția se pune în sticla cu reziduri aflată la nişă, sala 27.

   1 ml din această soluție conține 1 mg SO_4^{2-}

Dizolvarea este urmată de filtrare - care se realizează cu ajutorul unei seringi - printr-o membrană cu diametrul porilor mai mici de 0.45 μm.

Notă: soluția standard stoc de sulfat de potasiu este stabilă aproximativ 6 luni, dacă este păstrată la o temperatură de $+4^0$ C. Soluțiile standard folosite la etalonare se prepară prin diluarea soluției standard stoc cu soluția de absorbție (apa deionizată).

Prepararea soluțiilor etalon se efectuează de către responsabilul de analiză, care înregistrează această activitate în „Caiet de lucru - IC", cod CL – 5.4-03-01

g) Soluții standard pentru etalonare

1. **10 mg/l** SO_4^{2-} -Se pipetează 1 ml din soluția standard stoc de sulfat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

1.1. 10 mg/l NO_2^- - Se pipetează 1 ml din soluția standard stoc de azotat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

2. **7 mg/l** SO_4^{2-} - Se pipetează 0.7 ml din soluția standard stoc de sulfat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

2.1. 7 mg/l NO_2^- - Se pipetează 0.7 ml din soluția standard stoc de azotat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

3. **5 mg/l** SO_4^{2-} - Se pipetează 0.5 ml din soluția standard stoc de sulfat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

3.1. 5 mg/l NO_2^- Se pipetează 0.5 ml din soluția standard stoc de azotat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

4. **3 mg/l** SO_4^{2-} - Se pipetează 0.3 ml din soluția standard stoc de sulfat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

4.1. 3 mg/l NO_2^-- Se pipetează 0.3 ml din soluția standard stoc de azotat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

5. 1mg/l SO_4^{2} - Se pipetează 0.1 ml din soluția standard stoc de sulfat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

5.1. 1mg/l NO_2^- - Se pipetează 0.1 ml din soluția standard stoc de azotat şi se diluează în 100 ml apă ultrapură

h) Soluția oxidantă - apă oxigenată

Se pipetează 10 ml de apă oxigenată 30% într-un balon cotat de 100 ml. Se aduce la semn cu apă ultrapură. Soluția astfel obținută se prepară în ziua în care se fac analizele.

i) Soluția pentru regenerarea supresorului

Soluția folosită pentru regenerarea supresorului este acidul sulfuric cu concentrația 50 mM.

Pentru prepararea acestei soluții se pipetează 2,7 ml acid sulfuric cu concentrația 98% şi de densitatea 1,84 g/cm^3 într-un balon de 1000 ml.

B. Verificarea soluțiilor standard stoc

De fiecare dată când se foloseşte o soluție standard nouă (fie că este cumpărată sau preparată în laboratorul propriu) aceasta trebuie verificată prin comparație cu vechea soluție standard stoc ce se intenționează a fi înlocuită. Acest lucru se face efectuând, pe rând, două curbe de etalonare folosind „vechea" şi „noua" soluție după care se compară rezultatele. Rezultatele dintre „noua" şi „vechea" soluție standard stoc nu trebuie să difere cu mai mult de 2%. Daca acest lucru se întâmplă atunci:

1. procedura de preparare a soluților folosite la etalonare trebuie repetată;
2. daca diferența între rezultate rămâne tot de 2% între vechea şi noua curbă, atunci soluțiile standard stoc trebuie comparate cu un standard de calitate pentru control;
3. la final analistul trebuie să stabilească care dintre soluții nu este bună: cea nouă – ceea ce este putin probabil, dar nu imposibil - sau soluția veche care s-a deteriorat;

C. Prepararea şi folosirea standardului de calitate pentru control

Standardul de calitate pentru control reprezintă un standard folosit pentru controlul calitații. El este preparat după metoda descrisă mai sus pentru prepararea soluțiilor standard stoc, dar se folosesc reactivi fie dintr-un alt lot al aceluiaşi producător, fie se foloseşte o soluție standard stoc provenită de la un alt producător. Acest standard de calitate pentru control se compară cu soluția standard stoc.

6.2. Prelevarea probelor

Prelevarea, recepția, depozitarea, manipularea şi înregistrarea probelor de NO2 şi SO2 se fac conform procedurii **PO** 1 de către persoanele ce lucrează la IC. Datele de prelevare se înregistrează în caietul de teren – Înregistrări prelevare NO2 şi SO2, cod DP-5.4-03-01, model în anexa 1.

6.3. Pregătirea aparaturii

6.3.1. Pregătirea echipamentelor de analiză/măsurare

6.3.2. Pregătirea şi verificarea stării de funcționare a IC şi AS se fac conform IL-1 „Instrucțiuni de lucru pentru ion cromatograful 761 Compact IC" cod.

6.3.3. Pregătirea şi verificarea stării de funcționare a balanței Mettler Toledo se face conform IL-3" Instrucțiuni de lucru pentru balanța analitică Mettler Toledo"

6.4. Pregatirea sticlariei de laborator

Paharele Berzelius, baloanele cotate, fiolelele pentru cântărire, pâlniile, pipetele şi sticlele de ceas se spală în prealabil cu apă şi detergent, conform PO - Spălare sticlărie şi se clătesc bine cu apă distilată şi apă ultrapură după care sunt uscate în etuvă la 100^{0}C, timp de 30 minute. Pentru a elimina riscul de contaminare a probei, nu se utilizează acizi minerali sau soluții de detergenți alcalini pentru curățare.

6.5. Execuția analizei

6.5.1. Principiul metodei

Procedura de lucru constă în prelevarea NO_2 şi SO_2 din aerul înconjurător cu ajutorul prelevatoarelor prin difuzie. Prelevarea este urmată de analiza şi determinarea concentrațiilor de NO_2 şi SO_2 cu ajutorul ion cromatografului.

Dioxidul de azot din aer este adsorbit pe cartuşele ce conțin TEA, sub formă de ion NO_2^-, în timp ce SO_2 este adsorbit sub formă de ioni SO_4^{2-} şi/sau SO_3^{2-}. După desorbția în apă cei trei anioni sunt analizați împreună prin metoda ion cromatografică.

6.5.2. Modul de lucru

Operațiile sunt efectuate de executantul încercării şi sunt supervizate de responsabilul de analize aer. Operațiile se efectuează în laboratorul de analize aer, camera 27, iar analiza cromatografică se efectuează în camera 13.

Executantul înregistrează analizele efectuate în caietul de lucru IC, cod CL - 5.4 - 03 - 0.1, al cărui cap de tabel este prezentat în anexa 2 la prezenta procedură.

Verificarea înregistrărilor este efectuată sub semnătură de responsabilul de analiză. Şeful de laborator verifică prin sondaj modul de executare a determinărilor şi înregistrările efectuate.

Probele sunt prelevate din teren conform procedurii de prelevare **PO 1** şi transportate în laborator, în camera 27.

6.5.3. Pregătirea probelor în vederea analizei

Procedura ce trebuie urmată pentru pregătirea probelor pentru analiză este următoarea:

- Cartuşele aduse din teren sunt lăsate în camera de analiză (camera 27) timp de 10 minute pentru a atinge temperatura de lucru, respectiv 20ºC; dacă analiza nu se poate efectua imediat ce probele au fost aduse din teren, acestea se păstrează la frigider la o temperatură de 4 ºC maxim 4 luni.
- Se măsoară cu o pipetă automată 10 ml apă ultrapură, după care, fără a atinge marginile tubului, se pipetează conținutul acesteia în tubul de plastic ce conține cartuşul expus. **Volumul de apă adăugat trebuie să fie măsurat cu acuratețe şi precizie, deoarece acest volum se foloseşte la calculul masei de azotit/sulfat din probă.**
- În vederea desorbției, tubul se agită puternic timp de 2 minute cu ajutorul Vortex-ului;

Atenție! Dacă viteza de rotație este prea mare, este posibil ca lichidul să curgă din tub sau tubul însuşi să fie aruncat din aparat, din acest motiv este recomandat ca tuburile să fie supravegheate în timpul agitării.

- După agitare, soluția din tubul de plastic este aspirată cu o seringă de plastic cu volumul de 5 sau 10 ml, după care, soluția este filtrată cu ajutorul unei membrane filtrante din nylon cu diametrul porilor de 0.45 μm, membrană ce se ataşează de capătul superior al seringii.
- După filtrare, soluția este introdusă într-o fiolă de analiză pentru autosampler (etichetată în prealabil); urmează analiza primului indicator - NO2;
- După ce a fost determinat NO2, în soluția de analizat se adaugă 0.1 ml sol 3% apă oxigenată (în vederea oxidării SO_3^{2-} la SO_4^{2-});
- Deoarece apa oxigenată poate produce contaminarea coloanei, soluția astfel obținută de la punctul precedent este analizată după 24 de ore, astfel încât apa oxigenată să se descompună în mod natural.
- Determinarea concentrației anionilor se realizează măsurând conductivitatea soluției. Dacă valoarea concentrației găsită este peste limita superioară a domeniului de lucru, se efectuează o diluție corespunzatoare cu apă ultrapură şi se repetă analiza.

- **Blancul de laborator** - la fiecare expunere a unei serii de cartuşe de adsorbție dintr-un anumit lot se păstrează în frigider, pe toată perioada expunerii, 2 cartuşe din acelaşi lot, numite blancuri de laborator. Scopul principal al folosirii acestor blancuri de laborator este acela de a verifica dacă, pe parcursul pregătirii sau analizei probelor, acestea au fost fie contaminate în laborator, fie contaminate în timpul etapei de desorbție, datorită sticlăriei folosite, care nu a fost corect şi/sau eficient spălată. Valoarea rezultatului blancului de laborator trebuie să fie mai mică decât limita de detecție: dacă nu se întâmplă aşa, cauza pentru care se obține o altă valoare trebuie investigată.
- **Blancul de teren** - scopul folosirii acestor blancuri este acela de a identifica posibilele contaminări ale probei care pot apărea în timpul transportului sau în perioada de depozitare. Blancurile de teren însoțesc proba în locul în care aceasta va fi expusă, fără ca blancul de teren să fie expus. Pe toată perioada expunerii, blancurile de teren vor fi depozitate în frigider, urmând ca la recoltarea probelor ele să fie transportate din nou la locul de expunere.

6.5.4. Etalonarea

Domeniul ales pentru etalonare trebuie să fie în concordanță cu domeniul concentrațiilor aşteptate în probe.

Într-o serie de 6 baloane cotate cu capacitatea de 100 ml se prepară, conform punctelor **6.5** şi **6.6,** soluțiile pentru etalonare, după care, în 6 fiole (vialuri) folosite pentru analiza la **AS,** se pun aproximativ 7-8 ml soluție din fiecare balon şi se aşează, în ordine, în stativul de probe al AS; poziția 1 corespunde concentrației celei mai mici, poziția 6 concentrației celei mai mari. De obicei, fiecare şir de probe este precedat de o probă de apă ultrapură, aceasta având rolul de a spăla coloana.

Se efectuează analiza cromatografică a acestor soluții, conform IL – 08 „Etalonarea IC". Se identifică anionii prin compararea timpilor de retenție ai probei cu cei ai soluțiilor de etalonare, ținând seama că aceştia pot varia cu concentrația şi matricea. Aria (sau înălțimea) picului (semnalului) este proporțională cu concentrația anionului. Este permisă renunțarea la unele puncte de pe curbă, cu condiția ca acestea să fie relativ uniform distribuite pe domeniul de etalonare, iar numărul final de puncte de pe curbă să nu fie mai mic de 5.

Se calculează cu ajutorul software-ului panta, intersecția cu axa, coeficientul de corelație (R). Dacă R este mai mic decăt 0.999, se identifică şi se elimină cauzele care au condus la acest rezultat.

Curba de etalonare se execută trimestrial şi se verifică lunar sau ori de câte ori sunt necesare măsuri corective. Curbele de etalonare se păstrează în dosarul „Curbe de etalonare IC", cod DCE- 5.4-03-01

Se utilizează datele obținute pentru a calcula dreapta de regresie. În caz de neliniaritate, curba se elimină.

6.5.4.1. Măsurări folosind metoda etalonării standardizate

O dată stabilită curba de etalonare, se efectuează analiza probei pretratate.

Atunci când concentrația anionilor în proba de analizat depăşeşte limita superioară a domeniului de validitate, se diluează proba. Pentru un domeniu de concentrații scăzute este necesară stabilirea unei noi curbe de etalonare.

6.5.4.2. Verificarea valabilității curbei de etalonare

Curba de etalonare se verifică în fiecare zi de lucru, după fiecare 20 de probe sau de fiecare dată când se prepară soluția standard stoc de eluent.

Pentru verificarea etalonării inițiale (care se execută după rularea oricărei curbe de etalonare) se prepară două soluții standard pentru etalonare din soluțiile standard stoc sau standardul de calitate pentru control – vezi 6.1.3 pct B (soluțiile standard stoc), concentrațiile acestor 2 soluții situându-se aproape de limita inferioară şi superioară a domeniului de lucru.

După fiecare set de 20 de probe urmează o nouă verificare a curbei de etalonare, procedura de verificare fiind asemănătoare cu cea de verificare a etalonării inițiale.

Dacă timpul de retenție variază față de valoarea aşteptată cu mai mult de 10%, se repetă determinarea folosind de data aceasta standarde de etalonare proaspăt preparate. Dacă rezultatele continuă să difere cu mai mult de10%, atunci se construieşte o nouă curbă de etalonare.

6.5.5. Analiza probelor

Citirile se fac la IC tip 761 Compact Metrohm, de către executantul analizei, procedându-se conform instrucțiunilor de lucru IL-1 „Instrucțiuni de lucru pentru ion cromatograful 761 Compact IC" cod....

Timpul necesar unei analize este de aproximativ 20 minute. Pentru efectuarea analizei sunt necesare următoarele condiții:

- coloană cromatografică Metrosepp A Supp 4 (coloană de separare pentru anioni standard) sau o coloană cu proprietăți de separare asemănătoare;
- precoloana cromatografică Metrosepp Guard
- tipul eluentului – Carbonat de sodiu (1.8 mmol/l) + bicarbonat de sodiu (1.7 mmol/l); debit 1 ml/minut;
- soluția de regenerare – acid sulfuric (50 mmol/l);
- volumul de probă injectat 20 µl;

6.6. Exprimare a rezultatelor şi înregistrarea lor

Pentru cromatografia de ioni cea mai importantă metodă de calcul este metoda standardului extern (etalonarea absolută).

6.6.1. Funcția de etalonare

Pornind de la datele brute ale etalonării, prin utilizarea formulei generale a regresiei liniare se construieşte funcția de etalonare:

A=b*c(X)+a, unde **A**=aria sau înălțimea semnalului, **b**=factorul de pantă în l/mg

c(X)=concentrația de azotit sau sulfat în mg/l, a=valoarea punctului de intersecție cu axa a funcției de etalonare. Calculul acestei functii de etalonare se realizeaza automat utilizand programul de prelucrare a datelor cromatografelor, 761 COMPACT.

Pornind de la funcția de etalonare, prin rezolvarea pentru c(X) se obtine funcția de analiză, pe baza căreia se calculeaza rezultatele:

c(X)=(A-a)/b

Software-ul ion cromatografului calculează concentrațiile probelor analizate în funcție de etalonarea ce a fost făcută în prealabil**.**

6.6.2. Calculul soluțiilor standard stoc

6.6.2.1. Soluția standard stoc de azotit 1000 mg/l:

$\mu_{NaNO_2} = 68.995\ g/mol$

$$m_{NaNO_2\,(cantarita)} = \frac{68.995 \times 1}{46.005}\ g$$

$m_{NaNO_2\,(cantarita)} \approx 1.5\ g/1l$ apă sau $0.15\ g$ la $100\ ml$ apă

6.6.2.2. Soluția standard stoc de sulfat 1000 mg/l

$\mu_{K_2SO_4} = 174.258\ g/mol$

$$m_{K_2SO_4\,(cântărită)} = \frac{174.258 \times 1}{96.062}\ g$$

$m_{K_2SO_4\,(cântărită)} = 1.8140\ g/1l$ apă sau $0.1814\ g/100\ ml$ apă

6.6.2.3. Soluția standard stoc pentru eluent

1. $\mu_{NaHCO_3} = 84.0059\ g/mol;$

$c_{NaHCO_3} = 0.17\,m$;

$m_{NaHCO_3} = 0.17 \times 84.0059\,g$; $m_{NaHCO_3} = 14.2810\ g/1\ l$ apă;

1.4281 g/100 ml apă

2. $\mu_{Na_2CO_3} = 93.977$ g/mol;

$c_{Na_2CO_3} = 0.18\,m$;

$m_{Na_2CO_3} = 0.18 \times 93.977\,g$; $m_{Na_2CO_3} = 16.9158\ g/1\ l$ apă;

1.6915 g/100 ml apă

6.6.3. Calculul vitezei de prelevare pentru dioxidul de azot

$Q_{298=0.141\pm 0.007\ ng \times ppb^{-1}/\min^{-1}}$, unde Q_{298} reprezintă viteza de prelevare calculată la 25ºC.

$Q_K = Q_{298\times}\left(\frac{K}{298}\right)^7$, unde Q_K reprezintă viteza de prelevare calculată la temperatura K în intervalul -10 ºC - 40 ºC.

Viteza de prelevare pentru dioxidul de sulf nu este influențată de variația de temperatură; valoarea acesteia la 25 º C este egală cu **0.466 ± 0.007** ng x ppb^{-1}x min^{-1}.

6.6.4. Calculul concentratiei dioxidului de azot şi a dioxidului de sulf din probele recoltate

$C_{NO_2} = \frac{m_{no_2}}{Q_K \times t}$, unde $\mathbf{m_{NO2}}$=masa de azotit regăsită în cartuş, **t**=timpul de expunere, $\mathbf{Q_K}$=viteza de prelevare la temperatura K

$C_{SO_2} = \frac{m_{SO_4}}{0.466 \times t}$, unde $\mathbf{m_{SO2}}$=masa de azotit regăsită în cartuş, **t**=timpul de expunere, **0.466**=viteza de prelevare a dioxidului de sulf.

6.7. Întocmire, verificare şi emitere a Raportului de încercare

Întocmirea, verificarea şi emiterea Raportului de încercare se fac conform PGL 5.10.

6.8. Transmitere a RI la beneficiar şi arhivarea acestuia

Transmiterea RI la beneficiar şi arhivarea acestuia se fac conform PGL 5.10.

6.9. Validarea metodei de analiza

Validarea metodei de analiză se face conform PGL 5.4 - Metode de încercare şi validarea metodei.

6.10. Estimarea incertitudinii de măsurare

Calculul incertitudinii de măsurare se face conform PO-02(?)-Estimarea incertitudinii de măsurare. Calculul efectiv va fi prezentat in registrul tehnic al aparatului.... şi în anexe.

6.11. Măsuri pentru asigurarea corectitudinea determinărilor

Pentru a asigura corectitudinea determinărilor, se vor respecta următoarele:

- aplicarea strictă a tuturor prevederilor prezentei proceduri.
- efectuarea analizei în paralel de către doi analişti.
- utilizarea corectă a aparaturii de laborator, în conformitate cu prevederile stipulate în instrucțiunile de lucru.
- întreținerea periodică a aparatului şi a componentelor auxiliare prin:

1. Întreținerea zilnică

În fiecare zi se spală cu apă ultrapură supresorul şi coloana, înainte şi după analiza probelor pentru a împiedica astfel depunerea de săruri care poate distruge pistonul pompei.

2. Întreținerea periodică

Pentru întreținerea periodică, vezi manualul de operare al aparatului.

- efectuarea periodică a reviziei echipamentului
- asigurarea parametrilor climatici (temperatură, umiditate relativă) în camera de lucru a aparatului şi păstrarea curățeniei în camera de lucru

6.12. Asigurarea calității rezultatelor

Calitatea rezultatelor analizelor este asigurată , conform procedurii „Validarea metodei şi calculul incertitudinii pentru determinarea dioxidului de sulf şi dioxidului de azot din aer”, prin:

- verificarea tehnicii de lucru, a calculelor şi rezultatelor intermediare de către responsabilul de analize aer şi de către şeful de serviciu;
- verificarea contaminărilor de laborator prin analiza de probe de apă ultrapură;
- verificarea curbei de etalonare înainte de începerea analizei folosind soluții standard stoc;
- verificarea periodică a curbelor de etalonare, utilizând probe de control preparate din soluții standard stoc de azotit şi sulfat (aprox. la limita inferioară si limita superioară a domeniului de lucru), după fiecare set de 20 de probe, precum şi soluții MRC cu concentrația de 10 mg/l, tip FLUKA, cu o frecvență semestrială.
- participarea la sisteme de comparare între laboratoare;
- calculul incertitudinii măsurărilor.

6.13. Eliminarea probelor, reactivilor şi standardelor

Fişele de siguranță pentru substanțele chimice utilizate trebuie păstrate la îndemâna personalului din laborator.

Reziduurile lichide nu se aruncă la chiuvetă.

La sfarsitul fiecarei analize, acestea se colectează într-un bidon amplasat în nişă, sala 27, etichetat corespunzător. Reziduurile lichide se ridică **lunar**, în vederea neutralizării şi eliminării lor, de către o firmă specializată, cu care ANPM are un contract ferm.

Vârfurile de pipete, filtrele uzate şi substanțele sicative uzate se colectează în pungi mari de plastic, depozitate în dulapurile de la nişă şi se trimit la fiecare 3 luni aceleiaşi firme, în vederea eliminării.

6.14. Protecția muncii

Personalul va fi instruit în vederea preparării şi manipulării reactivilor. La prepararea şi manipularea soluției de regenerare, precum şi a soluției de oxidare (acid sulfuric - 50 mmol, respectiv apă oxigenată 3%) se impune folosirea halatului şi respectarea instrucțiunilor de protecția a muncii specifice lucrului cu acizi şi substanțe oxidante.

7. ÎNREGISTRĂRI

Nr. Crt.	Inregistrare	Suport/Cod	Completează	Loc de păstrare/ Durata
0	1	3	4	5
1.	Comenzi clienți	Registru evidență comenzi Cod RL-4.4-02	Şef de laborator	Laborator/ camera 13 3ani
2.	Prelevare probe	Dosar prelevare Cod DP-5.4-03-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani

3.	Cântăriri	Caiet evidență cântăriri Cod CL- 4.6- 02	Responsabil încercări	Laborator/ camera 25 3 ani
4.	Consum	Caiet consum pe analiză Cod CL- 4.6-01	Responsabil încercări	Laborator/ Camera 27 3 ani
5	Dosar analize	Caiet de lucru IC Cod CL – 5.4-03-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani
7.	Probe primite	Registru de evidență şi recepție probe primite Cod REP	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani
8.	Curbe Etalonare	Dosar curbe etalonare Cod DCE-5.4-03-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani

8. RESPONSABILITĂȚI

8.1. Şef de laborator

8.1.2. Verifică modul în care sunt aplicate prevederile prezentei proceduri specifice de lucru şi ale instructiunilor de lucru

8.1.3. Verifică periodic datele care se operează în documentele de înregistrare: caiete de lucru, registru de prelevare probe, registru de inregistrare probe

8.1.4. Verifica si semneaza rapoartele de incercare

8.1.5. Urmareşte programul de etalonare, de mentenanță şi verificare metrologică

8.1.6. Verifică periodic modul de prelevare probe

8.1.7. Urmareşte modul de lucru în timpul efectuării analizelor

8.2. Responsabil analiză/încercare

8.2.1. Receptioneaza /preleveaza probele si le inregistreaza in Caietul pentru probe.

8.2.2. Pregateste recipientii pentru prelevare probe, precum si aparatura pentru efectuarea analizei

8.2.3 Efectueaza conservarea/analiza si inregistreaza proba in registrul de analiza,

8.2.4. Întocmeşte rapoarte de incercare

8.2.5. Asigura ordinea si curatenia la locul de munca

8.2.6. Îsi însuşesc si respectă prevederile prezentei proceduri specifice de lucru şi ale instrucțiunilor de lucru

8.2.7. Aduc la cunostinta şefului de laborator orice neconformitate aparută în activitate, precum şi orice disfuncționalitate aparută în funcționarea aparaturii de laborator.

8.2.8. Respectă normele de protecție şi securitate a muncii

8.3. Responsabil calitate

8.3.1 Difuzează prezenta procedură

8.3.2 Gestionează originalul procedurilor

8.3.3 Asigură respectarea prevederilor procedurii din punct de vedere al sistemului de management implementat.

8.4. Responsabil metrologie

8.4.1 Menține legătura cu firma care asigură verificarea metrologica a aparatelor

9. ANEXE :

ANEXA 1

Formular „Înregistrări prelevare NO2 şi SO2”

Nr. crt	Numele locației	Data expunerii/ora	Data recoltării/ora	Nr. probei		Tipul preelvatorului	Blancul de teren	Observații
				NO2	SO2			

ANEXA 2

Formular „Caiet de lucru IC”

Locul prelevării	Nr. probei	Data expunerii /ora	Data recoltării/ ora	Timpul de prelevare	Blanc $NO2^-$ (mg/l)	Medie blanc $NO2^-$ (mg/l)	Blanc $SO4^{2-}$ (mg/l)	Medie blanc $SO4^{2-}$ (mg/l)

Blanc de teren $NO2^-$ (mg/l)	Medie blanc de teren $NO2^-$ (mg/l)	Blanc de teren $SO4^{2-}$ (mg/l)	Medie blanc de teren $SO4^{2-}$ (mg/l)	Conc $NO2^-$ (mg/l)	Conc $SO4^{2-}$ (mg/l)	Temp (ºC)	Viteza de prelevare NO2	Conc NO2 (µg/m3)	Conc SO2 (µg/m3)	Obs.

INSTRUCȚIUNI DE UTILIZARE
ION CROMATOGRAF Metrohm - model 761 COMPACT IC

Indicatori determinați:
ANIONII – Cl^-, F^-, NO_2^-, Br^-, NO_3^-, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}

I. Pregătirea aparatului

La pornirea aparatului se verifică:

- alimentarea la rețea şi conexiunile;
- dacă în sticla pentru eluent este suficient eluent;
- dacă în sticlele de stocare pentru soluția de spălare şi soluția de regenerare avem suficientă apă şi soluție de acid sulfuric;
- dacă sticla de reziduri este plină;
- dacă există scurgeri în sistem;

II. **Pornirea aparatului**

- se porneşte **PC**, după care, de la comutatorul din spatele cromatografului se deschide **IC**;
- se dă clic de două ori pe iconița software-ului - **761 COMPACT IC –** pentru a porni programul;
- se deschide fereastra programului cu imaginea de început şi pe ecran apare fereastra **log in;** nu se introduce nici o parolă, doar se dă clic pe **log in;**
- în fereastra **user information** – se dă direct **ok;**

II. Metoda de analiză manuală

II.1 Pregătire supresor

- se dă clic pe **File/Open/System** din fereastra principală**;**
- se deschide subfolderul **ANPM;**

La accesarea **ANPM** se deschid 3 icoane de sistem:

1. **PREGĂTIRE SUPRESOR**
2. **DONAU** (analiză manuală)
3. **DONAU 2** (analiză autosampler)

- activăm **PREGĂTIRE SUPRESOR** şi se deschide fereastra de sistem;
- se selectează meniul **Connect to work place** din meniul **Control**;
- se deschide fereastra de control manual, cu dublu click pe icoana **IC**;
- se pornesc pompele:

a) pompa de înaltă presiune:

- se accesează **ON - IC pump** pentru a porni pompa de înaltă presiune**;**

Atenție!!! Pentru a evita deteriorarea pompei, aceasta nu trebuie să funcționeze niciodată fără lichid (uscată). De fiecare dată când comutați pompa, asigurați-vă că alimentarea cu eluent a fost racordată corect şi că este suficient eluent în sticla pentru eluent!

Dacă **IC pump** funcționează, atunci pe furtunul prin care se elimină eluentul din sistem (furtunul maro), vom avea scurgere. Dacă presiunea e mică, aproape de 0, se deschide valva de purjare, se ataşează de aceasta o seringă şi se trage cu aceasta eluent până când golurile de aer din sistem se elimină.

b) pompa peristaltică:

- se accesează **ON - Ppump** pentru a porni pompa peristaltică;
- se reglează debitul de la clapele albe ale pompei peristaltice, prin ridicarea acestora, până când pe cele două furtune prin care se elimină apa şi acidul sulfuric începe să curgă lichid;
- se urmăreşte valoarea conductivității şi dacă aceasta începe să crească, se schimbă poziția de lucru la supresor dând clic pe **Step**
- se aşteaptă cel puțin 45 de minute pentru ca aparatul să intre în regim (valorile presiunii şi conductivității trebuie să ramână constante);

După ce aparatul a intrat în regim de lucru, se accesează din fereastra de sistem **Control** şi apoi **Start determination**. La accesarea **Start determination** se deschide fereastra **Prep MSM**, în care va fi înregistrată linia de bază;

Atenție!!! Modulul supresor nu trebuie niciodată comutat uscat, deoarece există pericolul blocării. Înaintea fiecărei operații de comutare a modulului supresor, cele trei unități supresoare trebuie să fie spălate, 20 minute, cu eluent, soluție de regenerare şi soluție de spălare.

Dacă linia de bază nu este dreaptă:

- se verifică dacă în sticlele de stocare mai este soluție de spălare şi soluție de regenerare;
- se măreşte debitul de curgere al soluțiilor de spălare şi/sau regenerare prin ridicarea mai sus a clapelor albe ale pompei peristaltice;
- dacă în continuare linia de bază nu este dreaptă, se consultă manualul de operare al aparatului;

Se închide linia de bază, ne întoarcem la fereastra de sistem şi urmăm calea:

- **Control - Shut down - hardware**
- **Control - Disconnect from work place**
- **Sistem - Close**.

Atenție!!! Înainte de efectuarea oricărei analize e obligatoriu să se facă regenerarea supresorului, conform procedurilor.

II. 2 Analiză probe

- se dă clic pe **File/Open/System** din fereastra principală;
- se deschide subfolderul **ANPM;**
- se deschide fereastra de sistem **DONAU** (analiză manuală);
- se accesează **Control - Connect to work place**;
- în fereastra de sistem se dă dublu clic pe icoana **IC** şi se deschide fereastra de control manual;
- se pune proba la aparat (la capilar);
- din fereastra de sistem se dă **Control - Start determination**: pe ecran se înregistrează cromatograma probei;

Atenție!!! Nu se atinge cu mâna capilarul aparatului!

- se urmăreşte 1 – 2 minute linia de bază pentru a vedea liniaritatea;
- se activează **Fill** şi imediat se trag cu seringa 2 ml probă prin orificiul situat deasupra capilarului cu probă;
- se activează **Inject**;

Din acest moment începe înregistrarea automată a datelor.

- se activează icoana **Passport - Properties** în care vom nota detalii privind identificarea probei în lucru (tipul probei, concentrație eluent, durata prelevării probei, locul unde s-a prelevat proba, prepararea soluției de acid sulfuric);
- după ce am terminat de analizat proba, se pune la capilar un recipient cu apă ultra pură pentru spălarea capilarului şi se trag prin orificiul de deasupra capilarului, cu seringa, 2 ml apă;
- continuăm cu determinarea altor probe, derulând procedeul de lucru descris anterior;
- la terminarea probelor se spală capilarul şi se lasă într-un vas cu apă;

Cromatograma se salvează automat în folderul de cromatograme.

II.3 Oprirea aparatului:

- **Control - Shut down hardware** (oprim pompele).
- **Control - Disconnect from work place**
- **System - Close**
- se coboară cele două clape albe de la pompa peristaltică;
- se închide IC de la comutatorul din din spatele aparatului;

III. Mod de lucru cu autosampler

- se conectează autosamplerul la rețeaua de alimentare;
- se aşează fiolele cu probe în **AS**: obligatoriu proba nr.1 în poziția nr.1 a **AS**;
- pornim **PC** şi **IC**;
- urmăm calea: **File - Open - System - User system - ANPM - Pregătire Supresor** după care se va derula tot modul de lucru de la procedura pregătire supresor, aşa cum a fost descris în modul de lucru pentru analiza manuală;
- se încarcă sistemul **DONAU 2**;

În fereastra de sistem **DONAU 2** se vor face următorii paşi:

- **Control - Connect to work place;**
- se dă dublu clic pe icoana **IC** şi se deschide fereastra de control **DONAU 2**;
- se deschide fereastra care conține şiruri de probe prin accesarea **System - Sample queue**;
- se deschide, prin activarea tastei **Edit**, un fişier Excell care va conține informații despre probele ce urmează să fie analizate;
- după completarea tabelului, acesta se închide şi se salvează în acelaşi timp accesând comanda

Save exit; se deschide fereastra cu probele înregistrate;

- se comută pe poziția **On(I)** autosamplerul; în acest moment probele sunt aduse în poziția de lucru (proba nr. 1 fiind pe locul 1).
- se activează comanda **Start** din fereastra cu probele înregistrate;
- se porneşte pompa peristaltică a **AS**-lui acționând butonul **Start** de la comanda **AS**;
- se ridică clapa albă de la pompa peristaltică;

După terminarea probelor, se deschide fereastra de control **DONAU 2** şi se fac următorii paşi:

1. **Control - Shutdown hardware;**
2. **Control - Disconnect from work place;**
3. **System - Close;**.
4. se închide **AS**, prin comutarea acestuia pe poziția **OFF (O);**
5. se coboară clapa albă de la pompa peristaltică de la **AS**;
6. se închide **IC** şi se coboară cele două clape ale pompei peristaltice;
7. se închide **PC**.

Legendă:
IC – ion cromatograf
AS – autosampler
IC Pump – pompa de înaltă presiune
Ppump – pompă peristaltică

Aprobat,
Şef Laborator Aer,
Iuliana NEACŞU

Întocmit,
Alina ILIE/consilier principal

PRELEVAREA DIOXIDULUI DE SULF ŞI DIOXIDULUI DE AZOT CU AJUTORUL PRELEVATOARELOR PRIN DIFUZIE TIP RADIELLO

1. Dispozitive pentru prelevarea SO_2 şi NO_2

Nr. Crt	DISPOZITIV DE PRELEVARE	TIPUL PRELEVATORULUI
1.	Tuburi de difuzie	Radiello (cod 120-1)
2.	Cartuşe de adsorbție	Radiello (cod 121-1)
3.	Suporturi pentru tuburile de difuzie şi pentru cartuşele de adsobție	Radiello (cod 121)
4.	Adăposturi pentru prelevatoare	Radiello (cod 196)

2. Depozitarea materialelor pentru prelevarea probelor

Cartuşele adsorbante au o valabilitate de 12 luni de la data fabricației, păstrate în ambalajele originale, la întuneric şi la o temperatură ce nu va depăşi 4^0C.

După expunere, valabilitatea lor poate fi de maxim 4 luni, în cazul în care acestea sunt păstrate la 4^0 C şi la întuneric.

Locul de depozitare trebuie să fie ferit de emisii de dioxid de sulf si dioxid de azot.

Tuburile de difuzie nu necesită depozitarea la întuneric sau temperaturi de 4^0C.

3. Montarea adăpostului pentru probe

Se montează adăpostul la locul indicat pentru prelevarea probelor (aproximativ 1,5-3 m față de sol), vezi anexa 2.

Pentru asamblarea adăpostului pentru probe avem nevoie de 3 panouri (1 superior, 2 laterale), 3 distanțiere, 2 suporturi pentru probe şi 2 benzi de plastic pentru fixarea finală a adăpostului.

Se asamblează adăpostul efectuând următorii paşi:

1. se introduc în panoul superior două suporturi de care se vor suspenda prelevatoarele cu probe;
2. se montează cele două panouri laterale de panoul superior; între cele două panouri se montează două distanțiere. Pentru fixarea acestora, după montare, acestea sunt rotite la 90° grade (rotirea se va face până când se aude un clic;
3. se introduc două benzi de plastic în orificiile din spatele panourilor laterale, benzi care au rolul de a fixa adăpostul de stâlpul (sau alt obiect de susținere) aflat la locul de prelevare al probelor.

Nu strângeți prea tare de cele două benzi, altfel adăpostul se va deforma!

4. dacă diametrul obiectului de susținere al adăpostului este mai mare decât lungimea benzii, puteți prinde două sau mai multe benzi împreună pentru a mări sistemul de prindere;
5. dacă diametrul obiectului de susținere este foarte mic este posibil ca adăpostul să cadă pe jos, deaceea se recomandă alegerea unui alt obiect pentru susținerea adăpostului;
6. dacă adăpostul este amplasat într-o zonă în care vântul este puternic, atunci nu se introduc în interiorul lui mai mult de două prelevatoare (în mod normal într-un adăpost tip Radiello se pot introduce 4 prelevatoare), altfel există riscul ca prelevatoarele aflate la marginea adăpostului să fie aruncate din acesta;

4. Expunerea , stocarea şi transportul probelor după prelevare

4.1. Expunerea materialelor pentru prelevarea probelor

În imediata apropiere a locului unde au fost amplasate prelevatoarele trebuie să fie o zonă deschisă, fără obstacole, permițând o liberă circulație a aerului prin acestea. Înălțimea la care trebuie amplasate trebuie să fie de 1,5-3 m pentru a evita astfel distrugerea, dar şi eventualele furturi ale acestora.

În vederea expunerii prelevatoarelor prin difuzie, se urmează procedura:

1. în ziua în care se doreşte să fie expuse, cartuşele de adsorbție aflate în tuburile din plastic se scot din frigider; fiecărui tub de plastic i se va ataşa o etichetă ce va conține informații referitoare la indicatorul ce trebuie determinat, număr de indentificare şi un cod specific atribuit locului în care se face prelevarea;
2. se transportă la locul prelevării cel puțin 2 tuburi cu cartuşe împreună cu alte 2 tuburi ce vor fi lăsate la locul prelevării şi care constituie blancurile de teren;
3. se scoate cartuşul adsorbant din tubul de plastic, iar după recoltarea probei, cartuşul adsorbant va fi reintrodus în acelaşi tub cu care a fost livrat; în perioada în care are loc prelevarea, aceste tuburi de plastic se păstrează în frigider;
4. cartuşul adsorbant se introduce în tubul de difuzie. La introducerea cartuşului în tubul de difuzie este foarte important ca acesta să fie protejat de orice contaminare;
5. se montează tubul de difuzie pe suportul de susținere;
6. suportul este fixat în adăpost cu ajutorul unei cleme;
7. pentru identificarea probelor pe fiecare suport se lipeşte o etichetă care va conține indicatorul de determinat, datele privind începutul şi sfârşitul perioadei de prelevare a probei şi un cod specific atribuit locului în care se face prelevarea;

Datele se înregistrează în caietul „Înregistrări prelevare NO2 şi SO2”, cod DP-5.4-03-01 formularul de înregistrare a datelor este prezentat în **anexa nr 1.**

După perioada de prelevare, cartuşele trebuie schimbate şi o nouă serie de probe trebuie expusă. Procedura care trebuie urmată este următoarea:

1. tuburile ce conțin cartuşe neexpuse împreună cu blancurile de teren şi tuburile din plastic ale cartuşelor deja expuse, se transportă la locul prelevării;

2. tubul de difuzie se scoate cu grijă din suportul de plastic, se ataşează la capătul tubului de plastic şi se face transferul cartuşului de adsorbție în tubul de plastic original (fără a atinge cu mâna sau alt obiect cartuşul);
3. se înregistrează ora la care s-a încheiat prelevarea şi se notează în formuarul de înregistrări observații legate de orice ar putea afecta rezultatele analizelor (ex: tubul de difuzie a fost găsit pe jos sau a fost găsit murdar, pe tuburi s-au găsit insecte, membrana de difuzie s-a acoperit cu un strat de gheță etc);
4. se alege un nou cartuş pentru expunere şi un nou tub de difuzie;
5. se pune cartuşul în tubul de difuzie şi se prinde apoi de suportul de plastic (care se etichetează conform indicațiilor de mai sus);
6. suportul de plastic se prinde cu ajutorul clemei în adăpost;
7. tuburile expuse se transportă cât de repede este posibil în laborator; deobicei, atunci când se merge pe teren pentru a se face recoltarea, împreună cu cartuşele de adsorbție şi cu tuburile din plastic este bine să avem cu noi suporturi de plastic de schimb, în eventualitatea în care acestea se sparg şi nu mai pot susține tuburile de difuzie.
8. după expunere diferiți factori pot influența rezultatele

5. Stocarea probelor după perioada de expunere

După ce au fost expuse, probele se aduc în laborator; acestea se pot analiza imediat sau pot fi păstrate la temperatura de 4ºC (în frigider), timp de maxim 4 luni.

6. Mentenanța tuburilor de difuzie

Cartuşele de adsorbție sunt de unică folosință. După expunere, tuburile de difuzie se pot murdări, iar porii membranei să se acopere cu particule foarte fine de praf. În vederea refolosirii, tuburile de difuzie se spală urmând paşi:

- tuburile se imersează într-o baie de curățare cu ultrasunete care conține o soluție de detergent şi se lasă în aceasta pentru ultrasonare timp de 20 de minute.

Atenție! Nu folosiți niciodată solvenți pentru curățarea tuburilor de difuzie!

Dacă tuburile plutesc, puneți deasupra lor un obiect, astfel încât, tuburile să se afle total în lichid.

- după ce tuburile au fost spălate cu soluția de detergent, urmează etapa de spălare cu multă apă, apoi cu apă ultrapură;
- după spălare tuburile sunt lăsate să se usuce pe o masă curată;
- după 4 sau 5 spălări tuburile de difuzie se reînlocuiesc – particulele de praf pătrund atât de profund în porii membranei, încât nu mai pot fi îndepărtați prin spălare;

7. Informații privind adsorbantul

Adsorbantul este trietanolamina (T.E.A); aceasta este depusă pe un cartuş făcut din polietilenă microporoasă.T.E.A este foarte higroscopică şi din această cauză la o umiditate a aerului mai mare de 70% se recomandă ca durata de expunere a cartuşului să nu depăşească 7 zile.

Condițiile specifice de prelevare cu ajutorul prelevatoarelor de tip Radiello se regăsesc în **anexa 3.**

ANEXA 1

Fig. 1 Prelevator tip Radiello

Fig. 2 Amplasarea adăpostului pentru prelevare

Fig. 3 Fixarea adăpostului

ANEXA 2

Formular „Înregistrări prelevare NO2 şi SO2”

Nr.crt	Numele locației	Data expunerii/ora	Data recoltării/ora	Nr. probei		Tipul preelvatorului	Blancul de teren	Observații
				NO2	SO2			

ANEXA 3

Specificații tehnice – prelevatoare Radiello

Indicator	NO2	SO2
Adsorbantul	TEA	
Timpul de expunere	24h – 14 zile	
Viteza de prelevare (25ºC)	0,141 ng/ppb*min	0.466 ng/ppb*min
Corecție pentru viteza de prelevare (T)	QK=0.141*(K/298)7	-
Intervalul de temperatură	-5-40ºC	-5-40ºC
Intervalul de umiditate	15-90%	15-90%
Viteza vântului	0.01-10 m/s	0.01-10 m/s
Metoda de analiză	ion cromatografie	ion cromatografie

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115

DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.5. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU MĂSURAREA CONCENTRAȚIEI DE BENZEN ÎN AERUL ÎNCONJURATOR

大気中のベンゼン測定標準作業手順書（SOP）

目次

1. 目的
2. 適用範囲
3. 参考文献及び関係文書
4. 定義及び略称
5. 分析工程フロー
6. 分析作業
   6.1. 原理
   6.2. 必需品
      6.2.1 試薬／ 6.2.2 ガラス器具／ 6.2.3 サンプリング器具／ 6.2.4 捕集管および標準調製機材／ 6.2.5 ガスクロマトグラフ分析装置／ 6.2.6 分析天秤
   6.3. 試料採取
   6.4. 分析ラボラトリーにおける試料の受け入れ
   6.5. 試料の前処理
   6.6. 機器の準備
      6.6.1 トラップ･ドア調整／ 6.6.2 カラム調整／ 6.6.2 捕集管調整
   6.7. 分析の実施
      A. 検量線の作成／ B. 分析の実施
   6.8. 計算の結果の記録
   6.9. 検査および試験報告の作成
   6.10. 試験報告の送付と保存
   6.11. 分析方法のバリデーション
   6.12. 不確かさの見積もり
   6.13. 適正な測定の確保手段
   6.14. 終了作業
      6.14.1. 機材のスィッチ・オフ/ 6.14.2. 機材の分解/ 6.14.3. 廃棄物管理/
   6.15. 作業保護
7. 記録関連
8. 責任者関連事項
9. 附属書

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.5. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU MĂSURAREA CONCENTRAȚIEI DE BENZEN ÎN AERUL ÎNCONJURATOR PRELEVARE PRIN POMPARE URMATĂ DE DESORBȚIE TERMICĂ ŞI CROMATOGRAFIE ÎN FAZĂ GAZOASĂ

Benzene Measurement

COD: PSL -5.4 -02-1
EDITIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:08.10.2008

DIFUZAT ÎN REGIM CONTROLAT. EXEMPLAR NR. 1

APROBAT:
Director DLNR Crina Hoțoiu
Data:

ELABORAT:
Responsabil determinare Luminița Popescu
Data: 08.10.2008

VERIFICAT:
Şef laborator Iuliana Neacşu
Data:

DATA APROBARII/APLICĂRII:

Notă: Documentul de față este proprietatea Serviciului laborator aer aparținând ANPM .
Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul laboratorului.
Copiile sunt numerotate şi controlate.

Splaiul Independentei 294, Sector 6 www.anpm.ro Tel: 021-207.11.19
Bucureşti, cod 060031 E-mail:office@anpm.ro Fax: 021-207.11.03

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1	08.10.08	Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL –5.4 – 02-01 în ediția 1 revizia 0	Consilier superior Ing. Luminița Popescu	Şef laborator Ing. Iuliana Neacşu	Director DLNR Chim. Crina Hoțoiu

CUPRINS

1. **Scop**
2. **Domeniu de aplicare**
3. **Documente de referință şi conexe**
4. **Definiții şi abrevieri**
5. **Diagrama de flux a procesului**
6. **Descrierea activității**
7. **Înregistrări**
8. **Responsabilități**
9. **Anexe**

1. SCOP

Prezenta procedură descrie activitățile de execuție a determinărilor necesare pentru cuantificarea prin gazcromatografie a benzenului în aerul înconjurător din probe prelevatate cu ajutorul unei pompe, precum şi responsabilitățile personalului implicat în activitatea de execuție şi control a acestei determinări.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Prezenta procedură este valabilă pentru efectuarea măsurării concentrației de benzen în aerul înconjurător pentru a detecta zonele critice şi a atrage atenția asupra surselor care contribuie la poluarea aerului (trafic rutier sau activități industriale**).**

Măsurarea benzenului se face în domeniul 0,5 µg/m3 -50 µg/m3 în probe de aer prelevate într-o perioadă de 24 ore.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ ŞI CONEXE

3.1. Documente de referință

3.1.1. SR EN 14662-1: 2007 Calitatea aerului înconjurător – Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de benzen. Partea 1: Prelevare prin pompă urmată de desorbție termică şi cromatografie în fază gazoasă

3.1.2. SR EN 13528-1:2003 Calitatea aerului înconjurator – Prelevatoare prin difuzie pentru determinarea concentrațiilor de gaze şi vapori . Cerințe şi metode de încercare. Partea 1: Cerințe generale

3.1.3. SR EN 13528-2:2003 Calitatea aerului înconjurator – Prelevatoare prin difuzie pentru determinarea concentrațiilor de gaze şi vapori. Cerințe şi metode de încercare. Partea 2: Cerințe specifice şi metode de încercare

3.1.4. SR EN 13528-3:2004 Calitatea aerului înconjurator – Prelevatoare prin difuzie pentru determinarea concentrațiilor de gaze şi vapori. Cerințe şi metode de încercare. Partea 3: Ghid de selectare, utilizare şi întreținere

3.1.5. EPA documents – Compendium Methods TO-14A
Compendium Methods TO-17

3.1.6. OM nr. 592/2002 pentru aprobarea Normativului privind valorile limită, a valorilor de prag şi a criteriilor şi metodelor de evaluare a dioxidului de sulf, dioxidului de azot şi a oxizilor de azot, pulberilor în suspensie (PM10 şi PM2,5), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător

3.1.7. Unity Thermal Desorber – User Manual Version 4.7 July 2004

3.1.8. Ultra Automated Sampler – User Manual version 2.4 August 2003

3.1.9. Gaz cromatograf Seria Agilent 6890 – Manual de utilizare

3.1.10. Markes International Limited – Thermal Desorbtion for GC, GC-MS & MS monitoring

3.2. Documente conexe

3.2.1. SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări

3.2.2. Manualul Calității

3.2.3. Instrucțiuni de lucru

4. DEFINIȚII ŞI ABREVIERI

4.1. Definiții

4.1.1 Termodesorbție - extensie a tehnicii gazcromatografice. Ea implică utilizarea căldurii şi a unui debit de gaz inert pentru extracția compuşilor volatili şi semivolatili dintr-un sorbent solid sau alte tipuri

de matrici. Analiții sunt extraşi într-un curent de gaz inert şi transferați în GC într-un volum de vapori mic, discret şi concentrat.

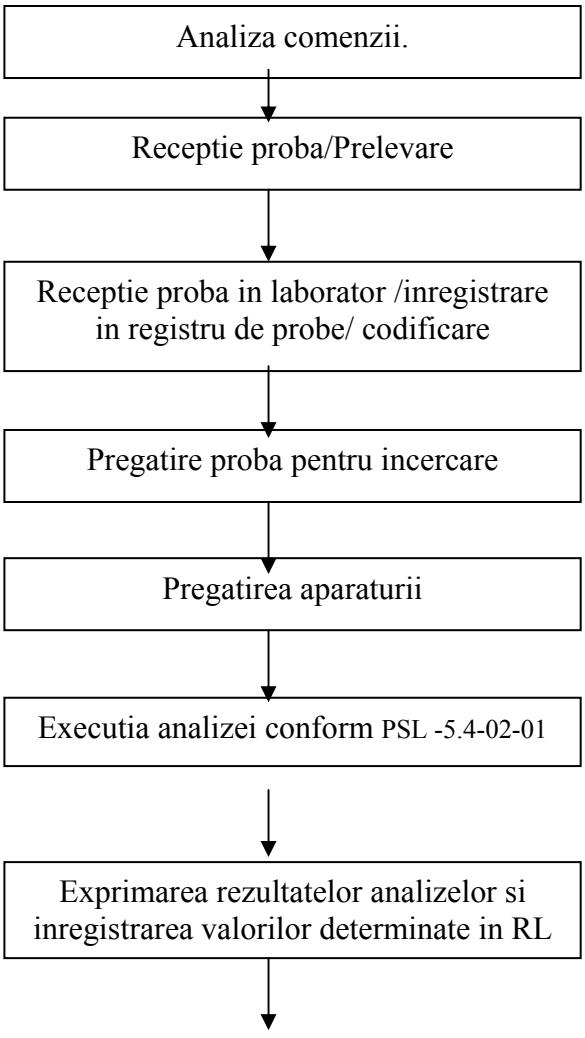
4.1.2. Timp de retenție- timpul cât a fost reținut un anumit compus în coloana cromatografică (timpul scurs de la injectarea probei până la apariția maximului picului)

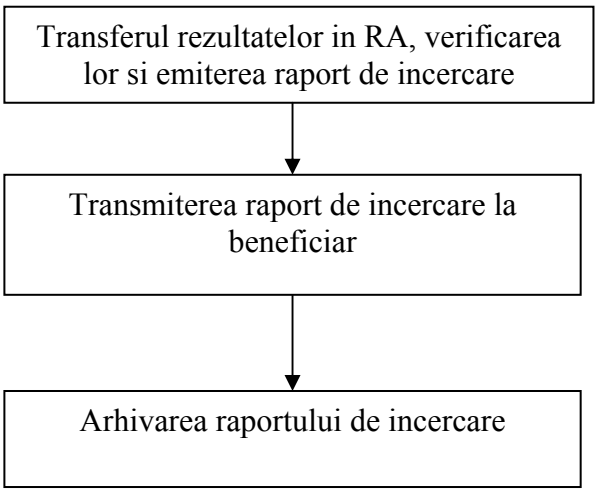
4.1.3 Material de referință certificat – material de referință, însoțit de un certificat, ale cărui una sau mai multe valori ale proprietății certificate printr-o procedură care stabileşte trasabilitatea acestor valori la realizarea exactă a unității în care sunt exprimate, fiecare valoare certificată fiind însoțită de o incertitudine la un nivel de încredere indicat.

4.2. Abrevieri

RL – registru de lucru
CL - registru-caiet de lucru
IL – instrucțiune de lucru
REC – registru de evidență a comenzilor din cadrul serviciului;
GC - gazcromatografie
TD - termodesorbție
RI - raport de încercare

5. DIAGRAMA DE FLUX A PROCESULUI DE ANALIZĂ





6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Principiul metodei de analiză

Principiul metodei de analiză prin gaz-cromatografie constă în separarea compuşilor volatili în coloana cromatografică, înregistrarea timpilor de retenție şi raportarea ariilor corespunzătoare timpilor de retenție la o curbă de etalonare**.**

6.2. Resurse necesare

În vederea bunei desfăşurări a activității, la sfârşitul fiecarui an responsabilul de analiză întocmeşte necesarul de consumabile necesare desfăşurării analizei (reactivi, filtre, sticlărie, butelii, MRC, butelii cu gaze, materiale diverse) şi îl transmite şefului de laborator în vederea întocmirii referatelor de necesitate şi bugetului pentru anul care va urma.

Necesarul de piese de schimb este cuprins în contractul de mentenanță încheiat pentru fiecare echipament şi este exclusiv în sarcina firmei prestatoare de servicii.

6.2.1. Reactivi şi materiale

6.2.1.1 Benzen
Se foloseşte ca reactiv de etalonare, prin injecție în tuburile adsorbante; puritatea necesară: min. 99,5%
Formula chimica **:** C_6H_6
nr-CAS **:** 71-43-2
aspect**:** lichid incolor cu miros caracteristic
masa molară: 78,11 $g \cdot mol^{-1}$
stare de agregare: lichid sau solid
densitate: 0,8842 $g \cdot cm^{-3}$
punct de fierbere: 80,1 °C
solubil în benzină şi alcool

alte proprietăți: Uşor inflamabil- Toxic
puritate (GC) minimum 99.5%
Fraze de risc: R:45-46-11-36/38-48/23/24/25-65
Fraze de securitate: S:53-45

6.2.1.2 Metanol
Se foloseşte ca solvent de diluție, la prepararea soluției de etalonare
Formula chimica **:** CH_3OH
nr-CAS **:** 67-56-1
aspect**:** lichid limpede
masa molară 32,04 $g \cdot mol^{-1}$
densitate: 0.791 $g \cdot cm^{-3}$
punct de fierbere 64,6 °C
Puritate (GC): >99.9%

Alte proprieti Uşor inflamabil- Toxic
Fraze de risc R: 11-23/24/25-39/23/24/25
Fraze de securitate S:1/2-7-16-36/37-45

6.2.1.3 Perclorat de magneziu
Se foloseşte ca sicativ şi se plasează înaintea traseului de aspirație al pompei NPL
Formula chimica **:** Mg $(Cl0_4)xH_20$
Nr-CAS:10034-81-8
Aspect:solid alb
Particle size 1-4 mm :75%
Alte proprietăți: oxidant – iritant
Fraze de risc: R:8-36/37/38
Fraze de securitate: 17-26

6.2.1.4 Tuburi adsorbante
Tuburi fabricate din oțel inoxidabil, umplute cu adsorbant precondiționat (e.g. TENAX TA) compatibil cu echipamentul de desorbție termică utilizat, având De 6,4 mm, Di 5 mm şi lungimea 90 mm. Conține 200-400 mg adsorbant.
Tuburile sunt închise cu capace DiffLok pentru conservarea integrității probei. Capacele DiffLok asigură o etanşare eficientă a tubului până acesta este introdus în in fluxul de gaz. Nu există pierderi de probă sau ingerințe de contaminanți.
Adsorbantul din tuburi se alege în funcție de volatilitatea analitului de determinat; In general se aplică regula „cu cât este mai volatil analitul care trebuie supus trapei cu atât trebuie să fie mai puternic sorbentul". Tuburile pot conține ca adsorbanți 250 mg polimer poros (TENAX TA – poly(2,6-difenil-p-fenilen oxid), Tenax/ Carbograph 1TD / Carboxen 1000 cu masa totală de cca 430 mg sau Tenax-graphitised Carbon Black-Carbonised Molecular Sieve.
Pentru aceasta procedură ca adsorbant (umplutură a tubului) se utilizează TENAX TA sau GR cu următoarele caracteristici:

- Rezistența sorbentului: o săptămână
- Suprafața specifică (m^2/g) >>35

- Domeniu de volatilitate al analitului: n-C7 - n-C30, Pct fierbere 100^0 C – 450^0 C
- Exemple de analiți: Compuşi aromatici, compuşi nepolari cu p.f.> 100^0 C , compusi polari cu pf.>150^0 C, PAH si PCB
- Temperatura maxima a sorbentului: 350^0 C
- Temperatura de conditionare recomandata: 325^0 C
- Temperatura de desorbtie recomandata: pâna la 300^0 C

6.2.1.5 Materiale de referință certificate
6.2.1.5.1 Certified reference Standard Tubes for BTX Standards on Tenax TA, CRS trasabil Markes International Limited
6.2.1.5.2 Standard Reference Material ^{R} 3000 Benzene in Metanol 0.01g/g, CRS trasabil NIST

6.2.2. Sticlărie
Baloane cotate clasa A 10 ml±0.04 ml la 20 ^{0}C
Pipete gradate clasa A 1 ml ± 0.007ml la 20 ^{0}C
Pipete gradate clasa A 5 ml± 0.05ml la 20 ^{0}C
Seringă volumetrică pentru lichide de 10 µl cu diviziuni de 0.1 µl

6.2.3. Prelevatoare
6.2.3.1 Pompa TCR TECORA -Delta Wireless
Descriere – Fişă de echipament 06-01
Specificația tehnică

Debitul	0.2-30 l/min
Debitul la intrare	> 33l/min
Tip pompa	Membrana
Alimentare	Baterii 12 V sau transformator 220V/50Hz
Condiții de operare	Exterior 4 - 30 ^{0} C
Dimensiuni (Lxlxh)	228x265x298 mm
Masa (fara baterii)	4.9 kg /cu baterii 5.5 kg
Rezoluția volumetrică	5cc -9.99 l/min
Posibitate adaptare suport prelevatoare	16 tuburi serie
Rezoluția volumetrică	5cc -9.99 l/min

6.2.3.2 Pompa NPL - Controlled Flow Air Sampler
Descriere –Fişă de echipament 06-02
Specificație tehnică

Debitul	2- 10 l/min
Tip pompa	Vacuum
Alimentare	1 A , 240 V/50 Hz
Condiții de operare	Exterior 10-30 0 C
Dimensiuni (Lxlxh)	440x240x500 mm
Posibilitate utilizare prelevatoare	2 tuburi paralel
Repetabilitatea masurării	Media diferenței între tuburile duplicate analizate 0.02ppb (3.1%)
Incertitudine	± 12% interval de încredere 95%

6.2.4. Dispozitive pentru pregătire tuburi şi etaloane

6.2.4.1 Dispozitiv extern pentru condiționarea tuburilor
Short Path Thermal Desorbtion Conditioning System
Descriere – Fişa de echipament 02-08

6.2.4.2 Dispozitiv pentru încărcare tuburi etalon prin injectare în fază lichidă
ATIS- Adsorbant Tube Injector System
Descriere –Fişa de echipament 02-10
Specificaţie tehnică
Temp.de lucru: 20-150^0 C
Gaz purtător: Azot 5N
Debit ajustabil: 0-110 ml/min
Presiunea Max: 60 psi

6.2.5. Sistem de analiză gaz-cromatografică

6.2.5.1. Generator de hidrogen, Claind HG 2200B
Descriere –Fişa de echipament 02-05
Specificația tehnică
Debit de iesire al hidrogenului Nl/min: 0.200
Presiunea de ieşire a hidrogenului (Barr): max 6
Conținut de umiditate (^{0} C punct de rouă atm) < -70
Conectare pentru iesire hidrogen: 6MB (cu adaptor pentru conducta 2x1 mm sau 1/8")
Conectare pentru iesirea oxigen: vas de evacuare
Consum energetic: 100 VA
Alimentare electrica: 115-230Vac-50/60Hz
Dimensiuni: 31x 40x50 cm
Greutate: 19 kg
Temperatura de operare: 5-40 ^{0}C
Nivel zgomot: < 46dB
Apa demineralizata -Conductivitate:5µS/cm

6.2.5.2. Generator de azot şi aer, Claind ANG 2381
Descriere – Fişa echipament 02-06
Specificația tehnică
Azot
Debit de ieşire azot N l/min: 0,8
Presiune de ieşire azot (barr): max 6
Puritatea azotului (O_2 rezidual) (ppm): 10
Conținut de umiditate azot (0C punct de rouă atm) -50
Aer
Debit de ieşire aer Nl/min: 3
Presiune de ieşire aer (barr): max 6
Hidrocarburi reziduale (ppm): neindicat
Conținut de umiditate aer (0C punct de rouă atm) -50
Conectare pentru ieşire azot : 1/8 G.(conector mama)cu adaptori pentru: teavă de oțel inoxidabil 2x1, 1/8" teavă de cupru, 4x2 teavă de poliamidă

Conectare pentru ieşire aer : 1/8 G.(conector mama)cu adaptori pentru: teavă de oțel inoxidabil 2x1, 1/8" teavă de cupru, 4x2 teavă de poliamidă
Consum energie (VA Nom) 600
Alimentare electrica: 230Vac-50Hz
Dimensiuni:102x50x63 cm
Greutate: 73 kg
Temperatura de operare: 5-40^0 C
Nivel de zgomot : <55 dB

6.2.5.3. Autosampler ULTRA TD multi-tub Markes International Limited
Descriere – Fişa de echipament 02-04
Specificatia tehnică
Putere consumată: 350 w
Putere consumată cu Unity: w 750
Sursa de alimentare proprie 90-255V/ 50-60Hz
Lista componentelor
Şasiu cu uşă frontală configurată cu microswitch de protecție: 60x 22 x53 cm
Suport vertical pentru sustinerea tavițelor
10 tăvițe simetrice numerotate 1-10, 20x 13x1,5 cm
Cuptor de desorbție
Linie de transfer Ultra –Unity

6.2.5.4.Unitate de termodesorbție UNITY Markes International Limited
Descriere – Fişa de echipament 02-03
Specificația tehnică
Alimentare electrică proprie . 90-255V750-60Hz
Putere consumată : max 400w
Presiune azot/aer psi : 55-70
Lista componentelor
1. Valva încălzită: material PTPF
2. Trapa rece: Capatul intrare/ieşire De 2,9 mm, Di 1mm
Capatul final Di 2mm
Pat de sorbent de Di 2mm x 60 mm lungime (cca 30-100 mg sorbent) depus pe cuarț
3. Sistem de răcire şi încălzire trapă: Celulă Peltier în două stadii
Temperatura: -10 ^{0}C la ≤ +30 ^{0} C
Temperatura -15 ^{0}C la ≤ +30 ^{0} C pentru precursori ozon
4. Cuptor de desorbție . Încălzire rapidă: 150 ^{0}C/ min
5. Cuptor trapă de racire Racire rapidă 60 ^{0}C/ min
6. Linie de transfer: material : fused silica dezactivat
Di 0,25 mm De 0,35 mm
Lungime: 1 m
7. Tuburi de conectare: material oțel silicic.
8. Modul EPC pentru controlul gazului purtător prin Unity

6.2.5.5. Gazcromatograf, Agilent Technologies, 6890 N series
Descriere – Fişa de echipament 02-01

Specificaţia tehnică
Alimentare electrică: 230VAC/50Hz ± 10% /2,5 KVA
Lista componentelor
Cuptor pentru coloană cu temperatură programabilă:

- Domeniu de temperatură: - 99^0C – 450 ^{0}C
- 6 rampe de temperatură programabile: 100 0C/ min pentru toate treptele, în pasi de 1^0 C/ min
- Răcire: 250^0 C la 50 ^{0}C în mai puţin de 300 secunde

Injector tip split/splitless

- Profil de temperatură uniform
- Domeniu de temperatură: 50 ^{0}C – 450^0C în paşi de 1 ^{0}C
- Control electronic programabil în totalitate pentru gazul purtător, debit de splitare şi septum de purjare
- Procedură optima pentru intrarea splitless
- Program pentru modurile de injecție split,splitless,spliless cu presiune
- Domeniu de splitare: 1-1800
- Program automat de detecție pierderi (detectarea pierderilor se desfăşoară înainte de desorbția tubului)

Detector cu ionizare în flacără (FID):

- Control electronic complet pentru toate debitele de gaze (H2, aer, şi make-up N2)
- Aprindere automată a flăcării, detectare şi stingere/reaprindere prin software
- Cantitate minimă detectabilă 3x10 $^{-12}$ gC/s
- Domeniu dinamic liniar: >10 6
- Lampa: 10,6 eV pentru ionizarea aromaticelor
- Temperatura maxima de operare: 250 ^{0}C
- Semnal de ieşire digital şi analog

Coloana cromatografică, J&W Scientifique

- DB-1ms, 30mx0.250mmx0.25 µm

Integrator electronic(optional**)**.

- Compatibil cu ieşirea semnalului din detector capabil de a integra aria unuia sau mai multor vârfuri şi de a calcula aria vârfurilor

Computer dedicat gazcromatografului, HP Compaq Business
Descriere –Fişa echipament 02-02
Soft gaz cromatograf - Chemstation Rev. A 10.02 [1757]
Soft Unity- Ultra - Thermal Desorbtion System Control Program Version 2.1.0

6.2.6 Balanță analitică Kern ABJ

Descriere –Fişa de echipament 09-02
Specificație tehnică

6.3. Prelevarea probelor

1. Tuburile adsorbante, condiționate conform IU02-08 se aşează în dispozitivul pentru susținerea tuburilor, dispozitiv adiacent pompei de prelevare. Se notează pozitia şi numărul indicativ de pe tub. Similar şi pentru blanc.
2. Se porneşte pompa de prelevare conform instrucțiunilor de lucru IU06-01 (Delta) şi IU-06-02 (NPL).

3. Dupa 24 ore (sau după timpul prestabilit pentru toate tuburile) tuburile se scot din dispozitivul suport, se capsulează cu capacele de transport şi se stochează în cutia de transport în vederea predării la laborator pentru efectuarea analizei gaz cromatografice.
4. Se descarcă datele de prelevare din pompă conform IU06-01 (Delta) şi IU 06-02 (NPL), în vederea efectuării calculelor pentru determinarea concentrației de benzen în aerul înconjurător (in cazul prelevărilor efectuate de către personalul laboratorului). Datele (durata, presiune, temperatură, debit, volum total prelevat) sunt stocate electronic în laptopul în care se descarcă datele..

6.4. Recepția probelor în laborator

1. Tuburile adsorbante cu probele prelevate se aduc în laborator şi se predau responsabilului de încercare care le verifică identitatea, etanşeitatea şi numărul indicativ.
În cazul în care tuburile nu sunt analizate în timp de 8 ore ele trebuie depozitate în containere sigilate, curate, în aşa fel încât să se evite contaminarea ulterioară. Depozitarea se poate face chiar şi în frigider, dacă este sigur că nu există riscul contaminării cu COV.
Dacă tuburile cu probe sunt proprietatea beneficiarului acestea sunt recepționate pe bază de proces verbal de primire – recepție .
În Registrul de recepția comenzilor se precizează datele de identificare pentru fiecare tub şi condițiile în care s-a efectuat prelevarea (timp de prelevare, temperatură şi presiune)
2. Dacă prelevarea nu a fost făcută de către personalul laboratorului, se notează într-un registru de prelevare probe datele de la prelevare: durata, presiune, temperatură, debit, volum total prelevat.

6.5. Pregătirea probei pentru încercare

1. Se scot de pe tuburi capacele pentru transport şi stocare şi apoi se capsulează cu capacele pentru efectuarea analizei, având grijă ca la capătul gravat să fie pus capacul albastru.
2. Tuburile se introduc în tăvița autosamplerului UltrA TD şi se notează pozitia acestora in tăviță în vederea efectuarii secvenței de lucru. Capatul gravat trebuie să fie în direcția gazului purtător

6.6. Pregătirea aparaturii

Se efectuează conform Instrucțiunilor de lucru GC Agilent 6890N IL.5.4-02-01
În anumite situații este necesar să se efectueze o condiționare a trapei sau a coloanei înainte de efectuarea unei analize sau de trasarea unei curbe de etalonare.

6.6.1 Condiționare trapă

Această operație este necesară atunci când se bănuieşte că trapa a fost contaminată cu anumiți compuşi care pot interfera în efectuarea analizei şi a căror îndepărtare se impune.
De asemenea, condiționarea trapei trebuie să se realizeze imediat după condiționarea tuburilor, în cazul în care a fost folosită pentru condiționarea acestora sistemul Unity-Ultra.
Se utilizează o trapă cu mențiunea „ general purpose”.
Dacă trapa de răcire nu conține ca sorbenți site moleculare sau site moleculare carbonizate, condiționarea trapei este cel mai uşor de realizat utilizând funcția Trap Heat din softul Unity.
Este esențial să se verifice maximum temperaturii izoterme a sorbentului din trapă iar temperatura de condiționare a acesteia trebuie setată la o valoare mai mare cu cel mult 10^0C mai ridicată decât cea prescrisă de producător.
Se utilizează suplimentar un debit de splitare de cel puțin 50 ml/min pentru asigurarea eficienței condiționării şi pentru a reduce masa de contaminare

6.6.2 Condiționare coloană
Condiționarea coloanei trebuie făcută imediat după ce se taie din aceasta, când coloana este înlocuită cu una nouă sau când se bănuieşte o contaminare.
Condiționarea coloanei se va realiza în conformitate cu Manualul de utilizare Gaz cromatograf Seria Agilent 6890, Cap.4 pag.45.

6.6.3 Condiționare tuburi
Condiționarea tuburilor trebuie făcută înainte de prelevare sau înainte de injectarea cu etaloane. Tuburile se pot condiționa câte 6 odată în unitatea separată Short Path Thermal Desorbtion Conditioning System, conform IU02-08 sau se pot condiționa unul câte unul în sistemul Unity-Ultra.
Când condiționarea se face în sistemul Unity-Ultra se folosesc următorii parametri:temperatura: 300^0C, timp de condiționare: 1h, cu metoda de condiționare din soft.

6.7. Execuția analizei
Ordinea pornirii componentelor sistemului cromatografic este următoarea:
- generatoare de gaz
- cromatograf
- sistem Ultra-Unity
- calculator
- încărcare soft Unity-Ultra şi cromatograf

A. Trasarea curbei de etalonare
Efectuarea unei curbe de etalonare se face conform PSL.5.4-02-02 parcurg, următoarele etape:
1 Condiționarea (curățirea)tuburilor conform IU02-08
2.- Pregătirea aparatelor şi alegerea condițiilor de lucru pentru determinarea benzenului, conform IL – cod 5.4-02-01 Instructiuni de lucru la gazcromatograf, autosampler Ultra şi termodesorbție Unity.
3. Pregătirea soluțiilor etalon, conform IL cod 5.4-02-02
4 Injectarea soluțiilor etalon în tuburi, conform IU 02-10
5. Introducerea tuburilor etalon în autosamplerul UltraTd.
6 Realizarea secvenței de lucru în fereastra principală de lucru a softului Unity –Ultra, încărcarea metodei de lucru.
7 Trasarea curbei de etalonare, umând paşii din soft din meniul Data analysis.

<u>Parametrii termodesorbției</u>
Trebuie aleşi în aşa fel încât desorbția tubului să fie completă şi să nu existe pierderi de probă în trapa secundară
Parametrii optimi şi cei folosiți în prezenta procedură sunt:
- Temperatura de desorbție: 180^0C -325^0C /200^0C
- Timpul de desorbție: 5 - 15 min (10 minute)
- Debitul de desorbție: 30 – 50 ml/min în sens invers direcției utilizate pentru prelevare
- Minimum temperaturii trapei de racire : + 20^0C (+30)la – 180^0C (-30^0C)
- Debitul de desorbție prin trapă 2-50 ml/min în directie inversă celui utilizat pentru concentare
- Maximum temperaturii trapei de racire: 250 -350^0 C
- Gaz purtător: azot
- Absorbantul trapei secundare: acelaşi ca în cazul tubului; 25-100 mg

Parametrii gaz-cromatografului
Parametrii optimi sunt:

- Coloana: DB-1MS 30 mx 0.250 mm x 0.25 µm
- Debitul în coloana: 1 ml/min
- Gaz purtător: azot
- Temperatura izotermă (1) 50^0 C
- Timpul izotermei: 5 minute
- Viteza rampei (1):12^0 C /min
- Detector FID (temp) 260^0 C

B. Efectuarea analizei
În momentul în care există trasată şi stocată o curbă de etalonare, etapele analizei sunt următoarele:
1. Se introduc tuburile cu proba prelevată în tăvița autosamplerului şi se realizează secvența. Tubul din poziția 10 a tăviței va fi folosit pentru realizarea verificării punctului din curba de etalonare.
2. Se analizează probele şi probele martor . Se determină aria picului şi se citeşte masa de benzen din proba adsorbită din graficul de etalonare conform PSL 5.4-02-02
3. Se interpretează datele achiziționate
4. Se pregăteşte aparatul pentru stand –by şi analiza următoare

6.8. Exprimarea rezultatelor şi înregistrarea lor
Datele achiziționate sunt prezentate sub formă de cromatograme şi tabele care prezintă concentrația în µg/mc benzen în proba de aer prelevată.
Calculul concentrației de benzen in aerul ambiental se face utilizând formula de calcul pentru concentrația masică de benzen:

$$\mathbf{C}\ m = m_{sam} / \mathbf{V}_{sam}$$

în care :
C m = concentrația de benzen în proba de aer prelevat în µg/mc
m_{sam} = masa de benzen prezent în probă în ng, conform pct 6.7.4
$\mathbf{V}_{sam}$ = volumul probei prelevate în litri

Rezultatele examinărilor sunt menționate în Registru de lucru RL-

Concentrația benzenului se raporteaza la 293°K şi101,3kPa.

Rezultatele sunt păstrate în C:/HPCHEM/1/DATA/ nume fisier/numar semnal.D (de exemplu: C:/HPCHEM/1/DATA/ MAI08/19100205.D; numărul semnalului corespunde cu cromatograma pentru proba analizată.) şi se pot printa atunci cțnd este cazul.

6.9. Întocmire, verificare şi emitere a Raportului de încercare
Rezultatele analizelor efectuate sunt menționate în raportul de încercare, redactat computerizat.
Fişierul raportului este stocat în computer, protejat prin parolare
Raportul de încercare şi anexele reprezentând gazcromatogramele sunt emise pe suport de hârtie; acestea din urmă vor fi anexate la exemplarele 1 şi 2 ale raportului de încercare.
Raportul de încercare trebuie să cuprindă :

- Identificarea completă a probei

- Referire la această parte a SR EN 14662
- Locul de prelevare, durata prelevării şi volumul de aer prelevat
- Presiunea barometrică şi temperatura
- Rezultatele încercării
- Orice aspecte neobişnuite observate în timpul determinării

6.10. Transmiterea RI la beneficiar şi arhivarea acestuia

Exemplarul 1 al raportului de încercare este predat beneficiarului împreună cu tuburile desorbite, dacă acestea au fost aduse de către acesta pe bază de proces verbal de predare-primire.
Exemplarul 2 al raportului de încercare se arhivează la sfârşitul anului curent sau începutul anului următor, conform IL-09.

6.11. Validarea metodei de analiza

Validarea metodei de analiză se face conform PSL Metode de încercare şi validarea metodei.

6.12. Estimarea incertitudinii de măsurare

Calculul incertitudinii de măsurare se face conform PO-02 ....Estimarea incertitudinii de măsurare. . Calculul efectiv va fi prezentat in registrul tehnic al aparatului şi în anexe.

6.13. Măsuri pentru asigurarea corectitudinea determinărilor

Pentru a asigura corectitudinea determinărilor, se vor respecta următoarele:

- Aplicarea strictă a tuturor prevederilor prezentei proceduri.
- Efectuarea analizei în paralel de către doi analişti.
- Utilizarea corectă a aparaturii de laborator, în conformitate cu prevederile stipulate în instrucțiunile de lucru.
- Întreținerea periodică a cromatografului de gaze şi a componentelor auxiliare prin regenerarea desicanților, înlocuirea periodică a apei demineralizate şi deionizate, curățarea injectorului, înlocuirea coloanelor capilare uzate din punct de vedere al capacității de separare
- Efectuarea periodică a reviziei echipamentului
- Asigurarea parametrilor climatici (temperatură, umiditate relativă) în camera de lucru a aparatului şi păstrarea curățeniei în camera de lucru

6.14. Activități finale

6.14.1. Oprirea aparatelor

1. Funcționare permanentă

În general se poate lăsa pornit ,menținându-l în stare de aşteptare introducându-se în PC metoda ÎNCHIS şi un debit de gaz purtător de 1ml/min în coloană la o temperatură de 40 0C
Se urmăresc instrucțiunile de lucru la GC ..

2. Nu funcționează maxim o săptămână
   - Se reduc temperaturile detectorului ,a inletului şi a coloanei 150-200 0C
   - Se închid toate gazele care au potenşial coroziv, e.g hidrogenul
   - Se reduce debitul gazului purtător şi al gazelor auxiliare
   - Se opreşte alimentarea cu răcitări de la sursele lor
3. Se opreşte mai mult de o săptămână
   - Se setează zonele încălzite la temperatura ambietală şi închideți suportul detectorului pentru debitele de gaze. Se lasă gazul purtător deschis

- Cînd gazcromatograful s-a răcit se închide gazul purtător.
- Se îndepărtează coloana şi se acoperă capătul acesteia pentru a preveni contaminarea . Coloana se păstrează în loc răcoros şi uscat
- Pentru a preveni contaminarea fitingurilor de la inlet şi detector acestea se acoperă
- După îndepărtarea conexiunilor gazelor de GC ,se acoperă fitingurile de admisie de pe panoul din spatele GC-ului de la inlet

Unitatea de TD –Unity-Ultra se opreşte fiecare în parte din butonul din spate în cînd aceste sunt în poziție Stand-by

Se opreşte prima dată unitatea TD şi apoi gazul purtător în cazul în care TD-ul este folosit pentru condiționarea tuburilor

Celelalte aparate se opresc conform instructiunilor de utilizare şi se verifică închiderea buteliei gazului purtător

6.14.2. Demontarea aparatelor

Se utilizează instrucțiunile de la pct.6.14.1/3 şi instrucțiunile prevăzute în manualele aparatelor

6.14.3. Gestionare reziduuri

Reziduurile lichide (metanol, benzen, soluții benzen-metanol) nu se aruncă la chiveta.

La sfârsitul fiecarei analize, acestea se colectează într-un bidon amplasat în nişă, etichetat corespunzător. Reziduurile lichide se ridică lunar, în vederea tratării şi eliminării lor, de către o firmă specializată, cu care ANPM are un contract ferm.

Vârfurile de pipete, filtrele uzate şi substanțele sicative uzate se colectează în pungi mari de plastic, depozitate în dulapurile de la nişă şi se trimit la fiecare 3 luni aceleiaşi firme, în vederea eliminării.

6.15. Protecția muncii

1.Se vor respecta prevederile Normelor Generale de Protecția Muncii anexa nr 31,2002.

2. Pentru solvenții utilizați se vor face cunoscute şi se vor respecta fazele de risc şi securitate conform pct.6.2.1

3. Pentru evitarea contactului cu benzen în timpul manipulării (cutanat sau inhalare) se vor folosi mănuşi de protecție şi masti de protecție pentru nas

4.Pentru evitarea contactului cu metanol în timpul manipulării se vor folosi mănuşi de protecție şi ochelari de protecție.

5.Manipularea solvenților se va realiza sub nişă şi de către personal instruit în lucru cu solvenți.

6. Montarea butelilor de gaz la GC (azot,aer) se va face de către personal calificat şi în condiții de siguranță utilizând reductoare specifice.

7. INREGISTRARI(registre,caiete,etichete,formulare, etc) ,pentru toate înregistrările efectute în procedură.

Nr. Crt.	Inregistrare	Suport/Cod	Completeaza	Loc de păstrare/ Durata
0	1	3	4	5
1.	Comenzi clienti	Registru evidenta comenzi RL – cod 4.4-02	Sef de laborator	Laborator- 3ani

2.	Evidența cântăririi tuburilor	Caiet de evidența cântăririlor CL4.6.02	Responsabil încercare	Laborator-Camera Balanțe-1 an
3	Evidența cîntăririi seringii Hemilton	Caiet de evidența cântăririlor CL4.6.02	Responsabil încercare	Laborator-Camera Balanțe-1 an
4	Evidența cântăririlor substanțelor utilizate în analiză (Benzen, toluen,etc)	Caiet de evidența cântăririlor CL4.6.02	Responsabil încercare	Laborator-Camera Balanțe-1 an
5	Evidența consumului de gaz (urmărirea functionării buteliilor)	Caiet de evidența funcționare butelii CL4.6.03	Responsabil încercare	Laborator-Camera 13
5	Evidența condiționării tuburilor adsorbante	Registru de lucru ECTA RL-cod5.4-02-1	Responsabil încercare	Laborator camera13-1 an
6	Evidența tuburilor injectate cu soluții etalon	Registru de lucru RLETISE-RL Cod 5.4-02-2	Responsabil încercare	Laboratorcamera 13 -1 an
7	Evidența rezultatelor analizelor	Registrul rapoarte de încercare RRI cod 4.4-03	Responsabil încercare	Laborator camera13 -3 ani
8	Evidența activitățile de validare,întreținere ,revizie şi remedierea defecțiunilor	Dosarul de mentenanță al sistemului GC-TD CL 5.4-02-1	Responsabil încercare	Laborator camera13 -3 ani

8. RESPONSABILITĂȚI

8.1. Şef de laborator

8.1.1 Aprobă prezenta procedură

8.1.2 Verifică modul în care sunt aplicate prevederile prezentei proceduri specifice de lucru şi ale instructiunilor de lucru

8.1.3 Verifică periodic datele care se operează în documentele de înregistrare: caiete de lucru, registru de prelevare probe, registru de inregistrare probe

8.1.4. Verifica si semneaza rapoartele de incercare

8.1.5. Urmareşte programul de etalonare, de mentenanță şi verificare metrologică

8.1.6. Verifică periodic modul de prelevare probe

8.17. Urmareşte modul de lucru în timpul efectuării analizelor

.

8.2. Responsabil analiză/încercare

8.2.1. Receptioneaza /preleveaza probele si le inregistreaza in Caietul pentru probe.

8.2.2. Pregateste recipientii pentru prelevare probe, precum si aparatura pentru efectuarea analizei

8.2.3 Efectueaza conservarea/analiza si inregistreaza proba in registrul de analiza,

8.2.4. Întocmeşte rapoarte de incercare

8.2.5. Asigura ordinea si curatenia la locul de munca
8.2.6. Isi insusesc si respecta prevederile prezentei proceduri specifice de lucru si ale instructiunilor de lucru
8.2.7. Aduc la cunostinta sefului de laborator orice neconformitate aparuta in activitate, precum si orice disfunctionalitate aparuta in functionarea aparaturii de laborator.
8.2.8. Respectă normele de protecţie şi securitate a muncii
8.2.9 Menține legătura cu firma de mentenanță și cu responsabilul cu probleme metrologice din cadrul laboratorului pentru asigurarea bunei funcționări a aparaturii

8.3. Responsabil calitate
8.3.1 Difuzează prezenta procedură
8.3.2 Gestionează originalul procedurilor
8.3.3 Asigură respectarea prevederilor procedurii din punct de vedere al sistemului de management implementat.

8.4. Responsabil metrologie
8.4.1 Menține legătura cu firma care asigură verificarea metrologica a aparatelor

9. ANEXE

Tuburi adsorbante cu capace pentru analiză

Tuburi adsorbante cu capace pentru transport şi stocare

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
			Elaborat/ Data	Verificat/ Data	Aprobat/ Data
1	Ed.1/ Rev.0	Elaborat IL-5.4-02-1, Ediția 1, Revizia 0	Luminița Popescu 6.11.2008	Şef laborator Iuliana Neacşu 6.11.2008	Şef laborator Iuliana Neacşu 7.11.2008

1. SCOP

Prezenta instrucţiune de lucru are ca scop descrierea modului de operare a sistemului cromatografic GC Agilent Technologies 6890N (echipat cu detoctor FID), Autosampler ULTRA TD MARKES, Termodesorbţie UNITY MARKES

2. DOMENIU DE APLICARE

Aceste instrucţiuni se aplică de către personalul Laboratorului Naţional de Referinţă Aer la determinarea concentraţei de benzen din aerul înconjurător, pe probe prelevate cu ajutorul tuburilor adsorbante.

3. DOCUMENTE DE REFERINŢĂ

Unity Thermal Desorber – User Manual Version 4.7 July 200
Ultra Automated Sampler – User Manual version 2.4 August 2003
Gaz cromatograf Seria Agilent 6890 – Manual de utilizare
Markes International Limited – Thermal Desorbtion for GC, GC-MS & MS monitoring
SR EN 14662-1 Calitatea aerului înconjurător – Metodă standardizată pentru măsurarea concentraţiei de benzen. Partea 1: Prelevare prin pompă urmată de desorbţie termică şi cromatografie în fază gazoasă
EPA documents – Compendium Methods TO-14A, Compendium Methods TO-17

4. DEFINIŢII

4.1 Termodesorbţie - extensie a tehnicii gazcromatografice. Ea implică utilizarea căldurii şi a unui debit de gaz inert pentru extracţia compuşilor volatili şi semivolatili dintr-un sorbent solid sau alte tipuri de matrici. Analiţii sunt extraşi într-un curent de gaz inert şi transferaţi în GC într-un volum de vapori mic, discret şi concentrat.

5. PRESCURTĂRI

IU – instrucţiune de utilizare;
GC- gazcromatograf
TD - termodesorbţie
FID – detector cu ionizare în flacără

6. DESCRIEREA MODULUI DE LUCRU

6.1. Alcătuirea sistemului

- Generator de hidrogen, Claind HG 2200B
- Generator de azot şi aer, Claind ANG 2381
- Autosampler ULTRA TD multi-tub Markes International Limited
- Unitate de termodesorbţie UNITY Markes International Limited
- Gazcromatograf, Agilent Technologies, 6890 N series
- Computer dedicat gazcromatografului, HP Compaq Business

6.2. Localizarea

Gazcromatograful funcţionează pe o masă de laborator stabilă, ferit de trepidaţii şi variaţii ale curentului electric.
Temperatura ambientală trebuie să fie între 15 şi 35 ^{o}C.
Umiditatea relativă trebuie să fie sub valoarea de 80 % până la 30 ^{o}C şi sub 65% peste 30 ^{o}C.
Tensiunea de alimentare trebuie să se încadreze în ±10% din tensiunea nominală**.**

6.3. Configuraţia de bază a componentelor GC şi TD ale sistemului

6.3.1.Gazcromatograf, Agilent Technologies, 6890 N series, alcătuit din:

- Cuptor pentru coloană cu temperatură programabilă
- Detector cu ionizare în flacără (FID)
- Coloana cromatografică

6.3.2.Unitate de termodesorbţie UNITY Markes International Limited, alcătuită din:

- Trapa rece
- Sistem de răcire şi încălzire trapă: Celulă Peltier în două stadii

- Cuptor de desorbţie
- Cuptor trapă de racire

6.4. Softul sistemului

6.4.1. GC- Agilent Technologies 1990-2003 – ChemStation Rev. A 10.02 [1757]

6.4.2. Unity-Ultra Markes International Limited Thermal Desorbtion Szstem Control Program Version 2.1.0

Aceste softuri pot fi activate de pe dektopul PC-ului după deparolare, prin click pe icoanele INSTRUMENT 1 (ONLINE) şi Unity /Ultra (Downloading Firmeware to Unity –Downloading Firmware to Ultra)

6.5.Materiale şi reactivi

6.5.1. Tuburi adsorbante: fabricate din oţel inoxidabil, umplute cu adsorbant precondiţionat (e.g. TENAX TA) compatibil cu echipamentul de desorbţie termică utilizat, având De 6,4 mm, Di 5 mm şi lungimea 90 mm. Conţine 200 - 400 mg adsorbant.

6.5.2. Benzen : puritate (GC) minimum 99.5%

6.5.3. Metanol : puritate (GC): >99.9%

6.6. Modul de lucru

6.6.1 Pornirea, utilizarea şi oprirea sistemului

Se face conform Instrucţiunilor de utilizare IU-5.4-02-1

6.6.2 Analiza benzenului

Parametrii tehnologici pentru analiza benzenului sunt :

1 Generator

a.Azot

Debit: 0.8 l/min

Presiune : 6 bar

b. Aer

Debit: 3 l/min

Presiune : 6 bar

c. Hidrogen

Debit: 0.2 l/min

Presiune::6 bar

2. Condiţii de desorbţie Unity (se setează în softul Unity)

Modul: Stage2(3)Desorbtion

Temperatura de desorbţie: 250^0 C

Timp de desorbţie: 10 minute

Cold trap focusing temp: -10^0C

Cold trap sec. temp: $250\ ^0$C

Timp secundar de desorbţie: 5 minute

Debit de desorbţie ~30 ml/min

Cold trap packing: Tenax

Inlet split : OFF

3. Condiţii pentru GC

Coloana capilară**:** J&W Scientifique DB -1ms, 30mx0.250mmx0.25 µm

Debit : ~1.8 ml/min

Gaz purtător: Azot

Izoterma de temperatura: $40\ ^0$C

Timpul izotermei: 5 minute

Viteza rampei : $12\ ^0$C/min

Temperatura detector: 300 ^{0}C

6.6.3 Pregatirea probelor

1. Se scot de pe tuburi capacele pentru transport şi stocare şi apoi se capsulează cu capacele pentru efectuarea analizei, având grijă ca la capătul gravat să fie pus capacul albastru.
2. Tuburile se introduc în tăviţa autosamplerului UltrA TD şi se notează poziţia acestora în tăviţă în vederea efectuarii secvenţei de lucru. Capătul gravat trebuie să fie în direcţia gazului purtător

6.6.4 Analiza şi achiziţia datelor

6.6.4.1 Desorbţia termică, separarea, identificarea şi analiza benzenului din proba data

După încărcarea celor două softuri de pe desk-top, în fiecare fereastră principală de lucru se urmează următoarele căi :

1. În Instrument1 (online)

Rigla/Method and Run Control/Rigla /BZ080122.M/START

2 În Unity Ultra - fereastra de lucru C/markes/incercare.seq/Controling sequence(Modified) click dreapta în tabelul Sequence Bilder/Add Ultra set/test40mth (sau altă metoda din fereaetra deschisa)/AddNewSet /rigla /1st Tube/Last Tube/No of Injection/OK/START (Triunghiul negru din bara superioară de meniuri)

Atenţie !!!! Setările din fereastra Add New Set vor reprezenta secvenţa de lucru care va fi aceeaşi cu poziţia tuburilor din taviţa autosamplerului Ultra

După rularea secvenţei se poate face analiza datelor şi calcularea rezultatelor.

6.6.4.2 Analiza şi achiziţia datelor

Analiza datelor şi vizualizarea concentraţei de benzen din proba analizată se face numai în softul gazcromatografului, în fereastra de lucru principală, rigla Data Analysis; softul Unity este în Stand-by sau poate fi închis.

Rigla/Data Analysis/rigla BZ08095.M (sau metoda sub care a fost salvata curba de calibrare)/ click buton de integrare/rigla click încărcare semnal (e.g MAI0819100199.D) click buton evidenţiere concentraţie în proba respectivă din bara secundară de meniuri.

După efectuarea paşilor specificaţi va apărea fereastra de lucru Raport care prezintă automat datele referitoare la concentraţia de benzen din proba de lucru raportat la curba de etalonare efectuată şi salvată sub un nume cunoscut.

Tabelul din partea de jos a raportului prezintă următoarele date

Ret Time	Type	Area	Amt/Area	Amount	Gr.	Name
(min)		pA* s		ng		Benzen

Din coloana Amount se notează datele prezentate care se vor folosi în formula de calcul pentru concentraţia benzenului.

Atenţie !!!!!!!! În anumite cazuri dacă nu se vizualizează foarte bine peak-ul benzenului se va efectua şi o nouă integrare manuală şi apoi se revine la paşii de la pct.6.5.4.2

Atenţie!!!!!!! Cele două softuri lucrează alternativ dar şi concomitent Softul Unity se va reporni o noua secvenţă doar la mesajul GC ready

Atenţie!!!!!! Metoda din cele două softuri este bine să fie salvată sub acelaşi nume pentrua se cunoaşte GC Cycle

Atenție!!!!!! În timpul derulării secvențelor pot apărea în softul Unity şi alte mesaje decît cele IU-5.4.1 care pot împiedica buna desfăşurare a analizei şi în acest caz se va solicita ajutorul personalului specializat sau al inginerului de service dela firma AgilRom Scientifique

7. NORME DE PROTECȚIA MUNCII

- La punerea aparatului în funcțiune se verifică să fie în perfectă stare de funcționare
- Se vor respecta instrucțiunile de utilizare ale sistemului GC/TD verificate şi aprobate pentru analiza benzenului
- Aparatul va funcționa doar în camera destinată de către conducerea laboratorului, climatizată şi aerisită
- Pentru realizarea alimentărilor cu curent electric se vor folosi doar cabluri de alimentare corespunzătoare;
- Remedierea defecțiunilor se va face numai de personal specializat şi autorizat

ANPM Bucureşti DLNR Laboratorul Naţional de Referinţă Aer	INSTRUCŢIUNE DE UTILIZARE DISPOZITIV DE CONDITIONAREA (CURATIREA) TUBURILOR Cod IU-02-08	Ediţia 1/2008 Revizia 0/2008 Pagina 1/1 Exemplar nr.

DESTINAŢIA APARATULUI

Aparatul SPTDCS este un dispozitiv de condiţionare a tuburilor adsorbante folosite pentru prelevarea probelor de aer Această operaţie se realizează prin desorbţia inversă lentă a urmelor de oxigen, apă şi analiti într-un cuptor, în curent de gaz continuu şi la o temperatură care nu distruge sorbentul , sau cea indicată de producătorul tuburilor adsorbante.

MODUL DE LUCRU

1. Se conectează aparatul la sursa de curent, introducând cablul de alimentare în mufa din spatele aparatului.
2. Se montează tuburile adsorbante în dispozitivele de prindere tuburi din spatele aparatului, cu capatul gravat în capacul albastru.
3. Se deschide aparatul din butonul POWER de pe panoul frontal al aparatului
4. Se deschide butelia de gaz azot 5.0 sau generatorul de azot.
5. Se deschide admisia gazului din butonul GAS de pe panoul frontal al aparatului
6. Cu ajutorul display-ului WATLOW se setează manual/automat secvenţa de temperatură dorită, folosind cheia Up
7. Se porneşte încălzirea din butonul Heater de pe panoul frontal al aparatului
8. Se urmăreşte egalizarea temperaturilor pe cele două ecrane ale display-iului
9. La atingerea temperaturii setate se introduc cele 6 tuburi în cuptorul aparatului şi se menţin la temperatura setata o perioada specificata de timp.

   Secvenţa de temperatură în cazul tuburilor umplute cu Tenax TA+Graphitised Carbon Black+Carbonised Molecular Sieve este :
   - 1 oră 100 ^{0}C /1oră 200 ^{0}C/1 oră 300 ^{0}C/30 minute 335 ^{0}C pentru tuburi condiţionate prima data
   - 15 minute 100 ^{0}C/15 minute 200 ^{0}C/15 minute 300 ^{0}C/15 minute 335 ^{0}C pentru tuburi reutilizate
10. Se ajustează debitul gazului purtător la 100 ml/min cu ajutorul butoanelor rotametrelor de pe panoul frontal.
11. După terminarea secvenţei de condiţionare, tuburile se scot din cuptor cu foarte mare atenţie (**ATENŢIE! sunt f fierbinţi -350C!)** şi se aşează în suporturile din spatele aparatului pentru răcire. Se utilizează manuşi de protectie antitermice.
12. După cca 5-10 minute de răcire tuburile sunt sigilate şi stocate în cutii speciale în vederea utilizării ulterioare.
13. Se setează pe display-iul aparatului temperatura ambiantă folosind cheia Down şi se închide butonul Heater.
14. Se închide butonul Gas
15. Imediat sau după răcire se închide butonul POWER.
16. Se închide butelia de gaz.

Data
22.10.2008

Aprobat,
Şef Laborator
Iuliana Neacşu

Întocmit,
Luminiţa Popescu

DESTINAŢIA APARATULUI

Aparatul ATIS ™ este un dispozitiv de preparare a probelor care permite transferul rapid şi eficient al standardelor de calibrare sau al probelor în tubul dasorbant.

Această operaţie se realizează prin injecţie directă, cu o seringă volumetrică, în tubul adsorbant a unei cote de solutie în curent contiuu de gaz, la temperatură superioară solventului.

MODUL DE LUCRU

1. Se conectează aparatul la sursa de curent introducând cablul de alimentare în mufa din spatele aparatului.
2. Se conectează aparatul la gazul purtător (azot 5.0) utilizând un reductor adecvat
3. Se deschide aparatul din comutatorul LOW/OFF/HIGH de pe panoul frontal – Pozitia HIGH sau LOW
4. Se setează temperatura de lucru din butoanele albe Low şi High de pe panoul frontal

   Butonul LOW – interval de temperatură: T ambianta -100 ^{0} C

   Butonul High – interval de temperatură 75 - 150 ^{0} C

   Butonul LOW este accesibil numai în poziţia LOW a comutatorului principal

   Butonul High este accesibil numai în poziţia HIGH a comutatorului principal
5. Se setează temperatura o valoare mai ridicată cu 10 ^{0}C decât cea a solventului. În cazul soluţiilor în metanol temperatura de lucru este 74 ^{0}C.
6. Se aşteaptă cca 5 minute pînă la atingerea temperaturii de lucru, care se citeşte pe termometrul introdus în partea superioară a scutului fierbinte
7. Se montează tubul adsorbant în dispozitivul de prindere, cu capătul gravat în interiorul dispozitivului. Se vor utiliza mănuşi .
8. Se deschide butelia de gaz.
9. Se deschide valva de presiune.
10. Se verifică debitul gazului purtător cu ajutorul unui debitmetru etalonat, care se conectează cu ajutorul unui furtun la capătul liber al tubului adsorbant.
11. Debitul gazului purtător se ajustează la valoarea dorită (50-100ml/min) din valva de presiune
12. Se injectează un volum cunoscut de soluţie 5 µl în septumul verde de la partea suprioară a scutului fierbinte. Se utilizează o seringa volumetrică Hamilton de 10 µl.
13. Se înteapă septumul cu atenţie; după efectuarea injecţiei se lasă câteva secunde pînă se scoate acul seringii din septum
14. Se cronometrează operatia, începând cu momentul injectării.
15. După 5 minute (sau alt timp determinat experimental) se închide valva sub presiune

16. Se scoate tubul injectat cu soluţie etalon şi se încapsulează.
17. Se repetă operatiile 7-16 până la incarcarea tuturor tuburilor necesare efectuarii unei curbe de etalonare, folosind solutii de concentratii cunoscute.
18. După ce se încheie prepararea tuturor tuburilor, se închide aparatul din comutatorul LOW/OFF/HIGH - Pozitia OFF.
19. Se închide butelia de gaz.
20. Microseringa Hamilton se introduce în cutia de păstrare şi se curată conform instrucţiunilor de curăţare indicate de producător

Data
21.10.2008

Aprobat,
Şef Laborator
Iuliana Neacşu

Întocmit,
Luminiţa Popescu

DESTINAȚIA APARATULUI

Prelevatorul TCR TECORA model Delta Wireless este o pompa pentru prelevarea COV-urilor din aerul ambiental, folosind ca suport de prelevare tuburile adsorbante umplute cu Tenax care se monteaza intr-un dispozitiv special cu 16 pozitii seriale

MODUL DE LUCRU

1. Se aşează pompa Delta în locul de prelevare pe un suport adecvat (masa, birou, etc)
2. Se realizeaza traseul de prelevare prin montarea in linie a urmatoarelor piese
   a. furtun Ø =14 mm in mufa de admisie din spatele pompei
   b. Reducție Ø =14/8 mm
   c. Furtun de prelevare Ø =8mm
   d. cartus filtrant
   e. Suport tuburi de prelevare cu 16 pozitii
   f. Furtun de prelevare Ø = 8mm
   g. Capsula de sticla continind perclorat de magneziu
   h. Se monteaza tuburile adsorbante in pozițiile indicate cu capatul gravat pe direcția de absorbție
   i. Ultimul tub este blankul de transport

3. Se verifica etanşeitatea traseului şi posibilitatea existenței unor întreruperi prin îndoirea furtunelor de prelevare. Se remediaza manual.
4. Se conectează suportul pentru tuburile de prelevare în mufa din spatele pompei.
5. Se alimentează pompa la curent prin introducerea mufei în priza 220 v 50-60Hz
6. Se deschide capacul de panoul frontal prin dechiderea clemei negre
7. Se vizualizează display-ul de lucru, tastatura numerică şi butoanele de lucru (sus/jos, stînga/dreapta, PAUSE/ ENTER)
8. Se porneşte pompa din comutatorul negru din spate - pozitia **1.** La pornire se aude un semnal sonor.
9. Se intră în fereastra inițială

TCR TECORA DELTA Vers 4.185 Data (Ex10-09-08) Hour (Ex 08-56-08) Hit any number key

10. Programarea pompei se realizeza din tastatură şi butoanele de lucru
11. Pentru programarea pompei în regim de prelevare de 24 ore se realizează următoarele setări
    Orice tasta /MAIN MENU/ Sample Timing/ENTER
    SAMPLING TIMING /Hour……..ENTER/ Duration……ENTER Sequantial ENTER
    SAMPLING TIMING /No of Sample……..ENTER/ Cycle /24/ ENTER/ START /ENTER
12. Pina la atingerea orei de start programată, display-ul afişează următoarele ferestre.

a.

Waitting new start
Nex start
10-09-08 09:00:00
Real Time
10-09-08 08:59:01
Abort

b. clepsidra de aşteptare /Please wait…….

În momentul ales pentru pornire pompa emite un semnal sonar care însoțește prelevarea timp de 24 ore.

13. Se asteaptă cca 1 minut pina la aparitia cifrelor în fereastra SAMPLE TIMING / Elapsed Time /Flow l/min 000:30
14. Dupa expirarea timpului de prelevare display-ul pompei va afişa fereastra MAIN MENU
15. Se închide capacul pompei fixînd clema neagră
16. Se opreste pompa din butonul negru din spate – pozitia **O**
17. Se deconectează pompa de la curent
18. Se scot tuburile adsorbante şi se capsulează pentru transport şi stocare
19. Se transferă datele referitoare la prelevările efectuate în laptopul destinat acestei operații conform instrucțiunilor de transfer

TRANSFERUL DATELOR ÎN PC

1. Pompa TCR Tecora Delta se conectează la curent.
2. Se conectează PC-ul la curent.
3. Se conecteaza cablul de transfer RS 232 la pompa şi la PC în USB-urile din spate.
4. Se deschide pompa şi calculatorul.
5. Se acceseaza icon-ul pompei TCR de pe desktop – click stinga
6. In fereastra deschisa se bifeaza " I agree the terms of the licence
7. Click "Continue"
8. Click Setup RS 232
9. Click Memory Download/Delta/ Se completeaza fereastra File headlines/OK
   All data retrieved! /ok
10. Click Export data to Excel
11. C:/ in fereastra albastra /Type the file name (Data TCR)/OK
12. Verificare transfer/Copy de pe C intr-un fisier

1 3Abort
14 Exit
15. Deconectat RSR 232
16.Deconectat pompa si calculatorul de la curent.

Data
22.10.2008

Întocmit,
Luminița Popescu

Aprobat,
Şef Laborator
Iuliana Neacşu

DESTINAŢIA APARATULUI

Prelevatorul NPL – Controlled Flow Air Sampler este o pompa de vid pentru prelevarea COV-urilor din aerul ambiental, folosind ca suport de prelevare tuburile adsorbante umplute cu Tenax .

MODUL DE LUCRU

1. Se aşează pompa în locul de prelevare pe un suport adecvat (masa, birou etc)
2. Se realizeaza traseul de prelevare prin montarea unui furtun Ø = 8 mm la mufa de admisie, situata pe panoul din partea dreapta in partea de sus .
3. Se monteaza pompa de vid prin conectarea furtunului Ø = 8 mm la mufa de admisie situată pe partea dreaptă jos şi în mufa pompei de vid.
4. Se monteaza cele două tuburi adsorbante in coturile speciale pentru fixare
5. Tubul se va monta cu capatul gravat pe direcţia de prelevare, respectând indicaţia de pe panou **Grove at this end**
   Dupa asamblarea celor doua coturi, tubul se monteaza in suportii verticali şi se insurubeaza uşor pentru fixare
6. Se noteza pozitia A sau B în care s-a montat tubul, precum şi indicatia acestuia
7. Se aşează un tub, care va reprezenta blank-ul, lîngă cele două tuburi montate în pompa
8. Se verifica etanşeitatea traseului şi posibilitatea existenţei unor întreruperiapărute prin îndoirea furtunelor de prelevare. Se remediaza manual.
9. Se conectează prelevatorul şi pompa de vid la curent 220V 50+60 Hz
10. Se porneşte pompa de vid din butonul verde - poziţia 1
11. Se urmăreste becul verde de pe parte superioară a prelevatorului
12. Acesta trebuie să se aprinda la interval de 8 secunde
13. Se notează în Foaia de înregistrare a prelevării indicaţia de pornire de pe display-ul aflat lânga becul verde şi timpul de pornire al prelevării (e.g **814-14)**
14. Se verifică setarea bypass flow pentru valoarea 3 L/min prin deschiderea capacului panoului central din butonul negru şi vizualizarea rotametrului din partea stîngă. Bila neagră trebuie să fie în dreptul valorii 2.5. Dacă nu este în această poziţie, se reglează manual.
15. După 24 ore (sau alt timp de prelevare stabilit în prealabil), operatorul opreşte pompa de vid din butonul verde pozitia O. **ATENŢIE! Pompa nu se opreşte singură după 24 h!**
16. Se notează în Foaia de înregistrare a prelevării indicaţia finala de pe display-ul aflat lânga becul verde şi timpul final al prelevării
17. Se desurubează coturile celor două tuburi şi apoi se scot tuburile din ele.
18. Tuburile se capsulează cu capacele de transport
19. Coturile se păstrează într-o cutie specială pîna la viitoarea prelevare

Data
22.10.2008

Aprobat,
Şef Laborator
Iuliana Neacşu

Întocmit,
Luminiţa Popescu

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENŢIA NAŢIONALĂ PENTRU PROTECŢIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECŢIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECŢIA LABORATOARE NAŢIONALE DE REFERINŢĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU

TRASAREA CURBEI DE ETALONARE PENTRU MĂSURAREA CONCENTRAŢIEI DE BENZEN, FOLOSIND TUBURI ADSORBANTE ETALON ÎNCĂRCATE PRIN INJECTARE ÎN FAZĂ LICHIDĂ

COD: PSL -5.4 -02-2
EDITIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:11.11.2008

DIFUZAT ÎN REGIM CONTROLAT. EXEMPLAR NR. 1

APROBAT:
Director DLNR Crina Hoţoiu
Data:
11.11.2008

ELABORAT:
Responsabil determinare Luminiţa Popescu
Data:

VERIFICAT:
Şef laborator Iuliana Neacşu
Data:

DATA APROBARII/APLICĂRII:

Notă: Documentul de faţă este proprietatea Serviciului laborator aer aparţinând ANPM . Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul laboratorului. Copiile sunt numerotate şi controlate.

Splaiul Independentei 294, Sector 6 www.anpm.ro Tel: 021-207.11.19
Bucureşti, cod 060031 E-mail:office@anpm.ro Fax: 021-207.11.03

Editia 1/data: 08.10.2008
Revizia 0/data:08.10.2008

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1	11.11.08	Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL –5.4 – 02-02 în ediția 1 revizia 0	Consilier superior Ing. Luminița Popescu	Şef laborator Ing. Iuliana Neacşu	Director DLNR Chim. Crina Hoțoiu

CUPRINS

1. **Scop**
2. **Domeniu de aplicare**
3. **Documente de referință şi conexe**
4. **Definiții şi abrevieri**
5. **Diagrama de flux a procesului**
6. **Descrierea activității**
7. **Înregistrări**
8. **Responsabilități**

1. SCOP

Prezenta procedura prezintă modul de efectuare a curbei de etalonare pentru determinarea concentrației de benzen în aerul înconjurător utilizînd tuburile cu adsorbant (TENAX sau Tenax TA+Graphitised Carbon Black+Carbonised Molecular Sieve)

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura se aplică de către responsabilul de încercare utilizând tuburile adsorbante şi sistemul de gaz cromatografie GC/TD. Domeniul pentru care se efectuează soluții de etalonare este 1 -1000 ng. Curba de etalonare se efectuează pentru 5 sau 7 concentrații diferite

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ ŞI CONEXE

1.Unity Thermal Desorber - User Manual
2. Manualul calității
3. Instrucțiuni de lucru IL cod 5.4-02-02 pentru prepararea soluțiiloe etalon
4. Instrucțiuni de utilizare IU cod 5.4-02 – pentru condiționarea tuburilor adsorbante
5. Instrucțiuni de utilizare IU cod 5.4-02- pentru cofecționarea tuburilor adsorbante etalon prin injecție lichidă
6. Instrucțiuni de lucru IL cod 5.4-02-01 pentru efectuarea analizei benzenului cu sistemul GD/TD-FID
7. Documentație Markes International Limited CRS tubes, Users guide for BTX standards on TenaxTA
8. SR EN 14662-1 Calitatea aerului înconjurator Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de benzene Partea1: Prelevare prin pompare urmată de desorbție termică şi cromatografie în fază gazoasă

4. DEFINIȚII ŞI ABREVIERI

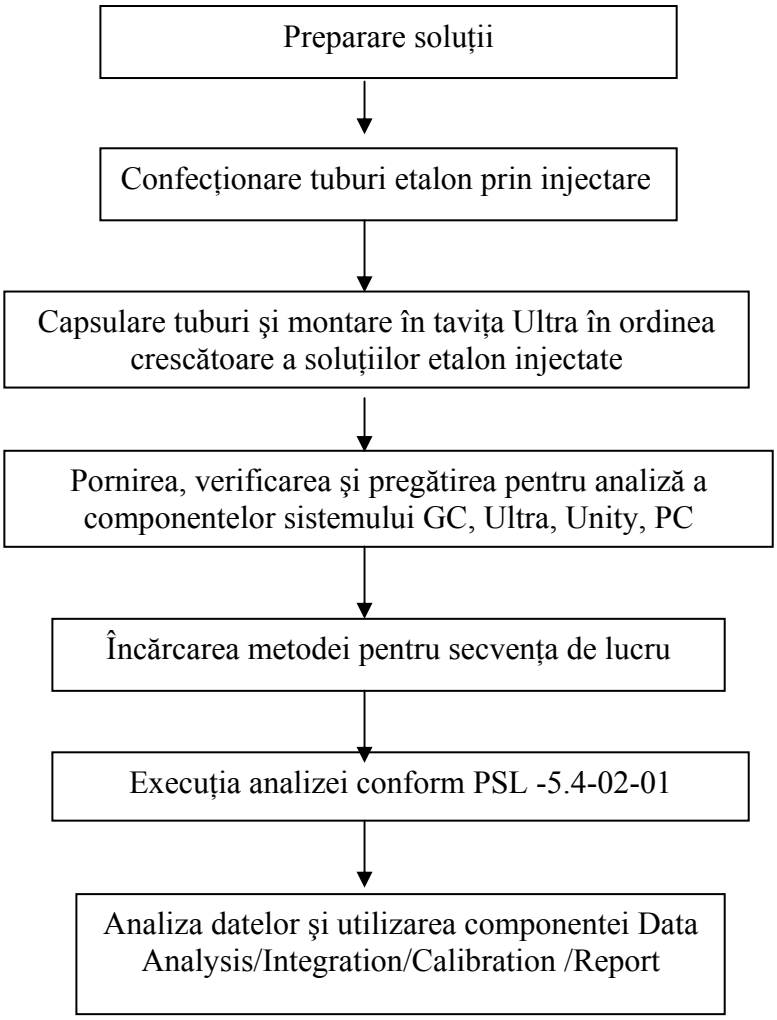
4.1. Definiții

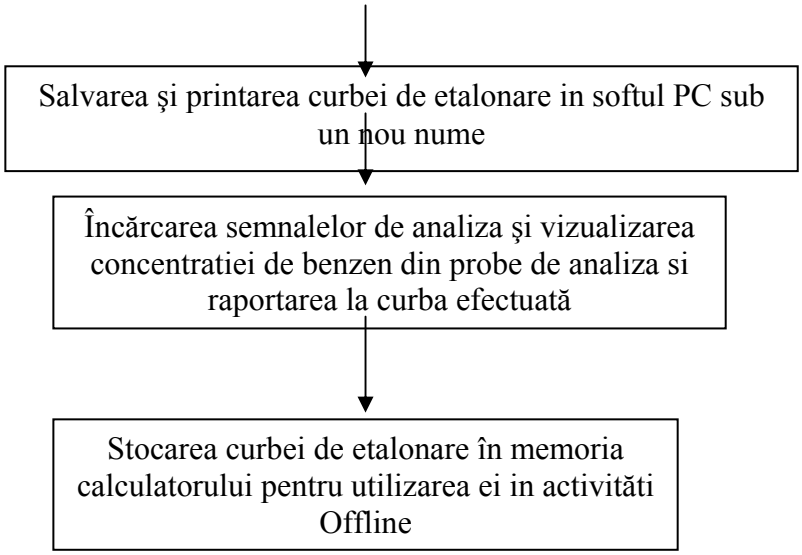
4.1 Tub adsorbant etalon - Tub fabricat din oţel inoxidabil, umplut cu adsorbant precondiţionat (e.g. TENAX TA) compatibil cu echipamentul de desorbţie termică utilizat, având De 6,4 mm, Di 5 mm şi lungimea 90 mm. Conţine 200-400 mg adsorbant şi în care s-a injectat cu ajutorul unei seringi o cantitate cunoscută de soluţie etalon.
4.2 Etalonare - ansamblul de operaţii prin care se stabileşte, în condiţii specificate, relaţia dintre valorile indicate de un aparat de măsurare sau de către un sistem de măsurare, cu valorile prezentate de către un etalon de referinţă.
4.3 Curba de regresie pentru un eşantion de n perechi de observaţii a două caracteristici x şi y - curba de regresie a lui y în x este o reprezentare a lui y ca o funcţie de x. Când curba de regresie a lui y în x este o dreaptă, regresia se numeşte liniară.

4.2. Abrevieri

RL – registru de lucru
IL – instrucțiune de lucru
IU - instrucțiuni de utilizare
GC - gazcromatografie
RI - raport de încercare
R E - Registru evidența injectari tuburi
CRS -Certified reference tubes

5. DIAGRAMA DE FLUX A PROCESULUI DE ANALIZĂ





6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Principiul metodei

Principiul metodei constă în injectarea de cote părți de soluții în tuburi adsorbante curate utilizînd dispozitive de confectionare speciale în care există posibilitatea de purjare cu debit de gaz inert cu un debit de 100 ml/min

6.2.Reactivi, materiale, sticlărie

6.2.1. Benzen

Se foloseşte ca reactiv de etalonare, prin injecție în tuburile adsorbante; puritatea necesară: min. 99,5%
Formula chimica **:** C_6H_6
nr-CAS **:** 71-43-2
aspect**:** lichid incolor cu miros caracteristic
masa molară: 78,11 $g \cdot mol^{-1}$
stare de agregare: lichid sau solid
densitate: 0,8842 $g \cdot cm^{-3}$
punct de fierbere: 80,1 °C
solubil în benzină şi alcool

alte proprietăți: Uşor inflamabil- Toxic
puritate (GC) minimum 99.5%
Fraze de risc: R:45-46-11-36/38-48/23/24/25-65
Fraze de securitate: S:53-45

6.2.2 Metanol

Se foloseşte ca solvent de diluție, la prepararea soluției de etalonare
Formula chimica **:** CH_3OH
nr-CAS **:** 67-56-1
aspect**:** lichid limpede
masa molară 32,04 $g \cdot mol^{-1}$

densitate: 0.791 g·cm^{-3}
punct de fierbere 64,6 °C
Puritate (GC): >99.9%

Alte proprieti Uşor inflamabil- Toxic
Fraze de risc R: 11-23/24/25-39/23/24/25
Fraze de securitate S:1/2-7-16-36/37-45
6.2.3 Tuburi adsorbante
Tuburi fabricate din oţel inoxidabil, umplute cu adsorbant precondiţionat (e.g. TENAX TA) compatibil cu echipamentul de desorbţie termică utilizat, având De 6,4 mm, Di 5 mm şi lungimea 90 mm. Un tub conţine 200-400 mg adsorbant. Fiecare tub va fi injectat cu 5µl soluţe 1-1000 µg/ml
6.2.4 Materiale de referinţă certificate

- Certified reference Standard Tubes for BTX Standards on Tenax TA, CRS trasabil Markes International Limited
- Standard Reference Material ^{R} 3000 Benzene in Metanol 0.01g/g, CRS trasabil NIST

6.2.5 Seringă volumetrică pentru lichide de 10 µl cu diviziuni de 0.1 µl

6.3. Trasarea curbei de etalonare
La trasarea curbei de etalonare se pot folosi:

- tuburi etalon injectate sau
- tuburi de referinţă certificate (CRS).

A. Trasarea curbei de etalonare folosind tuburi etalon injectate
Sunt necesare atât activităţi independente, precum şi folosirea facilităţilor softului ChemStation.
6.3.1 Activităţi independente
1. Condiţionarea (curăţirea) tuburilor - se face conform IU 5.4-02-03 pentru condiţionarea tuburilor
2. Pregătirea aparatelor şi alegerea condiţiilor de lucru pentru determinarea benzenului, conform IL – 5.4-02-01 Instrucţiuni de lucru la gazcromatograf, autosampler Ultra şi termodesorbţie Unity.
3. Pregătirea soluţiilor etalon, conform IL cod 5.4-02-02
4. Injectarea soluţiilor etalon în tuburi, conform IU cod 5.4-02-
5.Introducerea tuburilor etalon în autosamplerul UltraTD
6.3.2 Activităţi în care se utilizează softul ChemStation şi Unity Ultra
6.3.2.1 Realizarea secvenţei de lucru
1. În Instrument1 (online)
Rigla/Method and Run Control/Rigla /BZ080122.M/START
2 În Unity Ultra - fereastra de lucru C/markes/incercare.seq/Controling sequence(Modified)click dreapta în tabelul Sequence Bilder/Add Ultra set/test40mth (sau altă metoda din fereaetra deschisa)/AddNewSet /rigla /1st Tube/Last Tube/No of Injection/OK/START (Triunghiul negru din bara superioară de meniuri)

După finalizarea secvenţei de lucru cromatogramele vor prezenta atât timpul de retenţie al metanolului şi al benzenului, cît si cresterea direct proporţională cu concentraţia a înălţimii şi ariilor peak-urilor pentru benzen vizualizate la timpul de referinţă determinat.

6.3.2.2 Trasarea curbei de etalonare urmând paşii din soft din meniul Data analysis
Se utilizează următorii pasi
1. În fereastra de lucru a softului ChemStation rigla Data Analysis/Încarcare primul semnal (concentratia cea mai mica sau zero/Calibration (bara de meniurii superioara)/NewCalibration Tabel/

Add level/se completează câmpurile existente (e.g Level 1, Default Amount 0.000 sau valoarea concentrației solutiei etalon din tub)/OK

2. În fereastră va apărea un tabel în care sunt datele analizelor tuturor peak-urilor analizate. Se vor şterge toate datele pentru peak-urile de la alți timpi de retenție decît cel identificat pentru benzen. In casuța Compond se scrie numele compusului

Se completează tabelul:

Id	Rt signal	Compound	Lvl	Amount ng	Area	Resp Factor	Ref	ISTD
		BENZEN						

Automat in partea dreaptă jos va apărea curba de calibrare pentru un singur punct.

Se va salva imediat sub denumirea unei noi metode urmând calea: File/Save as/Method/Nume. M (Extensia.M)/OK.

Apoi: Calibration/Calibration Tabel/se repeta pasii de la punctul 6.3.2.2, item1 si 2, schimbând cifra de la Level: 2,.3....7 şi Default Amount: 5, 25,50,100,250,500,1000 ng.

Curba se va genera automat la fiecare adăugare de nivel. După adăugarea ultimei concentrații se va observa linearitatea şi coeficientul de corelație R. Este de ajuns să se salveze cu File-Save.

6.3.2.3 Raportarea la curba de etalonare

Această activitate se desfăşoară pentru evidențierea concentrației de benzen dintr-o probă necunoscută. Menținînd în lucru metoda sub care s-a salvat curba de etalonare se încarcă semnalul corespunzător cromatogramei pentru proba de analizat.

Se apasă butonul de vizualizare din bara secundară de meniuri (cel cu lupa) şi se realizează automat raportarea la curba de etalonare . Din tabelul apărut se notează cantitatea de benzen din probă.

6.3.2.4 Periodicitatea efectuării curbelor de etalonare

Se va repeta la intervale regulate de timp. Aceste intervale pot varia în practică dar deviația răspunsului între etalonări trebuie să fie de < ± 5%.

B Trasarea curbei de etalonare folosind CRS-uri

Se vor folosi tuburi de CRS Markes cu concentrația 1 -25 ng benzen

Se vor urmări paşii indicați în documentație, respectiv:

1. Se aduce sistemul în cea mai bună stare de funcționare
2. Se efectuează de două ori cromatograma unui blanc din tuburile utilizate uzual în laborator
3. Se efectuează de două ori cromatograma unui ship blanc prezent în pachetul care însoțeşte tuburile etalon
4. Se efectuează de două ori cromatograma fiecarui CRS pentru fiecare concentrație
5 Se efectuează paşii de la pct 6.3.2.2

6.4. Măsuri pentru asigurarea corectitudinea determinărilor

Pentru a asigura corectitudinea determinărilor, se vor respecta următoarele:

- Aplicarea strictă a tuturor prevederilor prezentei proceduri.
- Efectuarea analizei în paralel de către doi analişti.
- Utilizarea corectă a aparaturii de laborator, în conformitate cu prevederile stipulate în instrucțiunile de lucru.
- Întreținerea periodică a cromatografului de gaze şi a componentelor auxiliare prin regenerarea desicanților, înlocuirea periodică a apei demineralizate şi deionizate, curățarea injectorului, înlocuirea coloanelor capilare uzate din punct de vedere al capacității de separare
- Efectuarea periodică a reviziei echipamentului
- Asigurarea parametrilor climatici (temperatură, umiditate relativă) în camera de lucru a aparatului şi păstrarea curățeniei în camera de lucru

6.5. Protecția muncii

1. Se vor respecta prevederile Normelor Generale de Protecția Muncii anexa nr 31,2002.
2.Pentru solvenții utilizați se vor face cunoscute şi se vor respecta frazele de risc şi securitate conform pct.6.2.1
3. Pentru evitarea contactului cu benzenul în timpul manipulării (cutanat sau inhalare) se vor folosi mănuşi de protecție şi masti de protecție pentru nas
4.Pentru evitarea contactului cu metanolul în timpul manipulării se vor folosi mănuşi de protecție şi ochelari de protecție.
5. Manipularea solvenților se va realiza sub nişă şi de către personal instruit în lucrul cu solvenți.
6. Montarea butelilor de gaz la GC (azot, aer) se va face de către personal calificat şi în condiții de siguranță utilizând reductoare specifice.

7. INREGISTRARI

Curbele de etalonare salvate sub nume cunoscut se vor înregistra în memoria calculatorului şi pot şi încărcate la cerere. Se vor completa datele din Registrul de evidență pentru confecționarea tuburilor adsorbante.

8. RESPONSABILITĂȚI

8.1. Şef de laborator

8.1.1 Aprobă prezenta procedură
8.1.2 Verifică modul în care sunt aplicate prevederile prezentei proceduri specifice de lucru şi ale instructiunilor de lucru la care se face referire în text
8.1.3 Verifică periodic datele care se operează în Registru de evidență
8.1.4. Urmareşte programul de etalonare şi periodicitatea efectuării curbelor de etalonare pentru respectarea deviației între raspunsuri
8.1.6 Ia toate măsurile necesare pentru obținerea unor curbe de etalonare cît mai reproductibile

8.2. Responsabil analiză/încercare

8.2.1. Efectuează toate activitățile pentru efectuarea curbei de etalonare
8.2.2 Efectuează curba de etalonare conform prezentei proceduri
8.2.3.Întocmeşte rapoarte de incercare calculând concentrația benzenului în probe prelevate, prin raportarea la curba de etalonare
8.2.4. Isi insuseste si respecta prevederile prezentei proceduri specifice de lucru si ale instructiunilor de lucru şi de utilizare la care se face referire în text
8.2.5. Aduce la cunostinta sefului de laborator orice neconformitate aparuta in activitatea de trasare a curbei de etalonare, cât si problemele legate de alura acesteia
8.2.6 Menține legătura cu firma de mentenanță şi cu responsabilul cu probleme metrologice din cadrul laboratorului pentru asigurarea bunei funcționări a aparaturii.

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, conținut modificări	Nume, prenume, semnatura		
			Elaborat/ Data	Verificat/ Data	Aprobat/ Data
1	Ed.1/ Rev.0	Elaborat IL-5.4-02-1, Ediția 1, Revizia 0	Luminița Popescu 11.11..2008	Şef laborator Iuliana Neacşu 12.11.2008	Şef laborator Iuliana Neacşu 12.11.2008

1. SCOP

Prezentele instrucţiuni de lucru descriu activitatea desfăşurată în laborator pentru realizarea soluţiilor etalon pentru injectare în fază lichidă, în tuburile adsorbante folosite ulterior la termodesorbţie.
Scopurile acestei activităţi sunt:

- realizarea tuburilor injectate cu soluţii etalon în vederea trasării curbei de etalonare pentru determinarea domeniului de linearitate a gazcromatografului
- realizarea unor tuburi de control injectate cu soluţei de concentraţie cunoscută.

2. DOMENIU DE APLICARE

Aceste instrucţiuni se aplică de către personalul Laboratorului Naţional de Referinţă Aer la prepararea soluţiilor, sub îndrumarea responsabilului de încercare.

3. DOCUMENTE DE REFERINŢĂ

3.1. Manualul calităţii
3.2. SR EN 14662-1 Calitatea aerului înconjurător Metodă standardizată pentru măsurarea concentraţiei de benzen Parte1: Prelevare prin pompare urmată de desorbţie termică şi cromatografie în faza gazoasă

4. DEFINIŢII

4.1 Soluţie etalon: Soluţie cu conţinut cunoscut de benzen în metanol , exprimat în µg/ml**.**

5. PRESCURTĂRI

CL – caiet de lucru;
IL – instrucţiune de lucru;

6. DESCRIEREA MODULUI DE LUCRU

6.1 Materiale şi reactivi

6.1.1. Materiale
a. baloane cotate de sticlă, clasa A, 10 ml -6 bucaţi
b. pipete gradate de sticlă, clasa A, 1 ml - 6 bucăţi
c. pipete gradate de sticlă, clasa A, 5 ml - 2 bucăţi
d. pahar Berzelius de sticlă, 50 ml – 2 bucăţi
e. seringă 10 µl
f. para de cauciuc
6.1.2 Reactivi
a. Benzen 3-5 ml
b. Metanol 70 ml

6.2. Modul de lucru

6.2.1. Pregătirea sticlăriei
Sticlăria de la punctul 5.1.1 se clăteşte cu metanol.Apoi în fiecare balon cotat se introduc cca. 5 ml de metanol şi se astupă cu dopul.
Se notează fiecare balon cotat cu concentraţia soluţiei pe care o va conţine, respectiv :
1000 µg/ml, 100 µg/ml, 50 µg/ml, 10 µg/ml, 5 µg/ml, 1 µg/ml.
6.2.2. Cântarirea
Pentru cîntărire se utilizează balanţa analitică Kern ABJ, urmărind instrucţiunile de lucru de la balanţă IL-09-02.
6.2.2.1. Cântarirea seringii de 10 µl .
Se deschide balanţa Kern. Dupa efectuarea testelor automate ale balanţei, se aşeaza seringa uscată pe platanul balanţei si se noteaza greutatea acesteia în caietul de cântariri, cod CL-4.6-02.
6.2.2.2. Cântarirea unei cantităţi aproximative de 10 mg de benzen.

Se spală seringa cu benzen şi se aspiră în ea un volum de solvent care apoi se cântareste la aceeaşi balanţă; se noteaza masa în caietul de cântariri, cod CL-4.6-02.

6.2.3. Prepararea soluţiei cu un conţinut de aproximativ 1000 µg/ml

În balonul inscripţionat cu conc 1000 µg/ml se introduce chiar în metanol volumul de solvent cântărit conform punctului 5.2.2.2. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

6.2.4. Prepararea soluţiei cu un conţinut de aproximativ 100 µg/ml

În balonul inscripţionat cu conc. 100 µg/ml se introduce cu ajutorul unei pipete 1ml din sol. de la pct. 5.2.3. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

6.2.5. Prepararea soluţiei cu un conţinut de aproximativ 50 µg/ml

În balonul inscripţionat cu conc. 50 µg/ml se introduc cu ajutorul unei pipete 5 ml din sol. de la pct.5.2.4. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

6.2.5. Prepararea soluţiei cu un conţinut de aproximativ 10 µg/ml

În balonul înscripţionat cu conc. 10 µg/ml se introduce cu ajutorul unei pipete 1 ml din sol. de la pct.5.2.4. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

6.2.5. Prepararea soluţiei cu un conţinut de aproximativ 5 µg/ml

În balonul înscripţionat cu conc. 5 µg/ml se introduc cu ajutorul unei pipete 5 ml din sol. de la pct.5.2.5. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

6.2.6. Prepararea soluţiei cu un conţinut de aproximativ 1 µg/ml

În balonul înscripţionat cu conc. 1 µg/ml se introduce cu ajutorul unei pipete 1 ml din sol. de la pct.5.2.5. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

ATENŢIE!

Soluţiile etalon se vor prepara in incinte ventilate, în absenta altor solventi; se păstrează la frigider.
Soluţiile etalon se prepară săptămânal sau chiar mai des dacă se evidenţează deteriorări.

7 NORME DE PROTECŢIA MUNCII

- Pentru solvenţii utilizaţi se vor face cunoscute şi se vor respecta frazele de risc şi securitate de pe sticlele acestora
- Pentru evitarea contactului cu benzenul în timpul manipulării (cutanat sau inhalare) se vor folosi mănuşi de protecţie şi măşti de protecţie pentru nas
- Pentru evitarea contactului cu metanol în timpul manipulării se vor folosi mănuşi de protecţie şi ochelari de protecţie.
- Manipularea solvenţilor (turnare, spalare cu solvenţi, aducere la semn) se va realiza sub nişă şi de către personal instruit în lucru cu solvenţi.

Atenţie!!!!!!
Se va evita contactul cu benzenul, care este cancerigen!

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115

DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.6. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU
DETERMINAREA GRAVIMETRICĂ A FRACȚIEI PM10 DE PULBERI ÎN SUSPENSIE DIN AERUL ATMOSFERIC
大気中の PM10 及び PM2.5 測定標準作業手順書(SOP)

目次

1. 目的
2. 適用範囲
3. 参考文献及び関係文書
4. 定義及び略称
5. 分析工程フロー
6. 分析作業
   6.1. 原理
   6.2. 必需品（使用器具、使用試薬、機器及び消耗品）
   6.3. 機材および濾紙の準備
   6.3.1. カートリッジおよびホルダーの準備
   6.3.2. 濾紙の準備
      A. 濾紙の確認および選択/B. 恒温恒湿装置の準備/C. 濾紙のコンディショニング
   6.3.3. 採取装置の準備
   6.4. 採取装置の設置場所
   6.5. 試料採取
   6.6. 分析ラボラトリーにおける試料の受け入れ
   6.7. 試料の分析
   6.8. 計算結果の記録
   6.8.1. 分析結果の計算
   6.8.2. 結果の記入
   6.8.3. 結果の報告
   6.9. 適正な測定の確保手段
   6.10. 分析方法のバリデーション
   6.11. 不確かさの見積もり
   6.12. 終了作業
7. 記録関連
8. 責任者関連事項
9. 附属書

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.6. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU DETERMINAREA GRAVIMETRICĂ A FRACȚIEI PM10 DE PULBERI ÎN SUSPENSIE DIN AERUL ATMOSFERIC
PM10 and PM2.5 Measurements
COD: PSL -5.4-06-1

EDITIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:

DIFUZAT ÎN REGIM CONTROLAT. EXEMPLAR NR.....

APROBAT:
Director DLNR: Crina Hoțoiu
Data: 2008

ELABORAT:
Responsabil de încercare: Mioara Şerban
Elaborat: 10.2008

VERIFICAT:
Şef laborator: Iuliana Neacşu
Data: 10.2008

DATA APROBARII/APLICĂRII:

Notă: Documentul de față este proprietatea Serviciului laborator aer aparținând ANPM . Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul laboratorului. Copiile sunt numerotate şi controlate.

Splaiul Independentei 294, Sector 6 www.anpm.ro Tel: 021-207.11.19
Bucureşti, cod 060031 E-mail:office@anpm.ro Fax: 021-207.11.03

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL –5.4 -06.01			

CUPRINS

1. **Scop**
2. **Domeniu de aplicare**
3. **Documente de referinţă şi conexe**
4. **Definiţii şi abrevieri**
5. **Diagrama de flux a procesului**
6. **Descrierea activităţii**
7. **Înregistrări**
8. **Responsabilităţi**
9. **Anexe**

1. SCOP

Prezenta procedură descrie activităţile de prelevare, executarea propriu-zisa a masurării si calculelor necesare pentru determinarea cantitatii de particule in suspensie, fracţiile PM 10 şi PM 2,5, retinute pe un filtru special, preconditionat, precum şi responsabilităţile personalului implicat în activitatea de execuţie si control al acestei determinari.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura se aplică de către personalul competent al Laboratorului Naţional de Referinţă Aer pentru executarea prelevării în teren şi determinării concentraţiilor medii zilnice de pulberi PM 10/PM2.5 din aerul atmosferic, prin metoda gravimetrică.

3. DOCUMENTE DE REFERINŢĂ ŞI CONEXE

3.1. SR EN 12341:2002 - Calitatea aerului. Determinarea fracţiei PM10 de materii sub formă de pulberi în suspensie. Metoda de referinţă şi proceduri de încercare in situ pentru demonstrarea echivalenţei la metoda de măsurare de referinţă.

3.2. SR EN 14907: 2007 - Calitatea aerului înconjurător. Metodă standardizată de măsurare gravimetrică pentru determinarea fracţiei masice de PM 2,5 a particulelor în suspensie

3.3. Instrucţiune de lucru la balanţa analitică electronică Mettler Toledo AX 205 (IL-01)

3.4. Instrucţiune de lucru la cabinet climatic Activa Climatic (IL-02)

3.5. Instrucţiune de lucru cu modulul secvenţial TCR TECORA tip SENTINEL PM şi Unitatea de control FOX (IL-03)

3.6. Procedura operaţională - Validarea metodei şi estimarea incertitudinii de măsurare

3.7. SR EN ISO/CEI 17025:2005 - Cerinţe generale pentru competenţa laboratoarelor de încercări şi etalonări

3.8. Manualul calităţii

3.9. Ordinul M.A.P.M.592/2002 - pentru aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limita, a valorilor de prag si a criteriilor si metodelor de evaluare a dioxidului de sulf, oxizilor de azot si dioxidului de azot, pulberi in suspensie (PM10 şi PM2.5), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon si ozonului îin aerul înconjurător.

3.10. Manual de operare pentru prelevatorul secvenţial TCR Tecora

3.11. Manual de operare pentru balanţa Mettler Toledo

4. DEFINIȚII ŞI ABREVIERI

4.1. Definiții

Pulberi în suspensie PM 10 - O specificație țintă pentru prelevarea particulelor toracice. Reprezintă 55,1% (masic) din masa totală a pulberilor în suspensie din aer. Pulberi in suspensie cu diametrul aerodinamic de 10µm, care trec printr-un orificiu cu selectare dupa dimensiune, cu un randament de separare de 50%.

Pulberi în suspensie PM2.5 - fracția particulelor în supensie care trec printr-un orificiu cu dimensiuni selective de cu o eficiență de ieşire de 50% pentru un diametru aerodinamic de 2.5µm

Fracția toracică - Fracțiune masică a particulelor inhalate ce pătrund prin laringe (ISO 7708), care reprezintă 50% (masic) din masa totală a pulberilor în suspensie din aer.

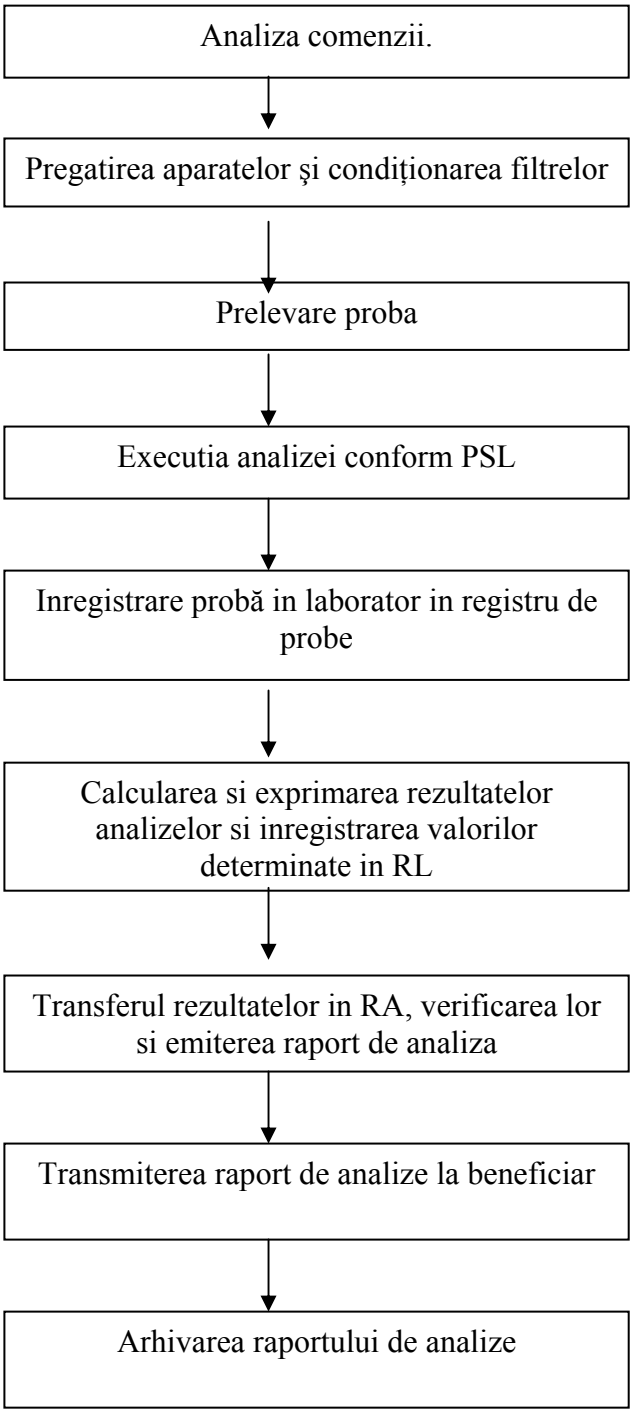
Particule in suspensie - toate particulele inconjurate de aer dintr-un anume volum de aer, volum aflat in conditii statice.

Metodă de prelevare cu volum mic (LVS) - metodă pentru prelevarea particulelor cu un debit de 2,3 m^3/h.

4.2. Abrevieri

ŞL- şef de laborator
RÎ- responsabil de încercare
RC- responsabil de calitate
PSL- Procedură specifică de lucru
IL- Instrucțiune de lucru
MC- Manualul Calității
RL- Registru de lucru
CL- Caiet de lucru
PM10- pulberi în suspensie, particule cu diametrul aerodinamic de 10µm
PM2,5- pulberi în suspensie, particule cu diametrul aerodinamic de 2,5µm
LVS- Low volume sampler, metodă de prelevare cu volum redus

5. DIAGRAMA DE FLUX A PROCESULUI



6. DESCRIEREA ACTIVITĂŢII

6.1. Principiul metodei de determinare

Principiul constă în reţinerea pulberilor cu diametrul aerodinamic de 10µm respectiv 2,5µm pe un filtru prin trecerea unui anumit volum de aer; colectarea se face pentru o perioadă de aproximativ 24 h. Determinarea masei de PM 10, respectiv PM 2,5 se face prin metoda gravimetrică, prin diferenţa dintre masa filtrului înainte şi după colectare; cântărirea filtrului se face în condiţii constante.

Rezultatul final, exprimat în µg/mc, se face prin raportarea masei de particule colectate la volumul de aer care a trecut prin filtru. Raportarea se face la condiţiile ambientale de presiune si temperatura, conform normelor in vigoare.

Rezultatul măsurării poate fi afectat de:

- pierderile datorate manipulării filtrului şi procedurilor de condiţionare, în special dacă filtrul este expus încălzirii
- speciile gazoase, care pot contamina filtrele
- umiditatea şi apa absorbită, care pot fi dificil de controlat atât în cursul operării cât şi a manipulării filtrelor
- scoaterea filtrelor din suportul prelevatorului şi transportarea lor la laborator
- condiţiile meteorologice, care pot afecta debitul pompei.

6.2. Resurse necesare

6.2.1. Echipamente

6.2.1.1. Prelevator secvenţial de pulberi TCR TECORA, alcătuit din:

- Modulul secvenţial de prelevare SENTINEL PM, tip LVS, cu cap de prelevare şi impactori.
- Unitatea de control UniTec FOX.

6.2.1.2. Balanţa analitică electronică METTLER TOLEDO XP 205, instalată în incinta climatică

6.2.1.3. Incintă climatică ACTIVA CLIMATIC.

6.2.1.4. Laptop pentru descarcarea si stocarea datelor din pompa de prelevare

6.2.2. Sticlărie şi alte materiale de laborator

- filtre de cuarţ, Φ=47 mm, pentru a asigura ca diametrul ariei libere a aerului ce trece prin filtru sa fie intre 34-41 mm.
- cutii Petri sau casete port-filtru pentru transport
- suport pentru condiţionarea filtrelor
- pensete cu capete plate
- apă distilată pentru incinta climatică

6.3. Pregătirea aparatelor şi filtrelor

6.3.1. Pregătirea vaselor şi altor materiale de laborator

Materialele de laborator utilizate pentru manipularea şi păstrarea filtrelor trebuie să fie absolut curate, protejate împotriva prafului.

Cutiile de păstrare şi transport a filtrelor se spală periodic cu apă, după care se clătesc cu apă bidistilată şi se usucă.

Penseta, cu ajutorul căreia se manipulează filtrul, se curăţă periodic cu alcool etilic, de către executantul prelevării/încercării.

6.3.2. Pregătirea filtrelor

a. Alegerea şi verificarea filtrelor

Filtrele din fibră de cuarţ utilizate la încercare trebuie să îndeplinească următoarele condiţii:

- să aibă o eficienţă de reţinere de peste 99,5%.

- să fie circulare şi de un diametru corespunzător pentru a se potrivi în port-filtrul prelevatorului, de 47 mm.
- să aibă o suprafaţă utilă de reţinere a PM10 de 40-41 mm şi pentru PM 2,5 de 34-41 mm.
- se folosesc filtrele de fibră de cuarţ, care au pierderi de masă a filtrului mai scăzute.

Înainte de utilizare, filtrele se scutură bine şi se îndepărtează de pe ele bucăţile de fibră neaderate la filtru. Filtrele trebuie verificate vizual înainte de cântărire, eliminându-se cele care au defecte, găuri, sau material neuniform.

b. Proceduri preliminare în incinta climatică

Incinta climatică funcţionează permanent iar parametrii din interior sunt monitorizaţi de executantul condiţionării filtrelor, care urmăreşte periodic înregistrările automate, pe rolă de hârtie, ale incintei climatice. Printurile cu datele de temperatură şi umiditate sunt colectate şi îndosariate cronologic, organizate pe cicluri de condiţionare, de către RÎ, într-un dosar.

În incinta climatică se păstrează permanent două filtre martor de referinţă, identice cu cele folosite la măsurări. Masa lor se înregistrează la fiecare sesiune de cântărire ca o măsură a condiţiilor climatice care afectează greutatea filtrelor.

Pentru prelevarea LVS, la care face referire prezenta procedură, dacă masele filtrelor martor de referinţă s-au schimbat cu mai putin de 40 μg de la ultima sesiune de măsurare, masa lor medie trebuie înregistrată iar cântărirea filtrelor goale LVS poate începe. Dacă diferenţa este mai mare, se cercetează cauza şi se corectează situaţia din incinta climatică; abia după aceea se poate trece la condiţionarea filtrelor.

Înainte de fiecare sesiune de cântărire, trebuie verificată funcţionarea balanţei cu greutăţi etalon cu mase apropiate de cea a filtrelor, conform IL cântărire balanţă. Dacă citirea la balanţă diferă cu mai mult de 20 μg faţă de masa greutăţii etalon, se cercetează cauzele şi se corectează (de obicei este de ajuns efectuarea unei calibrări a balanţei).

c. Condiţionarea filtrelor goale

Filtrele goale sunt condiţionate timp de 48 de ore, prin păstrare în incinta climatică, pe un suport special, la temperatura de 20±1^{0}C şi umiditate relativă de 50±5%, înainte de a fi cântărite.

Filtrele trebuie cântărite de 2 ori, la un interval de 12-24 h, pentru a se confirma că greutatea filtrului s-a stabilizat. Dacă masele diferă cu mai mult de 40 μg, filtrul trebuie eliminat.

Masa filtrului neexpus se ia ca medie a celor două cântăriri. Înregistrările cântăririlor se trec caietul de lucru cod CL, al cărui model este prezentat în anexă.

Este de preferat ca întreaga cutie cu filtre să fie pre-păstrată în incinta climatică, aşa încât să atingă mai uşor umiditatea necesară (dacă sunt prea uscate, condiţionarea lor ar putea dura mult mai mult de 48 ore).

După condiţionare şi cântărire, fiecare filtru gol se introduce imediat cu penseta într-o cutie Petri sau alt suport (casete din plastic speciale), identificate unic printr-un număr notat de către executantul determinării în caietul de înregistrare a prelevării.

ATENŢIE!

- Manipularea filtrelor se face doar cu penseta, cu grijă să nu se piardă din masa acestora datorită manipulării.
- Se condiţionează filtrul gol, fără suportul său, abia după cântărire acesta fiind aşezat cu penseta în suportul de păstrare - transport şi se acoperă.

Activităţile sus-menţionate se realizează periodic de executantul încercării, astfel încât să existe în permanenţă în laborator minim 15 filtre gata pregătite de utilizare. Filtrele condiţionate se pot păstra în incinta climatică maxim 28 de zile.

Condiţiile pentru condiţionare sunt realizate prin funcţionarea incintei climatice concomitent cu

instalaţia de aer condiţionat din camera de balanţe. Dacă nu sunt respectate domeniile pentru condiţionarea filtrelor, se reia operaţiunea.

Camera de balanţe nu va avea instalaţia de climatizare în funcţiune pe parcursul efectuării cântăririlor şi totodată se va opri şi ventilaţia din incinta climatică.

6.3.3. Pregătirea prelevatorului

Inainte de deplasarea pe teren, se va verifica integritatea prelevatorului. Se va monta pe capul de prelevare tipul de impactor necesar prelevarii dorite (PM10 sau PM 2,5).

6.4. Alegerea amplasamentului de prelevare

Se va respecta cerinţa ca circulaţia aerului în jurul admisiei prelevatorului şi fie liberă, fără obstrucţii ca: arbori, pereţi sau alte suprafeţe verticale etc.

La macroscară, amplasamentul se alege astfel încât să se asigure reprezentativitatea pentru situaţii comun întâlnite (fond) sau extreme (impact a unei anumite surse, sau a unui anumit tip de surse – ex. trafic).

Se va ţine seama de alţi factori, precum: accesibilitatea locului de prelevare, siguranţa şi protecţia contra vandalismului, furtului echipamentului, a condiţiilor meteorologice externe şi asigurarea alimentării cu curent electric a prelevatorului.

6.5. Prelevarea

Prelevarea se realizează conform cu cerinţele SR EN 12341/2008 pentru PM10, respectiv SR EN 14907/2007 pentru PM 2,5.

Executantul prelevării preia de la responsabilul de încercare filtrele goale, condiţionate şi cântărite conform pct. 6.3.2.b. din prezenta procedură, şi asigură transportul în teren a acestora, în suporturile lor, în bune condiţii. Filtrele sunt identificate prin câte un număr.

Filtrele se montează în cilindrul port-filtru cu grijă, fiind manipulate numai cu penseta, aşa încât să nu se impurifice cu mâna sau să nu se piardă din masa filtrului în timpul manipulării. Filtrele se montează cu partea fină în jos, pentru a evita pierderile de masă din filtru pe parcursul prelevării.

După introducerea filtrelor, se conectează prelevatorul la sursa de curent şi se setează pentru prelevare continua conform instrucţiunii IL-03Aspirarea se va face cu un debit de 2,3 m^3 aer/h, timp de 24±1 ore. Timpul de prelevare trebuie înregistrat cu o precizie de ±5 min. La expirarea celor 24 h, filtrul este trecut automat în cel de-al doilea cartuş şi prelevatorul începe să preleveze aer pe următorul filtru. Capacitatea cartuşului este de max.16 filtre.

După aspirarea tuturor filtrelor din cartuş, se procedează după cum urmează:

- Dacă prelevarea nu mai continuă imediat cu un nou set de filtre, cartuşul cu filtrele aspirate se scoate din locaşul său şi se aduce în laborator în vederea condiţionării filtrelor
- Dacă prelevarea va mai continua cu un nou set de filtre, filtrele aspirate se transferă cu grijă, cu partea cu pulberile depuse în sus, în suportul său identificat unic, acelaşi ca la aducerea în teren, şi este apoi transportat în laborator.

Manipularea filtrelor se va face numai cu penseta, cu grijă să nu se deterioreze, aşa încât să nu se piardă din masa filtrului în timpul manipulării.

ATENŢIE! Nu se va atinge cu penseta sau cu mâna zona pe care s-au depus pulberile!

După scoaterea filtrelor, volumele aspirate de prelevator, aferente fiecărei prelevări de probă medie zilnică, sunt descărcate pe un laptop, direct din unitatea FOX, Fişierul cu aceste date este păstrat în laptop în vederea calculării rezultatelor finale.

Prelevarea se înregistrează de executantul prelevării în caietul de prelevare pulberi PM10/PM2,5 din aer, cod CL model anexa 2 la prezenta procedură. ŞL verifică prin sondaj modul de executare a prelevării şi înregistrările efectuate.

6.6. Recepţia probelor în laborator

Executantul prelevării predă filtrele cu pulberile prelevate RÎ de determinare gravimetrică a PM10/PM2,5 din laborator. Dacă se constată pierderi vizibile din masa filtrului sau de pulberi depuse pe filtru, determinarea nu se execută.

RÎ recepţionează şi înregistrează proba PM10/PM2,5 primită în registrul cod RL recepţie probe- şi asigură gestionarea în continuare a filtrelor cu proba PM10/PM2,5 în laborator.

6.7. Executarea determinării gravimetrice

Operaţiile de cântărire sunt efectuate de executantul încercării şi sunt supervizate de RÎ; pot fi executate şi de RÎ.

Executantul efectuează înregistrările cu privire la încercare în caietul de lucru pentru determinare PM10, cod CL-PM10

Verificarea înregistrărilor este efectuată de RÎ. ŞL verifică prin sondaj modul de executare a determinărilor şi înregistrările efectuate.

6.7.1. Mod de lucru

Filtrele cu probă se condiţionează prin păstrare 48 ore în incinta climatic conform pct. 6.3.2.b. de mai sus şi apoi sunt cântărite la balanţa analitică cu o precizie de 0,01mg, conform IL-01 cântărire. Se mai lasă apoi încă 24-72 h la condiţionat şi se cântăresc din nou. Dacă diferenţa dintre cele două cântăriri este mai mare de 60 μg, filtrul nu se ia în considerare.

Masa filtrului cu probă este media celor două cântăriri.

ATENŢIE!

- Se cântăreşte filtrul gol, fără suportul său
- Manipularea cu penseta a filtrelor goale şi cu pulberi în laborator se va face cu multă grijă, acestea fiind prinse cu penseta de margini (zona fără pulberi depuse), evitîndu se ruperea sau deteriorarea filtrului gol sau cu PM10/PM2,5, caz în care proba este compromisă şi nu se mai poate continua determinarea.
- Nu este permisă uscarea filtrelor la etuvă deoarece se pot pierde materii volatile din probă.

6.8. Prezentarea rezultatelor

6.8.1. Calculul şi exprimarea rezultatelor

Formula de calcul a conţinutului de pulberi în suspensie PM10 din aer este:

$$\textbf{Concentraţia de pulberi în suspensie PM 10 sau PM 2,5} = \frac{m_2 - m_1}{V} \times 10^6 \quad (\mu g/m^3)$$

în care:

m_1 = masa filtrului gol, înainte de expunere, în g (media celor 2 cântăriri)

m_2 = masa filtrului cu pulberile PM10, după expunere, în g (media celor 2 cântăriri)

V = reprezintă volumul de aer recoltat, în m^3. Temperatura şi presiunea utilizate la care se exprimă volumul de aer recoltat sunt cele ambientale.

6.8.2. Înregistrarea rezultatelor

Datele intermediare, calculele şi rezultatele vor fi trecute în caietul de laborator de către executant sau RÎ şi verificate de RÎ/ŞL.

Rezultatele sunt transferate din caietul de lucru în:

- Registrul de evidenţă a comenzilor externe şi rezultatelor la încercări, cod RL - 4.4 - 01
- Registrul de evidenţă a rezultatelor pentru clienţi interni, cod RL - 5.4.

Transferul rezultatelor din caietul de lucru în registrele de evidenţă rezultate se face de către RÎ în cazul comenzilor interne, şi de către ŞL/RÎ în cazul comenzilor externe. Verificarea transferului de date se

face de către ŞL.

6.8.3. Raportarea rezultatelor

Pentru clienţii externi, se emit Rapoarte de încercare, cod FL-5.10-06; acestea sunt completate şi semnate de către de RÎ, supervizate de ŞL şi aprobate de directorul DLNR. La cerere, se pot emite rapoarte de încercare şi pentru clienţii interni. Rapoartele de încercare se întocmesc, verifică, aprobă şi gestionează conform PGL-5.10.

6.9. Asigurarea calităţii şi controlul calităţii

În afara măsurilor de asigurarea calităţii prezentate până acum la punctele 6.3-6.7, trebuie aplicate şi următoarele măsuri, dar cu o frecvenţă mai mică:

- Întreţinerea sistemului de prelevare (se face conform instrucţiunilor producătorului şi IL-03 prelevator; orificiile de intrare trebuie unse cel puţin la fiecare a 15-a probă)
- Etalonarea debitului sistemului de prelevare
- Etalonarea balanţei
- Folosirea filtrelor martor de teren

Calitatea rezultatelor este controlată şi asigurată, conform PGL-5.9., prin următoarele metode:

- verificarea stării de etalonare a înainte de fiecare serie de cântăriri, cu o greutate etalon externă – cântărirea greutăţii certificate se înregistrează în caiet cod CL-C. Masa obţinută trebuie să fie în anumite limite, pe baza unei diagrame Shewhart regulate, pentru a se continua cu cântărirea filtrelor. Ca şi criteriu se va utiliza abaterea standard a masei certificate mai mică de ± 2 abateri standard determinate la o serie de minim 10 cântăriri în condiţii de repetabilitate;

- periodic se va determina repetabilitatea determinării, folosind un filtru supus în mod repetat condiţionării şi cântăririi, atât gol, cât şi cu PM10, pe parcursul a câteva zile la rând (min. 10 determinări pentru fiecare). Se calculează media cântăririlor şi abaterea standard a valorilor determinate, care trebuie să fie sub 3 abateri standard ale masei greutăţii certificate de valoare apropiată.

6.10. Validarea metodei de analiza

Validarea metodei de analiză se face conform PGL 5.4-Metode de încercare şi validarea metodei.

6.11. Estimarea incertitudinii de măsurare

Calculul incertitudinii de măsurare se face conform PO-02 „Validarea metodelor şi estimarea incertitudinii de măsurare” şi SR EN 14907/2007.

Estimarea incertitudinii se realizează de RÎ în fişierul Excel Incertitudine. RÎ colectează toate datele necesare în dosarul de estimare incertitudine pe încercare cod. Datele colectate şi formularele de calcul a incertitudinii, verificate şi aprobate de ŞL, se păstrează de către RÎ în dosar, în ordine cronologică.

ŞL completează şi actualizează formularul Centralizator incertitudini obţinute în laborator,

6.12. Activităţi finale

6.12.1. Oprirea echipamentelor, instalaţiilor

După terminarea activităţilor de încercare, echipamentele utilizate se opresc, se curăţă şi se întreţin de către executantul operaţiunii conform indicaţiilor din IL-03 şi Manualul de operare al pompei.

6.12.2. Modul de colectare şi distrugere a resturilor de probă

Filtrele cu pulberi se transmit responsabilului de analiză AAS, în vederea determinărea plumbului şi altor metale grele din aer, sau se aruncă dacă nu sunt utilizate astfel.

7. ÎNREGISTRĂRI

Nr. Crt.	Inregistrare	Suport/Cod	Completeaza/ păstrează	Loc de păstrare/ Durata
1.	Caiet de înregistrare prelevare pulberi PM10	CL-P-PM10	Executant prelevare	Cam.14
2.	Caiet cântărire filtre martor de referinţă	CL-C-FMR	Executant/RÎ	Cam.25
3.	Caiet de lucru PM10	CL-L-PM10	Executant/RÎ	Cam.25
4.	Registru de evidenţă probe PM10	RL-5.8-A	RÎ	Cam.14
5.	Registru de evidenţă comenzi externe şi rezultate	RL-4.4-01	ŞL	Cam.13
6.	Registru de evidenţă rezultate comenzi interne probe PM10	RL-5.4-A	RÎ	Cam.14
7.	Raport de încercări gravimetrice pulberi PM10	FL-5.10-06	RÎ	Cam.13
8.	Dosar rapoarte încercare clienţi externi	DL-5.10-01	ŞL	Cam.13
9.	Dosar rapoarte încercare probe aer - clienţi interni	DL-5.10-A	ŞL	Cam.13
10.	Dosar listing parametri cabinet climatic	DL-CC	RÎ	Cam.25
11.	Dosar estimare incertitudine pe încercare	DL-I-AP- PM10	RÎ	Cam.14
12.	Centralizator incertitudini obţinute în laborator	FL-5.4-05	ŞL	Cam.13
13.	Fişier Excel cu Diagrama de control	DC_AP_PM10	RÎ	Cam.14
14.	Formular pentru diagrame de control	FL-DC	RÎ	Cam.14
15.	Dosar cu diagrame de control încercare	DL-DC-A-PM10	RÎ	Cam.14

8. RESPONSABILITĂŢI

8.1. Şeful de laborator

- înregistrează comanda, codifică proba de PM10 şi repartizează solicitarea de la clienţi externi responsabilului cu măsurările
- verifică prin sondaj modul de execuţie a prelevării/încercării şi de validare a rezultatelor şi înregistrările efectuate;
- transferă rezultatele/verifică rezultatele transferate de RÎ în registrele de rezultate;
- verifică rezultatele activităţilor de control şi asigurare a calităţii rezultatelor şi stabileşte acţiuni preventive/corective, împreună cu RÎ şi RC;
- verifică rapoartele de încercare;
- stabileşte elementele de incertitudine, în colaborare cu RÎ şi modul de determinare a acestora
- verifică calculul incertitudinii şi aprobă formularul de evaluare a incertitudinilor de măsurare.

8.2. Responsabilul de încercare

- predă şi preia la/de la executantul prelevării filtrul gol/filtrul cu PM10, efectuează recepţia şi înregistrarea probei, cu înregistrare în registrul de recepţie cod
- supervizează/execută încercarea şi controlul calităţii;

- gestionează caietul de lucru cod
- verifică înregistrările şi validează rezultatele încercării în caietul
- efectuează transferul rezultatelor în registrul de evidenţă rezultate cod
- poate face transferul rezultatelor în registrele de evidenţă comenzi externe şi rezultate cod
- elaborează şi semnează raportul de încercare;
- păstrează înregistrările privind condiţiile de temperatură din incinta climatică;
- urmăreşte punerea în practică de acţiuni preventive/corective stabilite;
- construieşte şi completează diagramele de control Shewhart;
- colectează datele necesare, efectuează calculul incertitudinii şi păstrează înregistrările în dosarul de estimare incertitudini PM10.

8.3. Executantul încercării
- execută încercarea şi efectuează înregistrările aferente în caietele de lucru
- execută cântăririle pentru controlul calităţii şi efectuează înregistrările aferente în caietul de cântăriri, cod
- verifică funcţionarea echipamentelor utilizate şi anunţă RÎ/ŞL de eventualele nereguli constatate;
- monitorizează condiţiile de temperatură din incinta climatică;
- efectuează curăţarea şi uscarea periodică a suporturilor de transport/păstrare filtre;
- pune în aplicare, în termenele stabilite, acţiunile preventive/corective dispuse de RTL.

8.4. Executantul prelevării
- execută prelevarea probei şi înregistrarea activităţii în caietul cod
- preia şi predă RÎ filtrul gol/filtrul cu PM10/PM2.5, sub semnătură în RL

8.5. Responsabil calitate
- Difuzează prezenta procedură
- Gestionează originalul procedurilor
- Asigură respectarea prevederilor procedurii din punct de vedere al sistemului de management implementat.

8.6. Responsabil metrologie
- Menţine legătura cu firma care asigură verificarea metrologica a aparatelor

9. ANEXE

ANEXA 1 - Model „Caiet de cântărire filtre martor de referinţă”, cod CL-C-FMR
ANEXA 2 - Model „Caiet de prelevare pulberi PM10/PM2.5”, cod CL-P-PM10
ANEXA 3 - Model „Caiet de lucru PM10/PM2.5”, cod CL-L-PM10.

ANEXA 1

MODEL CAIET DE CÂNTĂRIRE FILTRE DE REFERINŢĂ
Cod CL-C-FMR, ediţia 1, revizia 0

Nr. crt.	Data cântăririi	F_1 actual	F_1 precedent	ΔF_1	F_2 actual	F_2 precedent	ΔF_2	$\overline{F} = \frac{F_{1actual} + F_{2actual}}{2}$	Măsura luată

ANEXA 2

MODEL CAIET DE ÎNREGISTRARE PRELEVARE
PROBE PULBERI ÎN SUSPENSIE PM10
Cod CL-P-PM10-X, ediția 1, revizia 0

Nr. crt.	Identif. filtru	Identif. port-filtru	Data primire filtru gol	Loc prelev/	Începere recoltare		Terminare recoltare		Volum aer aspirat (mc)	Obs. (cond mediu, stare echip. etc.)	Anexe (nr. id. anexe)	Executant prelev.	Verificat
					Data	Ora	Data	Ora					
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13

Anexele sunt fişierele Excell cu datele de prelevare descărcate din pompă în laptop.

ANEXA 3

MODEL
CAIET DE LABORATOR ÎNCERCARE PM10
cod CL-L-PM10, ediția 1, revizia 0

Nr. crt.	Tip determinare	Identificare filtru	Data primire in laborator filtru expus	filtru neexpus					
				data si ora incepere conditionare	m_1 (dupa 48 h)	m_2 (dupa 48+24 h)	m_2-m_1		M_0= (m_2+m_1) /2
							Valoare m_2-m_1	Diagnostic (admis/respins)	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

filtru expus						Volum prelevat	Masa M1-M0	Concentratie	Efectuat	Verificat
data si ora incepere conditionare	m_3 (dupa 48 h)	m_4 (dupa 48+24 h)	m_4-m_3		M_1= (m_3+m_4) /2					
			Valoare m_4-m_3	Diagnostic (admis/respins)						
11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21

ANPM Bucureşti DLNR Laboratorul Naţional de Referinţă Aer	INSTRUCŢIUNE DE LUCRU LA BALANŢA ANALITICĂ ELECTRONICĂ METTLER TOLEDO AX 205 cod IL-01	Ediţia 1/2008 Revizia 0/2008 Pagina 1/2 Exemplar nr.

1.Scop şi domeniu de aplicare

Balanţa este destinată determinării masei pulberilor colectate pe filtre.

2. Terminologie si abrevieri

1. Balanţa se utilizează în camera în care a fost instalată de către reprezentaţii firmei.

2. Introduceţi adaptorul AC în mufa din spatele unităţii de control şi în sursa de curent. Adaptorul AC este potrivit pentru următoarele voltaje: 100- 250 VAC, -10/+15%, 50+60 Hz

3. Se mută comutatorul din partea stângă a AC-ului pe poziţia 1.

4. Pentru cântărire deschideţi alternativ cele două uşi situate pe panoul din faţă al cabinei de climatizare (uşa din stânga pentru terminalul de operare şi uşa din dreapta pentru introducerea obiectelor care vor fi cântărite).

5. Porniţi balanţa din terminalul de operare "Touch Screen" al balanţei apăsând scurt tasta << **On / Off** >> din zona închisă la culoare.

6. Aşteptaţi apariţia ecranului iniţial împărţit în trei zone prin două linii orizontale care afisează : aplicatia curentă şi setările utilizatorului (stânga sus) data si ora (dreapta sus) , 0.0000 g (zona de mijloc) indicator Adjust int (stînga jos) Indicator t/10d.(mijloc jos) Indicator Text extern (dreapta jos). În zona de mijloc există un cerc punctat ce indică detectorul de sensibilitate.

7. Se deschide incinta de sticlă a balanţei utilizând tasta " ↕**"** de pe terminal din partea stângă a acestuia situată în zona închisă la culoare.

8. Se introduce pe platanul balanţei obiectul cu greutatea necunoscută.

9. Se închide uşa balanţei utilizând tasta " ↕**"** de pe terminal din partea stângă a acestuia situată în zona închisă la culoare.

10. Aşteptaţi stabilizarea afişajului de pe ecranul terminalului (inelul mic din stânga indicaţiei de cântărire, din zona de mijloc dispare).

11. Citiţi greutatea afişată.

12. Deschideţi incinta de sticlă tastând " ↕**"** din zona închisă la culoare**,** scoateţi obiectul de cântărit cu penseta şi tastaţi din nou " ↕**"** pentru închiderea incintei de sticlă**.**

13. Opriţi balanţa apăsând îndelung tasta << **On / Off** >> din zona închisă la culoare până la apariţia pe ecran a indicaţiei "**Off ".**

14. Închideţi comutatorul de pe AC din stânga (poziţia O).

Testul de verificare cu greutate cunoscută

.

1. Se deschide incinta de sticlă a balanţei utilizând tasta **" ↕"** de pe terminal din partea stângă a acestuia situată în zona închisă la culoare.

2. Introduceţi cu ajutorul pensetei greutatea de 100 mg din dotarea balanţei pe platanul acesteia şi închideţi uşa utilizând tasta **" ↕"** de pe terminal din partea stângă a acestuia situată în zona închisă la culoare.

3. Aşteptaţi stabilizarea afişajului de pe ecranul terminalului (inelul mic din stânga indicaţiei de cântărire , din zona de mijloc dispare).

4. Citiţi indicaţia 0.100 g verificând astfel exactitatea greutăţii obiectului introdus şi a acurateţei balanţei.

5. Deschideţi incinta de sticlă tastând " **↕"** din zona închisă la culoare**,** scoateţi greutatea de verificare cu ajutorul pensetei şi o introduceţi în cutia de protecţie.

Avertizări speciale

1. Balanţa poate fi utilizată numai în camere închise.

2. Folosiţi numai adaptorul AC livrat împreună cu balanţa şi verificaţi dacă voltajul înscris pe el este acelaşi cu al sursei de alimentare.

3. Aşezaţi cablurile astfel încât să nu poată fi distruse sau să împiedice în timpul activităţii curente.

4. Aveţi grijă ca adaptarul AC să nu vină în contact cu lichide.

5. Nu este permisă utilizarea balanţei în medii nefavorabile

6. Acordaţi atenţie condiţiilor de mediu şi evitaţi lumina directă a soarelui, curenţii de aer şi fluctuaţiile excesive de temperatură.

7. Aveţi grijă când lucraţi cu substanţe toxice sau radioactive. Datorită funcţionării automate a uşilor balanţei ,acestea se pot închide brusc în timpul încărcării balanţei.
   In acest caz întrerupeţi funcţionarea automată a uşilor şi cei doi senzori "SmartSens"

8. Nu folosiţi obiecte cu vârf ascuţit pentru tastatură.

9. Nu ridicaţi balanţa folosindu-vă de incinta de sticlă

10. Se verifică periodic orizontalitatea balantţi observând cu vizorul cu bulă iar în caz de abateri se corectează.

1.Scop si domeniu de aplicare

Incinta este destinata asigurarii unor conditii constante de temperatura si umiditate pentru conditionarea filtrelor.

2. Terminologie si abrevieri

1. Se conectează modulul de alimentare la incinta de climatizare utilizând prizele din spatele incintei.
2. Se conectează conectorul cu sticla de preaplin la incintă.
3. Se umple sticla cu 4-5 litri de apă distilată.
4. Se plasează opritorul şi se conectează furtunul de evacuare al incintei (cel cu valvă neagră şi albă) la suportul furtunului nr.2
5. Se conectează furtunele pompei de alimentare la suporturile furtunelor nr.1 şi nr.3
6. Se conecteză modulul de alimentare la 220V şi se răsuceşte cheia comutatorului de siguranță (POZIȚIA ON).
7. Se pompează apă distilată în duza plasată în interiorul incintei apasând continuu cheia PUMP+ENTER de pe display-ul cabinei. Pompa va funcționa timp de 5 secunde.
8. Se repetă instrucțiunea 7 până când apa este prezentă în furtunul de silicon nr.2
9. Se urmăresc cu atenție mesajele afişate pe display-ul şi indicatoarele luminoase de pe partea frontală, superioară a incintei .
10. La mesajul incinta este activă.

AQUARIA **INIZIALIZZAZIONE**

11. După câteva secunde va apărea mesajul

***AQUARIA* ->hh.mm<-** **Tm: ^{0}C URm: %** **Te : αα ^{0}C URe: ββ%** **Tcf: xx Tur:yy Tri: ww**

Indicatorul luminos plasat în stânga display-ului este **<u>roşu.</u>**

12. La atingerea valorilor Te= 20 ^{0}C şi URe =50% indicativul luminos devine **verde.** Este posibil ca în perioada de stabilizare a acestor valori display-ul să prezinte variații care vor fi urmărite permanent .
13. Se urmăreşte ca indicatorul luminos să fie **<u>verde</u>** timp de 3 minute şi pe display vor aparea valorile Tm şi URm.
14. La atingerea parametrilor de lucru se aude **<u>semnalul sonor de avertizare</u>.**
    Din acest moment se poate lucra în două moduri diferite acționând conform intrucțiunilor de la pct.14.1 şi 14.2

14.1. Nu trebuie efectuată cântărirea filtrelor

Se apasă cheia **MUTE +ENTER** pentru dezactivarea alarmei de pe display-ul cabinei.

Se urmăreşte ca incinta să se mențină în condițiile de climatizare atinse până când operatorul va dori să cântărească.

La fiecare 15 minute , mediile Tm şi Um vor fi tipărite .

14.2. Trebuie efectuată cântărirea filtrelor

Se apasă cheia **MUTE+ENTER** pentru dezactivarea alarmei de pe display-ul cabinei.

Se apasă cheia **BALANCE +ENTER**

Pe display-ul incintei va apărea următorul mesaj:

15. Se închide incinta de climatizare prin întoarcerea comutatorului de siguranță situat pe modulul de alimentare în poziția **OFF**

Avertizări speciale

Nu conectați modulul de alimentare la 220V înainte de conectarea modulului cu incinta.

Furtunele (furtunele de exhaustare şi furtunele de evacuare) nu trebuie să aibă nici o îndoitură.

Meniul display-ului este disponibil numai când valorile Tm şi URm nu sunt afişate.

După confirmarea umidității relative prin cheia ENTER nici o cheie nu va mai fi aprinsă.

Meniul nu poate fi schimbat decât de producător.

Nu folosiți obiecte ascuțite pentru setarea parametrilor

1. Scop şi domeniu de aplicare

Scopul sistemului este colectarea materiilor sub formaăde pulberi în suspensie din aerul înconjurător pentru determinarea concentraţiei exprimată în procente de masă a fracţiilor PM10 sau PM2,5 într-un volum de aer dat.

Sistemul se utilizează pentru monitorizarea şi evaluarea calităţii aerului înconjurător în mediu urban sau rural în puncte fixe pentru toate aglomerările şi toate zonele în care este depăşit pragul superior de evaluare.

2. Terminologie şi abrevieri

2.1. Terminologie

2.1.1. aer înconjurător – aerul troposferic, exclusiv cel din locurile de muncă

2.1.2. pulberi în suspensie (SPM)) – noţiune reprezentând totalitatea particulelor înconjurate de aer dintr-un volum de aer dat lipsit de perturbatii

2.1.3. prelevator LVS– dispozitiv pentru prelevarea pulberilor în suspensie la volumul de 2,3 m^3/ h

2.1.4. măsurători în puncte fixe- măsurătorile efectuate în conformitate cu prevederile cuprinse în cap.III secţiunea 1 din Ordinul 592/2002

2.1.5. PM10 – pulberi în suspensie cu diametrul aerodinamic de 10 μm, care trec printr-un orificiu de selectare după dimensiune, cu randament de separare de 50%

2.1.6. PM 2,5 – pulberi în suspensie cu diametrul aerodinamic de 2,5 μm, care trec printr-un orificiu de selectare după dimensiune, cu un randament de separare de 50%

2.2. Abrevieri

2.2.1. PM - materii sub formă de pulberi

2.2.2. PTS – pulberi totale în suspensie

3. Documente de referinţă

a. Legea nr.655 /2001 -pentru aprobarea Ordonanţei de urgenţă nr. 243/ 2000 privind protecţia atmosferei

b. Ordinul nr. 592/2002 -pentru aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limită , a valorilor de prag şi a criteriilor şi metodelor de evaluare a dioxidului de sulf , dioxidului de azot şi oxizilor de azot , pulberilor în suspensie (PM2,5 si PM10),plumbului ,benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător

c. SR EN 12341 –Calitatea aerului – Determinarea fracţiei PM10 de materii sub formaăde pulberi în suspensie. Metoda de referinţă şi proceduri de încercare in situ pentru demonstrarea echivalenţei la metoda de referinţă

d. pr EN 14907 –Ambient air quality – Standard gravimetric measurement method for the determination of the PM2,5 mass fraction of suspended particulate matter

e. ORION –TCR TECORA -Instruction Manual –Air guard PM automatic

f. UniTec –FOX Control Unit for Dust Monitoring

4. Mod de lucru

Sistemul este compus din:

1.Prelevator PM10 (PM2,5) tip LVS

2. Modulul secvenţial SENTINEL PM

3 Pompa Fox

4. Laptop pentru descărcarea şi stocarea datelor

Asamblarea celor trei componente se realizează în conformitate cu prevederile de la pct.3. e.si f.

Prelevarea pulberilor se face pe filtre de cuarţ care se montează în casete speciale în dispozitivul pentru filtre din stânga al modulului secvenţial SENTINEL PM.

Se deschide pompa Fox din butonul din spate de lângă ventilator- poziţia SWITCH ON

Setarea pentru operarea curentă se face folosind aplicaţia software realizată pentru administrarea pompei Fox, operatorul utilizând tasatatura acesteia.

Programarea şi paşii următori care vor fi vizualizaţi pe display-ul de pe partea superioară a pompei şi vor conţine indicaţii privind modul de operare, momentul iniţial şi final al recoltării probelor

Semnificaţia tastelor principale

A- navigare ascendentă

B- navigare descendentă

E- enter

C- cancel

1.Se apasă tasta B→ PROG → tasta E

2. Se alege opţiunea

a. MODE 1 (pentru mai mult de o probă)

b. MODE 2 (pentru operare în flux continuu).

3. Când este afişat MODE 1 →E→CAMP 1→E

4. In acest moment softul verifică dacă este conectat modulul SENTINEL PM, apoi va apărea timp de o secundă START care se va schimba imediat in HRS _(este ora de începere a recoltării pe filtere – se recomandă să fie ora 00^{05} pentru a se raporta la o zi care începe la ora 00^{00}) unde se tastează ora de începere a racoltării din două cifre→E

5. Se tastează succesiv :

a. MIN_ _ minutul de începere a recoltării (două cifre) →E

b. DAY_ _ ziua de începere a recoltării (două cifre) →E

c. Y20_ _ anul de începere a recoltării (două cifre) → E

6. Pe display va apărea NHC_ _ (perioada cît va sta fiecare filtru in dispozitivul de aspiraţie, în cazul nostru 24 ore).

7. Pe display va apărea timp de o secundă STOP

8 Se tastează succesiv

a. HRS_ _ ora de terminare a recoltării (două cifre) → E

b. MIN_ _ minutul de terminare a recoltării (două cifre) → E

c. DAY_ _ ziua de terminare a recoltării (două cifre) →E

d. Y20_ _ anul de terminare a racoltării (două cifre) → E

Momentul final al recoltării va fi o oră, minut şi zi mai îndepărtate ţinînd cont de numărul de filtre utilizate (ex.dacă folosim 7 filtre = 7 zile _ vom tasta ziua de terminare peste 8 zile)

9. Acesta succesiune se va finaliza ca si celălalt cu un mesaj de confirmare OK?

Se tastează C pentru oprirea procesului sau E pentru continuarea lui in configuraţia aleasă

10. Softul verifică coerenţa datelor de intrare şi dacă există erori se revine la cheia START sau aşteaptă momentul iniţial specificat in configuraţia aleasă.

Pe display va apărea simbolul clepsidrei urmat de ora curentă (ore : minute)

11. In momentul stabilit pentru pornire display-ul pompei va indica succesiv :

BUSY → RUN → LM 38,3

12 In momentul stability pentru final display-ul va indica succesiv: BUSY→

5.Intreţinere .Service

Demontarea capului de prelevare trebuie să se efectueze pe poziţia INCHIS si fără casetele cu fitre în poziţia de prelevare.

Se va utiliza pentru curăţire alcool etilic pentru părţile metalice, iar pentru cele din material plastic apa distilată şi/sau fără detergent rezidual.

a.Intreţinerea săptamânală se face pentru :

1.Sticla de colectare a apei

Săptămânal (sau mai des in cazul unor ploi abundente) deşurubaţi sticla de colectare pentru ploaie goală şi curată în interior.

Inainte de a înşuruba rezervorul din nou , verificaţi starea garniturii.

2.Imactorul PM2,5 (opţional)

In cazul în care se utilizează impactorul PM2,5 , după o săptămână de prelevare , este necesar să se demonteze şi să se curete părţile interioare.

După aceasta, se înlocuieşte filtrul de sticla borosilicată cu diametru 37 mm , se umple din nou impactorul cu 1 ml de ulei verificând dacă filtrul este acoperit complet.

Inainte de a asambla din nou imactorul, se verifică poziţia inerioară corectă a o-ringului şi se aplică o mică cantitate de vaselină siliconică pe filete si pe o-ringuri.

b. Intreţinerea lunară

Se montează complet capul de prelevare.

Se marchează fiecare punct de asamblare al intrarii prelevatorului cu un stilou sau creion pentru a se asigura " multe marcaje" in timpul reasamblarii.

Observatie: Daca asamblarea suruburilor este f rigida , aplicarea unui ulei penetrant sau a unui lufrifiant commercial va face demontarea mai usoara.

Se demonteaza si se curata partile interioare, acordându-se atenţie îndepărtării particulelor de praf în duza impactorului PM10 , şi capul omnidirecţional.

Se schimbă toate O-ringurile.

Utilizând o perie sau o cârpa moale şi tampone de vata, se vor freca uşor toate suprafeţele interioare şi defectele ecranului cu apă distilată şi/sau detergent cu spectru general sau se va aplica un curent de aer comprimat.

Se va aplica un strat subţire de vaselină pentru vacuum sau se va înlocui O-ringul dacă este necesar.

Se usucă complet toate componentele.

c. Intreţinerea anuală

Anual, în timpul verificării lunare a capului de prelevare se continuă cu substituirea întregului cap de prelevare şi a garniturilor impactorului PM2,5.

Demontarea capului de prelevare

Următoarele activităţi descriu frecvenţa si operarea întreţinerii standard a intrării prelevatorului necesară bunei funcţionări a acesteia.

Intreaga operaţie de curăţire trebuie să se defăşoare cu instrumentul închis (pompa trebuie opritäsau în pauză) şi dacă este posibil fără filtre în poziţia de prelevare.

Pentru demontarea capului de prelevare se vor urma aceste instrucţiuni:

1. Răsuciţi piuliţa
2. Deschideţi prima

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115

DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.7. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU
ANALIZA PLUMBULUI PRIN AAS
大気中の鉛測定標準作業手順書(SOP)

目次

1. 目的
2. 適用範囲
3. 参考文献及び関係文書
4. 定義及び略称
5. 分析工程フロー
6. 分析作業
   6.1. 必需品（使用器具、使用試薬、機器及び消耗品）
   6.2. 試料採取
   6.3. 分析ラボラトリーにおける試料の受け入れ
   6.4. 試料の前処理
   6.5. 機器の準備
   6.6. 分析の実施
      A.標準溶液作成及び検量線作成
      B.分析の実施
   6.7. 計算結果の記録
   6.8. 検査および試験報告の作成
   6.9. 試験報告の送付と保存
   6.10. 分析方法のバリデーション
   6.11. 不確かさの見積もり
   6.12. 適正な測定の確保手段
   6.13. 廃棄物管理
   6.14. 作業保護
7. 記録関連
8. 責任者関連事項

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.7. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU ANALIZA PLUMBULUI PRIN AAS

Lead Measurement

COD: PSL -5.4 -01-01

EDITIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:08.10.2008

APROBAT:
Director DLNR Crina Hoțoiu
Data:

ELABORAT:
Responsabil determinare Cristian Căpitănescu
Data:

VERIFICAT:
Şef laborator Iuliana Neacşu
Data: 2008

DATA APROBARII/APLICĂRII:

Notă: Documentul de față este proprietatea Serviciului laborator aer aparținând ANPM .Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul laboratorului. Copiile sunt numerotate şi controlate.

Cod FL – 4.3-01
Editia 1/data: 08.10.2008
Revizia 0/data:08.10.2008

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL –5.4 – 01-01 în ediția 1 revizia 0	Consilier superior Ing. Luminița Popescu	Şef laborator Ing. Iuliana Neacşu	Director DLNR Chim. Crina Hoțoiu

Cod: FL 4.3-03
Editia 1/data:08.10.2008
Revizia 0/data:08.10.2008

CUPRINS

1. **Scop**
2. **Domeniu de aplicare**
3. **Documente de referință şi conexe**
4. **Definiții şi abrevieri**
5. **Diagrama de flux a procesului**
6. **Descrierea activității**
7. **Înregistrări**
8. **Responsabilități**

1. SCOP

Prezenta procedură documenteaza activitatea de analiza plumbului în fracția PM10 din materii sub formă de pulberi în suspensie, în scopul evaluării calității aerului, prin spectrometria de absorbție atomică cu cuptor de grafit, precum şi responsabilitățile personalului implicat în aceste determinări.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Prezenta procedură se aplică pentru determinarea plumbului din aer în intervalul 0,001 şi 4 $\mu g/m^3$. Determinarea plumbului din materiile sub formă de pulberi în suspensie se face folosind filtrele încărcate cu fracția PM10 de pulberi în suspensie, după ce cantitatea de pulberi prelevată a fost determinată gravimetric, în conformitate cu procedura de determinare a PM 10.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ ŞI CONEXE

3.1. DOCUMENTE DE REFERINTA

3.1.1. SR EN 14902:2007 - Calitatea aerului – Metoda standard pentru măsurarea Pb, Cd, As, şi Ni în fracția PM10 a particulelor sub formă de suspensie;

3.1.2. SR EN 12341/2002 – Determinarea fracției PM10 de materii sub formă de pulberi în suspensie. Metoda de referință şi proceduri de încercare în situ pentru demonstrarea echivalenței la metoda de măsurare de referință

3.1.3. SR ISO 5667-1 - Ghid general pentru stabilirea programelor de prelevare

3.1.4. Ordinul nr. 592/2002 pentru aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limită , a valorilor de prag şi a criteriilor si metodelor de evaluare a dioxidului de sulf , dioxidului de azot şi oxizilor de azot, pulberilor în suspensie (PM2,5 si PM10), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător

3.1.5.Ghid ILAC

3.2. DOCUMENTE CONEXE

3.2.1. SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări
3.2.2. Manualul Calității
3.2.3. Metoda aparatului AAS Solaar pentru determinarea Pb
3.2.4. IL-5.4-01-1 Instrucțiuni de lucru specifice pentru mineralizare.
3.2.5. IL-5.4-01-2 Instrucțiuni de lucru specifice pentru analiza Pb prin AAS
3.2.6. PO incertitudine

4. DEFINIȚII ŞI ABREVIERI

4.1. Definiții

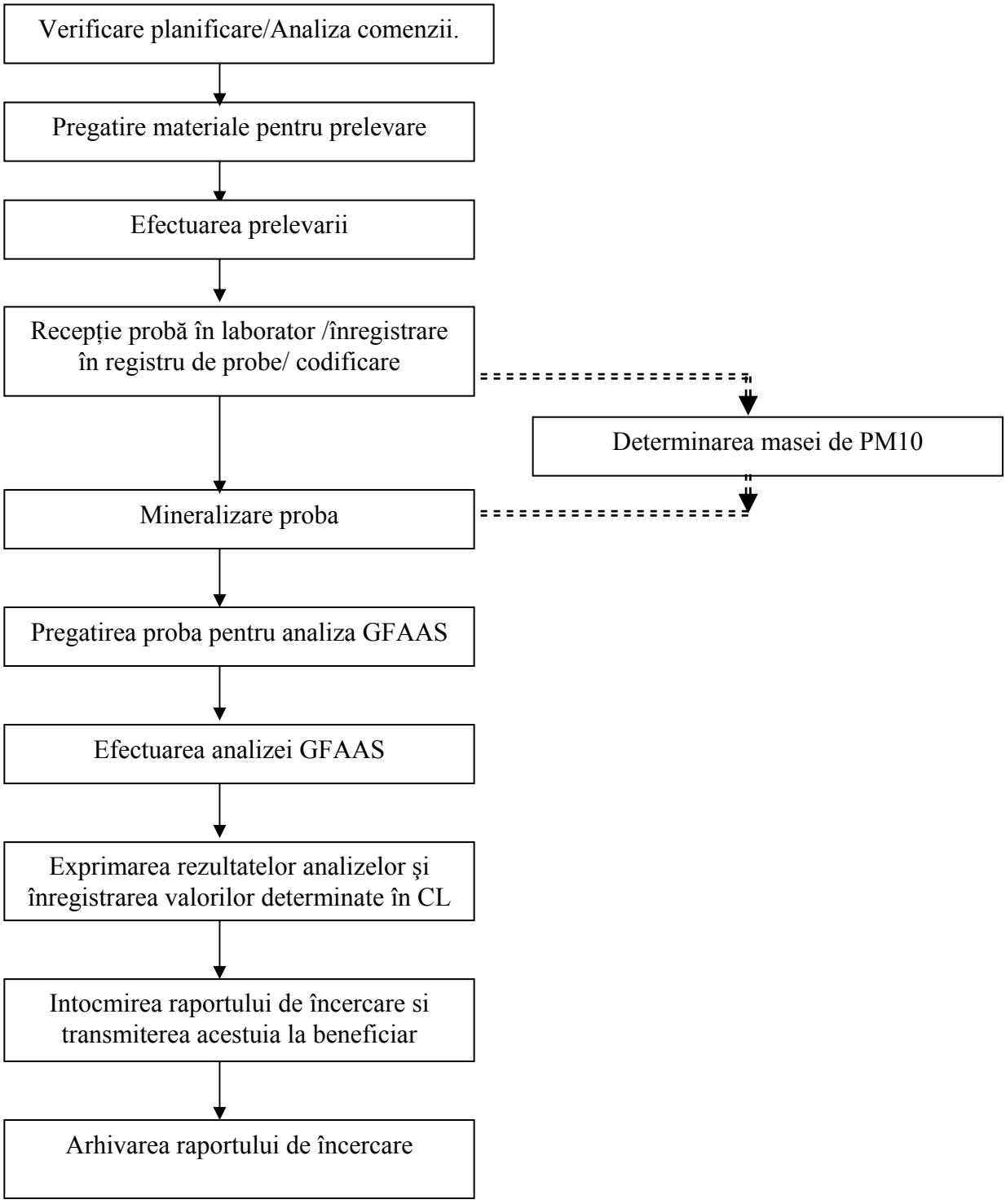
4.1.1. Aer înconjurător – aerul troposferic, exclusiv cel din locurile de muncă
4.1.2. Pulberi în suspensie (PM) – notiune reprezentând totalitatea particulelor de aer într-un
4.1.3. Prelevator LVS – dispozitiv pentru prelevarea pulberilor în suspensie care trec printr-un volum de analit care este detectată de un instrument, stabilită prin măsurări repetate ale probei martor de reactivi
4.1.4. PM10 – pulberi în suspensie cu diametrul aerodinamic de 10 μm, care trec printr-un orificiu de selectare după dimensiune; specificație țintă pentru prelevarea particulelor toracice [EN 12341:2002]
4.1.5. Analiză
toate operațiile efectuate după prepararea probei pentru a determina cantitatea sau concentrația metalelor sau metaloizilor de interes din probă.
4.1.6. Soluție martor
soluție preparată dintr-un filtru martor din laborator sau un filtru martor transportat în teren, aplicând aceleaşi procese de dizolvare ca la probă
O soluție martor obținută dintr-un filtru din laborator sau o soluție martor obținută dintr-un filtru transportat în teren pot constitui subiectul mai multor operații, de exemplu de diluție şi/sau adiție de etalon (etaloane) intern (interne), dacă astfel de operații se aplică şi soluțiilor de probă, pentru a obține soluții de încercare gata pentru analiză.
4.1.7. Soluție martor de etalonare
soluția etalon preparată fără adăugare de soluție etalon concentrată sau soluție etalon de lucru pentru care concentrația analitului de interes se consideră a fi zero
4.1.8. Soluție de etalonare
Soluție folosită pentru etalonarea instrumentului analitic, conținând analitul de interes având o anumită concentrație potrivită, preparată prin diluarea soluției etalon concentrată sau soluției etalon de lucru.
Tehnica constituirii matricei este obişnuită atunci când se prepară soluțiile de etalonare.
4.1.9. Material de referință certificat
Material de referință, ale cărui una sau mai multe valori ale proprietăților sunt certificate printr-o procedură tehnică valabilă, este însoțit de un certificat care poate fi trasabil
4.1.10. Filtru martor din teren
Filtru pregătit după aceeaşi procedură ca şi cel de probă, dar prin care nu trece aer. Acesta este transportat la locul de prelevare, este montat în unitatea de prelevare, demontat, adus în laborator şi lucrat în acelaşi mod ca proba.
4.1.11. Realizare de matrice
Tehnică folosită pentru a minimiza efectele interferențelor de matrice asupra rezultatului analitic, care implică prepararea soluțiilor de etalonare în care concentrațiile acizilor sau ale altor constituenți majori sunt asigurate la fel cu cele din soluțiile de probă.
4.1.12. Prelevator pentru PM10
Instrument de prelevare ale cărui performanțe au fost demonstrate ca fiind echivalente cu cele ale unui prelevator de referință pentru PM10
4.1.13. Soluție pentru controlul calității

Soluție care este analizată împreună cu soluția de probă pentru a furniza informații asupra repetabilității metodei analitice, şi al cărei rezultat este reprezentat grafic printr-o diagramă de control, pentru a verifica dacă o metodă este aplicată satisfăcător.

4.1.14. Soluție martor de reactivi
Soluție care conține toți reactivii utilizați în timpul analizei probei, dar fără probă şi matricea filtrului
4.1.15. Soluție de probă
Soluție preparată dintr-o probă prin dizolvarea acesteia. O soluție de probă poate să fie subiectul operațiilor ulterioare, de exemplu, diluția şi/sau adiția unui etalon intern, pentru a produce o soluție de încercat gata pentru analiză.
4.1.16. Metodă de prelevare
toți pașii procedurii de măsurare care descriu procesele de colectare a probei de aer
4.1.17. Preparare probă
Transformarea probei într-o stare măsurabilă, acolo unde este necesar
4.1.18. Dezagregare probă
Proces de obținere a unei soluții conținând analiții de interes dintr-o probă; acesta poate implica dizolvarea completă a probei.
4.1.19. Soluție etalon concentrată
soluție utilizată pentru prepararea soluțiilor de etalonare, conținând unul sau mai mulți din analiții de interes la o concentrație trasabilă la etaloane naționale sau internaționale.
4.1.20. Soluție etalon de lucru
Soluție preparată prin dizolvarea soluției etalon concentrate, care conține analiții de interes la o concentrație adecvată preparării soluțiilor de etalonare
4.1.21. Particule în suspensie
Toate particulele înconjurate de aer într-un volum de aer dat, nemodificat (EN 12341/1998)
4.1.22. Soluție de încercat
Soluția martor sau soluția de probă care a fost supusă tuturor operațiilor cerute pentru a trece într-o stare în care este gata pentru analiză, de exemplu dizolvarea şi/sau adiția unui etalon intern; dacă nu este supusă unor alte operații înainte de analiză, atunci soluția martor de încercat este identică cu soluția martor; acest lucru este valabil şi pentru soluția probei de încercat şi soluțiile de probă
4.1.23. Valoare limită
nivel stabilit pe baza cunoştințelor ştiințifice, în scopul evitării, prevenirii sau reducerii efectelor dăunătoare asupra sănătății omului sau mediului, care se atinge într-o perioadă dată şi care nu trebuie depăşit după ce a fost atins.

4.2. Prescurtări
AAS spectrometrie de absorbție atomică
MRC material de referință certificat
GFAAS spectrometrie de absorbție atomică cu cuptor de grafit
PP polipropilenă
PTFE politetrafluoretilenă
CL caiet de lucru
RA registru analize
IL instrucțiune de lucru
SD deviația standard
RSD deviația standard relativă
RI raport de încercare
R^2 coeficient de absorbție

5. DIAGRAMA DE FLUX A PROCESULUI DE ANALIZA



6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

Plumbul din fractia PM10 este retinut pe filtre prin aspiratie. Filtrele sunt mineralizate cu amestecuri pe baza de acid azotic si apa regala iar plumbul este trecut cantitativ in forme solubile. Amestecurile rezultate din mineralizare sunt aduse la volume cotate si analizate prin absorbtie atomica, tehnica cu cuptor de grafit.

6.1. Resurse necesare

În vederea bunei desfăşurări a activităţii, la sfârşitul fiecarui an responsabilul de analiză întocmeşte necesarul de consumabile necesare desfăşurării analizei (reactivi, filtre, sticlărie, butelii, MRC, butelii cu gaze, materiale diverse) şi îl transmite şefului de laborator în vederea întocmirii referatelor de necesitate şi bugetului pentru anul care va urma.

Necesarul de piese de schimb este cuprins în contractul de mentenanță încheiat pentru fiecare echipament şi este exclusiv în sarcina firmei prestatoare de servicii.

6.1.1. Reactivi

Apă, ultrapură, distilată sau deionizată

Se recomandă ca apa utilizată să fie obținută printr-un sistem de purificare care furnizează apă ultrapură cu o rezistivitate de 0,18 MΩ·m sau mai mare, la 25 ^{o}C.

Acid azotic (HNO_3), concentrat, ρ aproximativ 1,42 g/ml, fracția de masă aproximativ 70%**,** grad de puritate înalt (concentrație stabilită de către producător sau de către furnizor <0,005 mg/l pentru As, Cd, Ni şi Pb).

Acid azotic pentru spălări concentrație **10% v/v**: într-un balon cotat de 1000mL se pun 800 mL apă ultrapură peste care se adaugă 100mL HNO3 ultrapur.Se omogenizează aducându-se la semn cu apă

Peroxid de hidrogen (H_2O_2) fracția de masă aproximativ 30%**,** grad de puritate înalt (concentrație stabilită de către producător sau de către furnizor <0,005 mg/l pentru As, Cd, Ni şi Pb).

Soluția etalon concentrată, un singur element (Pb, sol standard 1000mg/l, pentru AA, in HNO3 0.5M) . Se folosesc soluții etalon comerciale cu concentrații certificate, trasabile la etaloane naționale sau internaționale. Se respectă data expirării indicată de producător sau perioada de valabilitate.

Soluția etalon de lucru, se prepară o soluție etalon de lucru (200µg/L) conținând analiții de interes în concentrații adecvate preparării soluțiilor de etalonare, prin diluarea corespunzatoare a soluției etalon concentrata

Solutia de diluție: HNO3 0.5M. Se prepara astfel: se iau 88ml HNO3 concentrat si se aduc la semn cu apă, intr-un balon cotat de 1000ml

Modificator de matrice, $Pd(NO_3)_2$ pentru cuptor de grafit AAS (15%HNO3)

Argon de puritate 5.0 (99.999%)

Material de referință certificat (MRC), cu o matrice a probei care este cât mai reprezentativă posibil pentru particulele în suspensie PM10 din aerul înconjurător; se folosesc ca MRC: BCR 038 sau BCR 1648

6.1.2. Materiale

Filtre din fibră de cuarț, cu un diametru adecvat pentru folosire cu prelevatoare cu o eficiență de separare de cel puțin 99,5 % la un diametru aerodinamic de 0,3 µm. Fiecare lot nou de filtre trebuie încercate pentru a confirma că variabilitatea filtrului martor este suficient de scăzută astfel încât să fie îndeplinite cerințele de detecție ale metodei

Vase de probă pentru dezagregarea la presiune înaltă, în cuptor cu microunde, având un sistem pentru controlul suprapresiunii, capabil să reziste la o temperatură de operare de 220 ^{o}C şi o presiune de cel puțin

50 bari şi cu un volum intern de cel puțin 50 ml, de exemplu vase cu capac confecționate din material rezistent chimic şi transparent din PTFE modificat chimic (tip TFM Teflon).
Containere de transport, adecvate pentru transportul filtrelor de la locul prelevării înapoi la laborator, confecționate din materiale inerte cu conținut scăzut de metale din HDPE, PP, policarbonat, PTFE.
Filtre tip Whatman 42 Ashless, cu diametru adecvat pentru filtrarea solutiilor obținute în urma mineralizării probelor
Fiole pentru analiza.
Pipete automate cu volum de:1ml, 10ml
Vas închis pentru păstrarea sticlăriei în HNO3, capacitate de 1000ml

6.1.3. Sticlărie

- Baloane volumetrice cotate, clasă A, de 25 mL, 50 mL, 100 mL, 500 mL, 1000mL confecționate din sticlă borosilicată
- Pâlnii de sticlă pentru filtrarea probelor (diametru de 60 mm)
- Pahare Berzelius de 100mL si 200mL, confecționate din sticlă borosilicată
- Baghete de sticlă

6.1.4. Aparatura

Sistem de dezagregare cu microunde, destinat pentru dezagregării probei în vase închise, în laborator, cu posibilitate de reglare a puterii, prevăzut cu un sistem de control al temperaturii, capabil să sesizeze temperatura şi să ajusteze automat puterea produsă de microunde. Cavitatea cuptorului cu microunde trebuie să fie rezistentă la coroziune şi bine ventilată, cu toate părțile electronice protejate împotriva coroziunii pentru a asigura o operare sigură. Caracteristicile tehnice se agasesc in Fisa de echipament nr....
Sistem de analiză prin absorbție atomică cu cuptor de grafit format din:

- **Spectrometrul AAS tip Thermo,** echipat cu lămpi cu catod cavitar capabil să realizeze simultan corecția de fond la măsurarea lungimilor de undă, utilizând o sursă continuă, cum ar fi o lampă de deuteriu pentru corectarea atenuării nespecifice. Caracteristicile tehnice se agasesc in Fişa de echipament nr. 01-01
- **Autosampler cuptor tip GFS 97.** Caracteristicile tehnice se agasesc in Fişa de echipament nr. 01-02
- **Unitate răcire tip Merlin M33.** Caracteristicile tehnice se agasesc in Fişa de echipament nr.01-03
- **Sistem PC cu imprimantă** Caracteristicile tehnice se agasesc in Fişa de echipament nr.01-04

6.2. Prelevarea probelor

Prelevarea probelor în vederea analizei Pb din aer se face pe filtre, conform PSL 5.4-06-1 şi conform IL03 prelevare pompa Fox.

6.3. Recepția probelor în laborator

Recepția filtrelor cu probe în laborator se face conform PSL 5.4-06-1, punctul 6.3.

6.4. Pregătirea probei pentru încercare - Mineralizarea probelor

După condiționarea filtrelor, realizată conform PSL 5.4-06-1 condiționare filtre, filtrele se aduc în laborator, în camera de pregătire probe (cam.27) unde urmează a se face mineralizarea lor (digestia).
Filtrele se împăturesc şi se introduc în vasele de digestie, adăugând 8 mL acid azotic şi 2 mL apă oxigenată; se are grijă ca filtrele să fie complet acoperite de lichid. Vasele se introduc în digestor şi sunt supuse mineralizării, alegându-se un program adecvat. Digestia se face conform indicațiilor IL-5.4-01-1 digestie. După răcire, probele se filtrează în baloane cotate de 100mL (prin filtre ashless) şi se aduc la semn cu apă ultrapură.
Probele astfel pregătite se duc în cam. 14 în vederea analizei GFAAS.

6.5. Pregătirea AAS

Înainte de pornirea aparatului se vor verifica următoarele:

- nivelul lichidului de spălare (trebuie să fie preparat proaspăt)
- nivelul vasului cu reziduuri (nu trebuie să depăşească 2/3 din volum; vasul se va goli periodic)
- tipul cuvetei utilizate (se folosesc numai cele recomandate de producător)
- starea instrumentului şi anexelor înainte de începerea lucrului (verificare vizuală)

Se porneşte spectrometrul, se verifică lămpile, conductele de apă de răcire, furtunele de gaz, conform manualului de operare; se aşteaptă 10 min până intră în regimul de lucru.
Ordinea pornirii componentelor sistemului de analiză este următoarea:

- PC
- spectrometrul
- cuptorul de grafit
- răcitor

butelia de argon

6.6. Analiza prin GFAAS

Principiul metodei de analiză GFAAS: Prin încălzire atomii sunt trecuți din stare fundamentală în stare excitată, absorbind radiații a căror lungime de undă este specifică fiecărui element. Radiația de la o sursă este trecută prin atomii aflați în stare de vapori care absorb selectiv. Intensitatea radiației incidente (Io) şi intensitatea transmisă(It) sunt măsurate. Cunoscând valorile acestor intensități se poate calcula absorbanța (A). În spectrometria de absorbție atomică pe cuptor (GFAAS), la care face referire prezenta procedură, atomizarea se realizează prin încălzire electrică.

A. Trasarea curbei de etalonare

1. Se porneşte sistemul de analiză conform IL-5.4-01-2 din Anexa 1
2. Se prepară o soluție de etalonare concentrată de 20 ppm Pb (20mg /L) în modul următor: 2mL soluție etalon standard de Pb(1000mg/L) se diluează la100mL cu HNO3 0.5 M; obținând astfel soluția de etalonare de 20 ppm ;
3. Se prepară din soluția de etalonare concentrată de 20 ppm Pb (20mg /L) o soluție etalon de lucru de concentrație 200 µg/L: Se ia 1mL din soluția de etalonare concentrată şi se aduce la semn cu HNO3 0.5 M într-un balon cotat de 100mL.
4. Se prepară din soluția etalon de lucru soluții de etalonare cu următoarele concentații: 2, 4, 10, 20, 40 µg/L, în modul următor: în baloane cotate de 25mL se pun 0.25, 0.5, 1.25 şi 2.5ml etalon intermediar şi se aduce la semn cu HNO3 0.5 M.
5. Se prepară soluția martor de etalonare : sol. HNO3 0.5M
6. Se intră în meniul soft-ului SOLAAR şi se alege Method Pb. Se setează parametrii caracteristici modului de efectuare a curbei de calibrare (manual sau automat), conform IL-5.4-01-2.
7. Se aşează etaloanele în autosampler, inclusiv sol martor de etalonare şi soluția de diluție
8. Se măsoară absorbanța soluțiilor de etalonare, conform IL-5.4-01-2, în ordinea creşterii concentrațiilor şi se trasează curba de etalonare, folosind facilitățile softului SOLAAR. Curba de etalonare se salvează în memoria calculatorului .

Dacă se obține un coeficient de absorbanță R^2 mai mic de 0,995 se repetă etalonarea . Se ia apă ultrapură folosită la prepararea soluțiilor şi i se măsoară absorbanța, în aceleaşi condiții cu soluțiile menționate anterior, verificând existența contaminării.

B. Efectuarea analizei

Se executa operatiunile documentate in IUAAS si IL-5.4-01-2 PbAAS, si care in principal constau in urmatoarele:

1. Se intră în meniul soft-ului SOLAAR şi se alege Method Pb. Se setează parametrii caracteristici modului de efectuare a curbei de calibrare si a analizei probei (fereastra Sequence, ASLG).
2. Probele pregătite se introduc în fiolele pentru analiză. Fiolele au fost spălate în prealabil şi ținute

minim 24 h în soluție 10% HNO3 ultrapur. Fiolele se pun în caruselul autosamplerului în pozițiile indicate de metodă (optiunea ASLG).

3. Se verifică alinierea brațului autosampler-ului, a cuptorului, a sistemului optic.
4. Se determină concentrația de Pb din probă, în ng/ml, pe baza curbei de etalonare. Se fac cel puțin trei măsurări repetate pentru: soluția filtrului martor din laborator, soluția filtrului martor din teren, soluțiilor probei (preparate conform pct 6.4).

Dacă Pb din soluția de probă are concentrația peste limita superioară a intervalului de etalonare, se diluează soluția corespunzător şi se repetă analiza. Factorul de diluție este stabilit de către softul SOLAAR al aparatului.

ATENȚIE!

- după terminarea analizei nu se vor lăsa vasele cu soluție în autosampler
- trebuie verificat dacă rămân picături pe capilarul autosamplerului; dacă acestea sunt prezente, capilarul se va spăla cu alcool etilic
- dacă autosamplerul nu introduce bine picătura, se recomandă fie schimbarea capilarului, fie tăierea acestuia pe o porțiune suficient de mare care să asigure apoi o introducere uniformă a picăturilor
- dacă se observă o înnegrire a capilarului, este necesară schimbarea acestuia
- pentru o curățare cât mai bună a sistemului, la sfârşitul analizei se vor efectua mai multe blankuri

Dacă soluția de probă are concentrația mai mare decât de trei ori limita de detecție a metodei, atunci abaterea standard relativă a celor trei măsurări repetate trebuie să fie mai mică de 10%. În caz contrar se repetă analiza şi dacă problema încă există, se verifică setarea instrumentului.

6.7. Exprimarea rezultatelor şi înregistrarea lor

Rezultatele determinarilor se vor exprima ținând cont de datele de validare a metodei şi studiul incertitudinilor aferente.

Se calculează masa m_a a analitului *a* de pe filtru, în ng, folosind următoarea ecuație:

$$m_a = \beta_a \times V_s \times F \times \frac{A_{tot}}{A_{part}}$$

unde

m_a este masa analitului *a* colectat, în ng;

β_a este concentrația masică a analitului *a* în soluția de probă, în ng/ml;

v_s este volumul soluției de probă, în ml, indicat de soft

F este factorul de diluție, indicat de soft (F=1 atunci când nu se realizează diluția soluției de probă)

A_{tot} este suprafața filtrului expus, în cm^2;

A_{part} este suprafața părții dezagregate a filtrului, în cm^2; în prezenta procedură $A_{tot} = A_{part}$

Ecuația (1) devine:

$$m_a = \beta_a \times V_s \times F$$

Se calculează masa analitului a în filtrele martor din teren mFa şi în filtrele martor de laborator mLa , în acelaşi mod.

Calcul medie filtru martor din laborator

Se calculează media filtrului martor din laborator ($\overline{m}_{La}$) pentru analitul a ca valoare medie a tuturor filtrelor martor din laborator $m_{La,j}$ din lotul de filtre folosite:

$$\overline{m}_{La} = \frac{\sum_{j=1}^{n} m_{La,j}}{n}$$

unde

$\overline{m}_{La}$ este valoarea medie a filtrului martor de laborator a analitului în ng
$m_{La,j}$ este masa analitului *a* în filtrul martor din laborator *j*, în ng;
n este numărul de filtre martor din laborator.

Se calculează concentrația C_a a analitului *a* în aerul prelevat, în ng/m^3, cu ajutorul următoarei ecuații:

$$C_a = \frac{m_a - \overline{m}_{La}}{V}$$

unde

C_a este concentrația masică a analitului *a* în aerul prelevat, în ng/m^3;

V este volumul de aer prelevat, în m^3;

Concentrațiile trebuie calculate în condițiile prelevării.

6.8. Întocmire, verificare şi emitere a Raportului de încercare

Raportul de încercare se întocmeşte de către responsabilul de încercare şi trebuie să conțină şi următoarele informații:

a) identificarea completă a probei (probelor);
b) tipul de prelevator folosit;
c) specificarea fiecărui loc de prelevare;
d) durata de prelevare şi volumul de aer prelevat;
e) tipul de filtru;
f) rezultatele determinărilor exprimate în ng/m^3 aer;
g) dacă concentrația Pb măsurată în aerul înconjurător este mai mică decât limita de detecție a metodei rezultatul trebuie raportat ca „mai mic decât limita de detecție a metodei”;
h) dacă concentrația măsurată în aerul înconjurător este mai mică decât limita de cuantificare trebuie indicat că rezultatul, dacă este raportat, este „mai mic decât limita de cuantificare”;
i) orice caracteristici neobişnuite notate în timpul determinării;
j) limitele de detecție ale metodei;
k) limitele de cuantificare şi cum au fost acestea calculate;
l) incertitudinea extinsă şi cum a fost estimată;

m) valorile filtrului martor din laborator, atunci când a fost realizată corecția martorului;

n) valorile filtrului martor din teren;

o) o scurtă descriere a procedurii de analiză (incluzând tehnica analitică şi procedura de dezagregare);

Prezentarea rezultatului in raportul de incercare se va face cu exprimarea incertitudinii aferente unui grad de acoperire de 95% si implicit un factor de extindere egal cu 2.

Raportul de încercare se întocmeşte de către responsabilul de analiză, se verifică de către şeful de laborator si se vizeaza de catre director.

6.9. Transmiterea RI la beneficiar şi arhivarea acestuia

RI se întocmeşte în dublu exemplar, unul livrându-se, sub semnătură, beneficiarului, iar celălalt se arhivează în registrul cu rezultate de analiză.

6.10. Validarea metodei de analiza

Validarea metodei de analiză se face conform PGL 5.4- Metode de încercare şi validarea metodei.

6.11. Estimarea incertitudinii de măsurare

Calculul incertitudinii de măsurare se face conform PO-02 Estimarea incertitudinii de măsurare. . Calculul efectiv va fi prezentat in registrul tehnic al aparatului şi în anexe.

6.12. Măsuri pentru controlul calității

Pentru a asigura corectitudinea determinărilor, se vor respecta următoarele:

- Aplicarea strictă a tuturor prevederilor prezentei proceduri
- Efectuarea analizei în paralel de către doi analişti
- Utilizarea corectă a aparaturii de laborator, conform prevederilor instrucțiunilor de lucru
- Întreținerea periodică a aparatului şi a componentelor auxiliare prin ....
- Efectuarea periodică a reviziei echipamentului
- Asigurarea parametrilor climatici (temperatură, umiditate relativă) în camera de lucru a aparatului
- Păstrarea curățeniei în camera de lucru
- Verificarea etalonării (cel puțin la fiecare a 10-a probă) (cf SR EN 14092/2007)
- Folosirea soluțiilor de control a calității, cf PO diagrama de control
- Verificarea ratei de recuperare, cel puția la fiecare 6 luni (cf SR EN 14092/2007)
- Verificarea filtrului martor de teren, la fiecare lot de probe; valoarea acestuia nu trebuie să fie semnificativ mai mare comparativ cu cea a filtrului martor din laborator
- Participare la scheme externe de evaluare a calității

6.13. Gestionarea deşeurilor

Reziduurile lichide nu se vor arunca la chiuvetă.
La sfârşitul fiecărei analize, acestea se colectează într-un bidon amplasat în nişă, etichetat corespunzător. Reziduurile lichide se ridică lunar, în vederea tratării şi eliminării lor, de către o firmă specializată, cu care ANPM are un contract ferm.
Vârfurile de pipete, filtrele uzate şi substanțele sicative uzate se colectează în pungi mari de plastic, depozitate în dulapurile de la nişă şi se trimit la fiecare 3 luni aceleiaşi firme, în vederea eliminării.

6.14. Protecția muncii

- Este obligatorie purtarea halatului de protecție în laborator
- La spălarea sticlăriei şi prepararea soluțiilor se vor utiliza mănuşi de protecție

- Peroxidul de hidrogen este coroziv şi oxidant, de aceea se va evita contactul cu pielea sau ochii. Se utilizează echipament mănuşi, ochelari de protecție
- Soluțiile de acizi se prepară la nişă
- Se vor respecta normele de protecția muncii pentru lucrul cu butelia de argon :
    - Manipularea şi transportul buteliilor se efectează în poziție verticală, fără şocuri, cu capacul de protecție montat
    - Buteliile nu vor fi expuse căldurii excesive, radiației termice intense
    - În concentrații mari argonul este asfixiant
    - Buteliile vor fi depozitate în locuri bine ventilate
    - Ventilul buteliei va fi deschis încet

7. INREGISTRARI(registre,caiete,etichete,formulare, etc) ,pentru toate înregistrările efectuate în procedură.

	Inregistrare	Suport/Cod	Completeaza	Loc de păstrare/ Durata
0	1	3	4	5
1.	Comenzi clienți	Registru evidență comenzi RL-...	Şef de laborator	Laborator- 3ani
2.	Evidenta analize			

8. RESPONSABILITĂȚI

8.1. Director

Verifica, conduce si controleaza activitatea sefilor de laborator, a responsabililor de analiza si a analistilor in ceea ce priveste realizarea determinarii Pb din aer conform prevederilor prezentei proceduri.

8.2. Sef laborator

Conduce activitatea de implementare a prezentei proceduri specifice de lucru la nivelul Labratorului.
Verifică corectitudinea inregistrarii rezultatelor aferente prezentei proceduri.
Verifică şi semnează rapoartele de încercare
Conduce si coordoneaza programul de etalonare, de mentenanță şi verificare metrologică.
Verifica, conduce si controleaza activitatea responsabililor de analiza si a analistilor in ceea ce priveste realizarea determinarii Pb din aer conform prevederilor prezentei proceduri.

8.3. Responsabil analiza

Coordoneaza si verifica planificarea recoltarii si executiei determinarilor aferente prezentei proceduri.
Coordoneaza si verifica pregatirea materialelor, reactivilor, consumabilelor de orice natura utilizate pentru prelevarea probelor de aer in vederea analizei concentratie de Pb.
Coordoneaza si verifica modul de prelevare a probelor.
Coordoneaza si verifica modul de pregatirea probelor pentru analiza (procesul de mineralizare).
Verifica efectuarea determinarilor concentratiei dePb in solutie prin GF-AAS.

Verifica modul de calcul si exprimare a rezultatelor.

8.4. Analist

Recepționează probele şi le înregistrează.
Raspunde de pregatirea materialelor, reactivilor, consumabilelor de orice natura utilizate pentru prelevarea probelor de aer in vederea analizei concentratie de Pb.
Efectueaza prelevarea probelor si inregistrarea acestora.
Raspunde de pregatirea probelor pentru mineralizare.
Efectueaza mineralizarea probelor si aducerea acestora in solutie.
Raspunde de pregatirea probelor pentru analiza prin GFAAS.
Efectueaza determinarile cocentratiei de Pb prin GFAAS conform prezentei proceduri si instructiunilor de lucru/ utilizare subsecvente.
Efectueaza calculele si inregistreaza rezultatele in ceeace priveste concentratie de Pb in aer conform prevederilor prezentei ptoceduri.
Asigură ordinea şi curățenia la locul de muncă
Aduce la cunoştința şefului de laborator orice neconformitate apărută în activitate, precum şi orice disfuncționalitate apărută în funcționarea aparaturii de laborator.

8.5. **Responsabil calitate**

Difuzează prezenta procedură
Gestionează originalul procedurilor
Asigură respectarea prevederilor procedurii din punct de vedere al sistemului de management implementat.

8.6. Responsabil metrologie

Menține legătura cu institutul care asigură verificarea metrologică a aparatelor

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
			Elaborat/ Data	Verificat/ Data	Aprobat/ Data
1	Ed.1/ Rev.0	Elaborat IL-5.4-01-1, Ediția 1, Revizia 0	Cristina Nedescu 31.10.2008	Şef laborator Iuliana Neacşu 4.11.2008	Şef laborator Iuliana Neacşu 5.11.2008

1. SCOP

Prezenta instrucțiune de lucru are ca scop descrierea modului de operare şi întreținere a sistemului de dezagregare cu microunde MILESTONE ETHOS D.

2. DOMENIU DE APLICARE

Aceste instrucțiuni se aplică de personalul Laboratorului Național de Referință Aer la mineralizarea probelor de pulberi din aerul ambiental, prelevate pe filtre, în vederea determinării concentrației de metale din aer.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

Manualul de instrucțiuni al echipamentului

4. DESCRIEREA APARATULUI

Sistemul de dezagregare cu microunde MILESTONE ETHOS D este alcătuit din următoarele componente:

- Cuptorul – prevăzut cu generator de microunde de putere programabilă din terminal şi cu incinta rezistentă la vapori de acizi: HCl, HF, H_2SO_4, $HClO_4$, HNO_3
- Senzorul de temperatură (opțional, senzorul de presiune)
- Terminalul - un minicalculator din care se programează puterea de microunde, timpul de dezagregare şi temperatura maximă din vase.
- Rotorul – pe care se montează cele 10 vase de dezagregare din teflon, care pot lucra cu acizi
- Suportul de lucru – dispozitiv pe care se aşează rotorul în momentul înşurubării şi deşurubării vaselor

Digestorul se află plasat în cam.27 - camera de pregătire probe.

5. MATERIALE ŞI REACTIVI NECESARI

5.1. Materiale necesare:

- Vase de probă (dezagregare) cu capac confectionate din PTFE sau PFA, cu un volum V= 50 ml, capabile să reziste la o t = 220 ^oC şi p = 50 bari
- Cheia dinamometrică – necesară fixării vaselor de dezagregare, cu o forță de înşurubare constantă pentru a rezista până la o presiune de 100 Barr
- Baloane volumetrice cotate de 25 ml, 50 ml, 100 ml, 500 ml, confecționate din sticlă borosilicată, clasă A
- Pipete automate de 1, 2, 5, 10 ml
- Pisetă
- Pâlnii de filtrare
- Hârtie de filtru WHATMAN 42, ashless
- Baghetă de sticlă

5.2. Reactivi:

- Apă deionizată (conductivitate = 0.055 µS /cm)
- Acid azotic (HNO_3) concentrat, suprapur, ρ = 1,42 g/ml, concentrația 69%
- Acid fluorhidric (HF) concentrat, suprapur (pentru mineralizarea MRC)
- Apă oxigenată (H_2O_2), concentrație 30%

6. MOD DE LUCRU

6.1. Pregatirea probelor pentru dezagregare

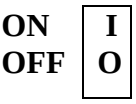
- se scot segmentele de lucru din rotor şi se duc pe suportul de lucru
- se deşurubează cu cheia dinamometrică vasele din segmente
- se scot vasele din segmente
- se introduc probele de lucru în vasele de dezagregare, adăugându-se cu grijă cantităţile de reactivi conform metodei; pentru analiza plumbului din aer se foloseşte un amestec de 8 mL HNO_3 suprapur si 2 mL H_2O_2 30%; lichidul trebuie să acopere în întregime filtrele; vasele se agită uşor pentru omogenizare
- se introduce senzorul de temperatură in vasul de lucru în care se află cel mai agresiv amestec
- se introduc în suporţi vasele de dezagregare si se închid
- se înşurubează cu cheia dinamometrică până când se produce un "click" ce indică strângerea capacelor cu o forţă optimă; **nu se va continua strângerea după ce s-a auzit clickul**
- se introduc suporţii cu vasele în rotor şi se aplică discul de protecţie peste acestea
- se închide uşa cuptorului (se trage uşor maneta în jos si se împinge uşa, maneta revenind apoi la poziţia normală).

6.2. Pregatirea sistemului

• se verifică legăturile şi etanşeitatea aparatului
• se conectează aparatul la sursa de curent electric

6.3. Pornirea sistemului

• Cuptorul şi terminalul se pornesc din butonul situate pe panoul frontal al cuptorului, aducându-se pe poziţia ON.



POWER

6.4. Dezagregarea

Se poate face în două moduri :

6.4.1. În memoria terminalului există deja o metodă programată

Mod de operare:

- la pornirea sistemului , pe terminal apare:

  F1 F2
  WORK EDIT
- se apasă tasta F1
- se tastează cifra corespunzătoare programului de dezagregare existent în memoria terminalului
- se apasă tasta F3 (OK) pentru confirmare
- se apasă tasta START; în acest moment programul începe să se deruleze

Pentru mineralizarea filtrelor în vederea determinării Pb din aer prin AAS se foloseşte următorul program:

- I 250 W 180^0 C 6 min
- II 400W 200^0 C 6 min
- III 650W 210^0C 6 min
- IV 350 W 220^0C 6 min
- V ventilație 25 min

- la terminarea dezagregării pe terminal apare PROGRAM IS READY
- se lasă să se răcească, după care se deschide uşa cuptorului
- se scot suporții cu vase ai rotorului şi se aduc pe rând pe suportul de lucru (care este fixat sub nişă)
- se deşurubează vasele de lucru cu ajutorul cheii dinamometrice
- se scot vasele unul câte unul, lăsându-le sub nişă
- se scoate dopul vasului (având grijă la vaporii de acizi care încă se degajă) şi se spală cu apă ultrapură; apa de spălare se colectează în acelaşi vas
- se filtrează proba dezagregată din vasele de teflon în baloane cotate de 50 mL, prin hârtie de filtru Whatman, 42, ashless, spălând cu apă ultrapură până la trecerea completă a probei solubilizate în balonul cotat, aducând, apoi, la semn cu apă ultrapură; probele astfel pregătite sunt duse apoi pentru analiza prin AAS în camera 14
- se opreşte digestorul prin apăsarea în poziția OFF a butonului ON/ OFF şi se scoate din priză
- se spală vasele cu HNO3 10%, se lasă să se usuce; vasele sunt astfel pregătite pentru o nouă dezagregare

ATENTIE! Dacă în timpul dezagregării se doreşte oprirea programului se apasă STOP, dar ventilatorul continuă să funcționeze.

6.4.2. Introducerea unui nou program (metodă) de dezagregare în memoria terminalului

Mod de operare:

- la pornirea sistemului pe terminal apare:

F1 F2
WORK EDIT

- se apasă tasta F2
- se tastează o cifră corespunzătoare programului de dezagregare dorit să se scrie
- pentru a introduce un nou program se apasă tasta F1 (NEW)
- se apasă tasta F3 (OK)
- se va seta pe rând, prin tastare, fiecare parametru (Step, Time, Power, Temp), conform metodei de lucru alese; după setarea fiecărui parametru, pentru confirmarea comenzii, se apasă F3 (OK)
- se apasă tasta F3 (OK) pentru confirmarea finală
- apare pe display mesajul ROTOR CONTROL care se va seta ON
- se apasă tasta F3
- apare pe display mesajul ROTOR TWIST care se va seta ON
- se tastează timpul dorit pentru ventilație
- se apasă tasta F3

- în acest moment se consideră programul introdus în memorie şi se poate lucra conform modelului de lucru prezentat la **6.4.1,** după ce probele au fost pregătite în prealabil

6.4.3. Atenţionări

- Segmentele rotorului sunt numerotate de producător (dacă eticheta se pierde este obligatorie inscripţionarea acestora cu marker-ul). Fiecare vas se va aşeza întotdeauna lângă segmentul său numerotat pentru a nu se încurca probele
- Primele probe în lucru trebuie urmărite şi abia după verificare şi confirmarea metodei se poate lăsa nesupravegheat aparatul
- Modul de asamblare/ dezasamblare a vaselor şi utilizarea cheii dinamometrice pentru închiderea/ deschiderea vaselor sunt prezentate în amanunt în cartea tehnică a aparatului.
- **După o întrerupere accidentală de curent electric probele trebuie refăcute**

7. NORME DE PROTECŢIA MUNCII

- Prelucrarea probelor (înainte şi după dezagregare) se face întotdeauna sub nişa aflată în stare de funcţionare, cu mare atenţie, deoarece se lucrează cu acizi concentraţi
- Operatorul va purta obligatoriu halat şi mănuşi
- Probele fierbinţi se vor manipula cu mare atenţie, pentru evitarea arsurilor
- **Dacă probele din cuptor explodează (crearea unei suprapresiuni):**
  - lucrul poate fi continuat dacă fenomenul nu se mai repetă; la sfârsitul dezagregării acele probe sunt considerate sau nu ratate funcţie de cât de mult este ridicat manşonul alb de plastic al dopului
  - se poate opri dezagregarea apasând tasta "STOP" de pe ecranul terminalului şi **<u>niciodată</u>** trecând butonul pe poziţia OFF

Scop;

Aceste instructiuni se refera la metoda de mineralizare a probelor prin digestia cu microunde, pentru determinarea plumbului in aerul atmosferic, din particulele PM10

Aparate

Spectrometru de absorbtie atomica cu dublu fascicul SOLAAR seria S4

Materiale necesare

Baloane volumetrice cotate de 25ml, 50 ml, 100 ml, 500 ml, confecţionate din sticlă

Pipete automate de 1, 2, 5, 10 ml.

Vialuri

Reactivi

Apă, ultrapură, distilată sau deionizată (la t=20°C, conductivitate = 0.055 µS /cm)
Acid azotic (HNO_3) concentrat, suprapur, ρ = 1,42 g/ml, fracţia de masă aproximativ 69%

Modificator de matrice $Pd(NO_3)_2$

Pregatirea aparatului

- Se verifica legaturile si etanseitatea aparatului
- Se conecteaza aparatul la sursa de curent electric

Pregatirea solutie etalonare

- Se prepara o solutie etalon 20µg/L din solutia standard 1000mg/L
  1.Se scoate 1ml de solutia standard 1000mg/L si se aduce la balon cotat de 1000ml
  2.Se scot 2ml din balonul cotat de 1000ml si se aduc la balon cotat de 100ml

Pregatirea solutie matrice

- Se prepara o soluţie de Matrice (Pd) 25 mg/L din solutia soluţie de matrice (Pd) Paladium10g/L 10g/L
  1.Se scoate 0.5ml de solutia matrice (Pd) paladium 10g/L si se aduce la balon cotat de 25ml
  2.Se scoate 6.25ml din balonul cotat de 25ml si se aduce la balon cotat de 50ml

Mod de lucru

1. Se porneşte aparatul spectrometru de absorbtie atomica. vezi Anexa 1
2. Se măsoară soluţia etalon, se face echivalenţa concentraţie-absorbanţă şi se efectuează curba de calibrare.
3. Se ia apă folosită la tratament preliminar şi i se măsoară absorbanţa în aceleaşi

condiţii cu proba. Valoarea aceasta va fi considerată ca 0. Apoi se verifică dacă există contaminare.

4. Proba pregătită conform instrucţiunilor se expune la flacără şi se măsoară absorbanţa lungimii de undă indicată în tab.1. În cazul mai multor specimene se face cel puţin câte o măsurare la 10 probe în 2 puncte de senzitivitate al probei etalon, la concentraţia maximă şi minimă pentru curba de calibrare.
5. Se determină volumul fiecărui metal pe baza curbei de calibrare şi se calculează concentraţiile (mg/L) de metale din probă.
6. După terminarea tuturor măsurătorilor pentru reverificarea senzitivităţii, se efectuează măsurarea senzitivităţii în 2 puncte la proba etalon, la senzitivatăţile maximă şi minimă din curba de calibrare.
7. Mai jos sunt prezentate elementele de bază ale acestei metode de testare.

Inspecţia în timpul lucrului	Se înscriu rezultatele inspecţiei în registrul de activitate. Dacă sunt neconformităţi cu aparatele se va proceda conform procedurii „Tratarea avariilor"
Activarea AAS	Deschiderea sursei de gaz ,pornirea compresorului, aprinderea flăcării
Măsurarea etaloanelor	Verificarea contaminării, a limitei de detecţie, măsurarea probelor pentru curba de calibrare
Efectuarea curbei de calibrare	Operarea în fereastra standardizată, coeficientul de corelaţie, verificarea curbei de calibrare
Măsurarea probelor	Operarea în fereastra probelor necunoscute. Măsurarea probelor pentru verificarea senzitivităţii potrivite în cazul mai multor eşantioane
Reverificarea senzitivităţii	Măsurarea probelor pentru verificarea senzitivităţii: compararea cu senzitivitatea originală
Închiderea AAS	Oprirea cuptorului. Închiderea buteliei de gaz, oprirea compresorului şi scoaterea apei.

Anexa1

INSTRUCȚIUNI DE UTILIZARE

SPECTROMETRU DE ABSORBTIE ATOMICA CU DUBLU FASCICUL SOLAAR S4

Măsurători în cuptor

Pornirea aparatului

1. Se verifică conectarea la rețeaua electrică a spectrometrului, cuptorului, răcitorului şi echipamentelor IT.
2. Se verifică montarea corectă a buteliei de argon şi furtunul de legătură al acesteia la spectrometru.
3. Se verifică interconectarea echipamentelor componente: spectrometru, cuptor, calculator, monitor, imprimantă.
4. Se montează lămpile cu catod cavitar specifice elementelor ce se analizează în suporturile caruselului spectrometrului; se urmăreşte plasarea corectă a pinilor lămpii în suport şi se asigură lampa cu pârghia de fixare; la manipularea lămpilor se va avea grijă să nu se atingă cu mâna suprafața plană de sticlă de la capătul lămpii.
5. Se deschide calculatorul şi se lansează programul SOLAAR A.
6. Se deschide uşor butelia de argon (cca. 1,5 – 2 ture) şi se urmăreşte presiunea la manometrele reductorului; presiunea de ieşire a gazului din reductor trebuie să fie 1,1±0,14 barr.
7. Se verifică nivelul apei din răcitor şi se porneşte echipamentul de la comutatorul plasat pe fața principală; cu ajutorul săgeților se reglează temperatura apei de răcire la 22 ± 2^0C .
8. Se porneşte spectrometrul de la comutatorul principal aflat în partea dreaptă, în spatele aparatului.
9. Se porneşte cuptorul prin trecerea comutatorului „Power”de pe fața principală în poziția I.
10. Se verifică pe bara inferioară, în partea dreaptă, prezența mesajului „on line”, prin care se confirmă prezența conexiunii între spectrometru şi calculatorul cu programul de operare.
11. Se programează metoda de analiză alegând una preexistentă în biblioteca de metode sau creând una nouă, conform procedurilor de lucru şi softului aparatului.

Efectuarea măsurătorilor

12. Se porneşte alimentarea lămpii pentru elementul ce se analizează prin accesarea ferestrei de comandă a lămpilor şi înlocuirea, pentru poziția respectivă, în ultima coloană a tabelului afişat, a marcajului „off” cu „on”
13. Dacă procedura de analiză presupune corecție de fond, în aceeaşi fereastră se aprinde lampa de deuteriu prin marcarea cu mouse-ul a căsuței special destinate
14. Se înscrie în fereastră, în spațiul destinat, poziția din carusel în care este amplasată lampa cu care se va lucra şi se marchează cu mouse-ul comanda de aliniere automată a lămpii
15. Se acționează comanda „Optical setup” de pe bara superioară şi se aşteaptă până ce mesajul „busy” apărut pe bara inferioară redevine „On line”
16. Se verifică alinierea autosamplerului şi a cuptorului astfel:
    - se deschide pe ecranul monitorului fereastra de afişare a stării spectrometrului şi se verifică existența semnalului de absorbanță;
    - se verifică instalarea brațului şi a vârfului de picurare al autosamplerului prin acționarea din menu-ul principal „Action” a comenzii „Autosampler” – „Align capillary tip”; brațul autosamplerului se va deplasa, introducând vârful de picurare în orificiul din corpul cuptorului; în cazul în care brațul nu este bine poziționat se reglează din şuruburile de reglare plasate pe fața superioară în partea stangă şi pe fața laterală din dreapta până ce vârful de picurare intră exact în orificiul cuptorului;

- se verifică, cu ajutorul unei oglinzi poziționarea corectă a vârfului de picurare în interiorul cuptorului, astfel încât picătura să se desprindă uşor, la contactul cu pereții acestuia (vârful de picurare trebuie să fie centrat în plan orizontal, iar capătul inferior să se plaseze pe înălțime la cca.2/3 de la baza cuptorului); dacă înălțimea nu este cea optimă se reglează cu ajutorul şurubului de reglare plasat pe brațul autosamplerului;
- se clătește brațul autosamplerului prin acționarea din menu-ul principal „Action" a comenzii „Autosampler" – „Purge".
- Atentie! Capilarul trebuie sa intre direct in cuptor, sa nu se agate de peretii lui(sa nu se auda „clac")

17. Se așează fiolele cu soluții de calibrare, cele cu blankuri şi cele care conțin probele de analizat în suporturile autosamplerului, urmărindu-se perfecta concordanță între amplasarea fiolelor în autosampler şi pozițiile indicate în tabelul fişierului „Method".
18. Pe ecranul monitorului se deschid fereastra de afişare a rezultatelor şi cea corespunzătoare calibrării pentru a vizualiza măsurătorile, în momentul efectuării determinării.
19. Se face o spălare a traseului autosamplerului prin acționarea comenzii „Autosampler" – „Wash" din menu-ul „Action".
20. Se face o spălare a cuptorului prin acționarea comenzii „Clean cuvette" din menu-ul „Action".
21. Se lansează programul de operare prin acționarea în menu-ul principal a comenzii „Action" şi apoi a comenzii „Analyse" .
22. În fereastra apărută se înscrie denumirea analizei şi numele operatorului, după care se comandă „Analyse" şi se urmăreşte apariția mesajului „Busy" şi desfăşurarea secventei de lucru pe bara inferioară.
23. După ce au fost efectuate toate măsurătorile prevăzute în secvența de lucru, aparatul solicită confirmarea încheierii secvenței de lucru şi, în cazul în care nu se doreşte reluarea, sau completarea secvenței de analiză se acționează comanda „stop".
24. Aparatul afişează mesajul de finalizare a analizei, care este acceptat prin acționarea comenzii OK; rezultatele se înregistrează automat în memoria calculatorului.
25. Se opreşte alimentarea lămpii pentru elementul ce se analizează prin accesarea ferestrei de comandă a lămpilor în modul prezentat mai sus şi înlocuirea cu ajutorul mouse-ului în ultima coloană a tabelului a marcajului „off" cu „on".
26. Rezultatele se pot vizualiza, exporta sau tipări folosind opțiunile din fişierul „Results" şi comenzile din menu-ul „File".

Oprirea aparatului

27. Se închide robinetul buteliei de argon, fără a se elimina presiunea din tubul de legătură.
28. Se opreşte răcitorul de gaze.
29. Se opreşte cuptorul de la butonul principal „Power".
30. Se opreşte spectrometrul de la comutatorul principal aflat în spatele aparatului, pe partea laterală dreaptă.
31. Se închide programul de operare, apoi calculatorul şi imprimanta.

Mentenanta

1. Curatarea capului cuptorului

Cel putin o data pe saptamana se va deschide capul cuptorului, se va indeparta cuveta si se vor inspecta toate componentele de grafit.

- Folosind un betisor de vata se indeparteaza depunerile sau reziduurile de probe. Se mai poate folosi un jet de aer pentru a sufla praful.
- Se vor inspecta toate celelate componente ale capului. Suprafetele exterioare vor fi curatate folosind un servetel sau un material moale inmuiat in detergent diluat.

Ferestrele capului cuptorului

Atentie! Daca ferestrele capului cuptorului se murdaresc, acest lucru va reduce energia optica care trece prin cuveta, si astfel zgomotul liniei de baza va creste.

2.Curatarea ferestrelor capului cuptorului si a sistemului de temperatura cu legatura inversa

1. Se scoate compartimentul in care se afla cuveta punandu-l intr-o pozitie sigura si accesibila in fata spectrometrului.,
2. Se indeparteaza fiecare suport al ferestrelor, tragand suportul din corpul cuptorului
3. Se indeparteaza orice reziduri sau depuneri din caile de gaz ale suportului ferestrei
4. Se curata fereastra cu un betisor de vata umed.

   - Ferestrele pot fi scoase din suporti scotand garnitura O-ring, avand grija ca aceasta sa nu se deterioreze

5. Suportii ferestrelor sunt pusi la loc, manevrand cu grija garnitura O-ring.
   - Garniturile O-ring ale suportului ferestrei nu trebuie unse.

Pentru sistemul de temperatura cu legatura inversa se procedeaza astfel:

1. Se deschide capul cuptorului si se scoate cuveta
2. Se trage usor blocul central spre dreapta pentru a-l elibera din cepi
3. Se scoate usor blocul central, cu tuburile si conexiunile atasate, afara din corpul cuptorului pentru a aseza fereastra de control temperatura la baza blocului central, iar lentilele in corpul cuptorului
4. Se curata lentilele cu un betisor de vata
5. Se desurubeaza suportul ferestrei din spatele blocului central
   - Atentie ca fereastra sa nu cada si sa nu se piarda!
6. Se inspecteaza si se curata fereastra
7. Se inlocuiesc fereastra si suportul acesteia
8. Se inverseaza procedura pentru a remonta blocul central
   - Se incarca tuburile si conexiunile inapoi in corpul cuptorului, avand grija ca nici unul sa nu fie incurcat, rasucit sau deteriorat in vreun fel.

3.Schimbarea cuvetei de grafit

1. Se pun manusile
2. Se indeparteaza garnitura de metal din partea superioara a suportului central
3. Se roteste maneta de fixare
4. Se indeparteaza cuveta veche cu penseta
5. Se verifica cuveta si daca s-a murdarit sau s-a stricat, trebuie inlocuita cu noua cuveta.
6. Se ia cuveta si se orienteaza astfel incat orificiul de injectie sa se afle in partea superioara a cuptorului, care se inchide cu atentie
7. Se foloseste unealta cuvetei pentru a verifica pozitionarea corecta a cuvetei.

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115

DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.8. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU
DETERMINAREA AMONIACULUI
大気中のアンモニア測定標準作業手順書(SOP)

目次

1. 目的
2. 適用範囲
3. 参考文献及び関係文書
4. 定義及び略称
5. 分析工程フロー
6. 分析作業
   6.1. 必需品（使用器具、使用試薬、機器及び消耗品）
   6.2. 試料採取
   6.3. 分析ラボラトリーにおける試料の受け入れ
   6.4. 試料の前処理
   6.5. 機器の準備
   6.6. 分析の実施
   6.6.1. 測定手順概要
   6.6.2. 分析環境条件
   6.6.3. 溶液の準備
   6.6.4. 検量線溶液の作製及び検量線
   6.6.5. 試料の分析
   6.7. 計算結果の記録
   6.8. 検査および試験報告の作成
   6.9. 試験報告の送付と保存
   6.10. 分析方法のバリデーション
   6.11. 不確かさの見積もり
   6.12. 適正な測定の確保手段
   6.13. 廃棄物管理
   6.14. 作業保護
7. 記録関連
8. 責任者関連事項
9. 附属書

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.8. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU DETERMINAREA AMONIACULUI
Ammonia Measurement

COD P.S.L 5.4-04-1

EDIȚIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:

DIFUZAT ÎN REGIM CONTROLAT. EXEMPLAR NR.....

APROBAT:
Director DLNR,Crina Hoțoiu
DATA :

ELABORAT:
Responsabil determinare
DATA :

VERIFICAT:
Şef laborator, Iuliana Neacşu
DATA:

DATA APROBĂRII/APLICĂRII:

Notă: Documentul de față este proprietatea Serviciului laborator aer aparținând ANPM . Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul laboratorului.
Copiile sunt numerotate şi controlate.

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL –5.4 -04-1		Iuliana Neacşu Şef Laborator Aer	Crina Hoțoiu Director DLNR

CUPRINS

1. **Scop**
2. **Domeniu de aplicare**
3. **Documente de referință şi conexe**
4. **Definiții şi abrevieri**
5. **Diagrama de flux a procesului**
6. **Descrierea activității**
7. **Înregistrări**
8. **Responsabilități**
9. **ANEXA**

1. SCOP

Prezenta procedură stabileşte modul de organizare şi desfăşurare a activității pentru determinarea **amoniacului** din aerul atmosferic în vederea asigurării şi confirmării capabilității tehnico-organizatorice a laboratorului de analize în scopul satisfacerii cerințelor impuse de standardele naționale şi internaționale în vigoare, precum şi a cerințelor beneficiarilor.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura se aplică de către personalul laboratorului pentru analiza amoniacului prelevat din aerul atmosferic prin barbotarea în soluție absorbantă slab acidă de H_2SO_4. Metoda se poate aplica pentru concentrații ale NH_3 de până la $0.1 mg/m^3$.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ ŞI CONEXE

3.1. Documente de referință

3.1.1. SR EN ISO /CEI 17025/2005 - Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonari.
3.1.2. SR EN ISO 9000/2006 - Sisteme de management al calității. Principii fundamentale şi vocabular.
3.1.3. SR EN-ISO 9001/2001 - Sisteme de management al calității. Cerințe.
3.1.4. STAS 10812-76 - „Puritatea aerului. Determinarea amoniacului."
3.1.5. STAS 12574-87 - „Aer din zonele protejate. Condiții de calitate"
3.1.6. STAS 10331-1989 - "Puritatea aerului. Reguli generale de luare a probelor.

3.2. Documente conexe

3.2.1. Manualul Calității, Cod: MC – 01,
3.2.2. Instrucțiuni de lucru prelevator gaze, pompă model DESAGA GmbH - tip GS 312
3.2.3. Instrucțiuni de lucru pentru spectrofotometrul UV-VIS, model - NICOLET EVOLUTION 100
3.2.4. Instrucțiuni de lucru pentru Sistemul de distilare apă, tip Ultra Clear TWF ,

3.2.5. Instrucțiuni de lucru pentru balanța electronica de precizie, tip KERN ABJ
3.2.6. Instrucțiuni de lucru etuva, Memmert tip UFE
3.2.7. Manual tehnic şi de operare al echipamentului

4. DEFINIȚII ŞI ABREVIERI

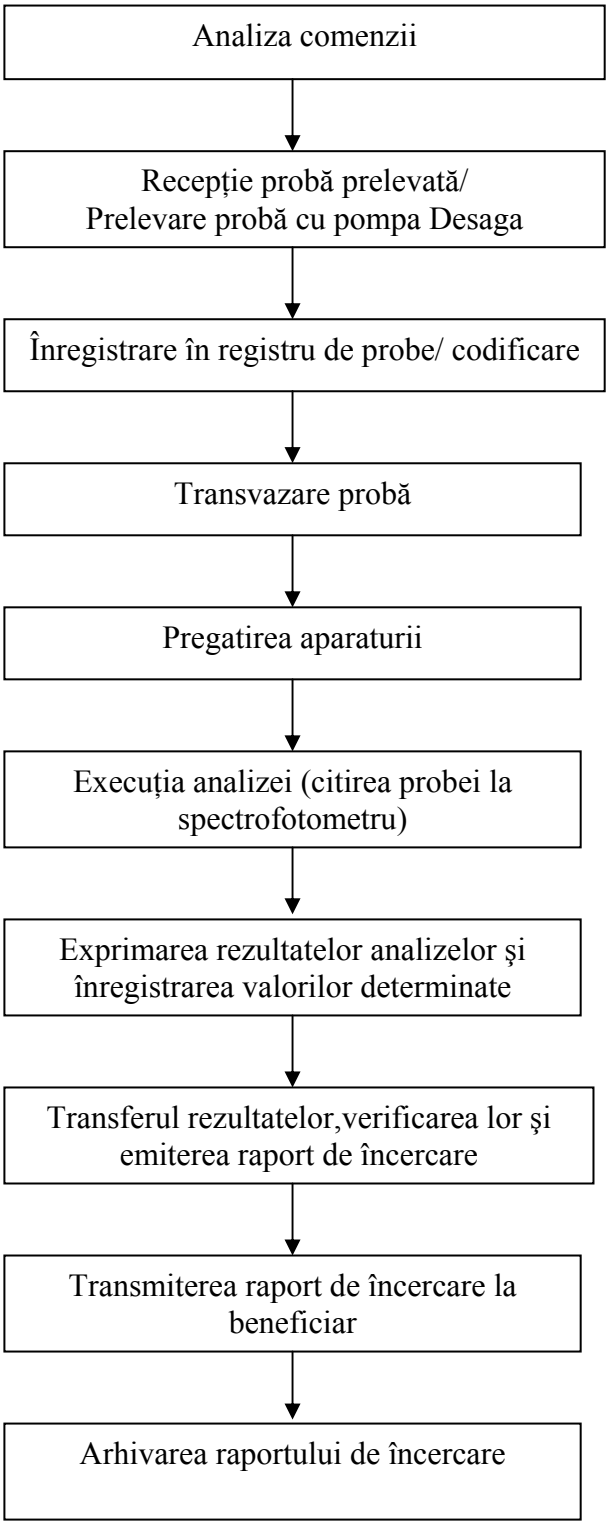
4.1. Definiții :

4.1.1. analiză
toate operațiile efectuate după pregătirea probei pentru a determina cantitatea sau concentrația amoniacului,
4.1.2. analit
component al probei, amoniacul, a carui concentrație urmează a fi determinată;
4.1.3. soluție martor de etalonare
soluția etalon preparată, pentru care concentrația amoniacului se consideră a fi zero;
4.1.4. soluție de etalonare
soluție folosită pentru etalonarea instrumentului analitic, conținând amoniacul la o anumită concentrație, preparată prin diluarea soluției etalon concentrată;
4.1.5. soluție stoc
soluție de concentrație precis cunoscută din care se prepară diluțiile necesare analizei,
4.1.6. limita de detecție instrumentală
cea mai mică cantitate de analit care este detectată de un instrument de măsurare,
4.1.7. limita de detecție a metodei
cea mai mică cantitate de analit care este detectabilă aplicând metoda, şi care se stabileşte prin analiză.

4.2. Abrevieri

DLNR- Direcția Laboratoare Naționale de Referință
MC - Manualul Calității,
PGL - Procedură Generală de Lucru,
PO - Procedură Operationala,
PSL - Procedură Specifică de Lucru,
IL - Instrucțiune de Lucru ,
CL - Caiet de lucru,
DP - Dosar prelevare
DA - Dosar rezultate ale analizelor
DCE - Dosar curbe etalonare
RL - Registru de lucru
FL - Formular laborator
RÎ - responsabil de încercare
ŞL - şef de laborator

5. DIAGRAMA DE FLUX A PROCESULUI DE DETERMINARE A AMONIACULUI



6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Resurse necesare

În vederea bunei desfăşurări a activităţii, la sfârşitul fiecarui an responsabilul de analiză întocmeşte necesarul de consumabile necesare desfăşurării analizei (reactivi, filtre, sticlărie, butelii, MRC, materiale diverse) şi îl transmite şefului de laborator în vederea întocmirii referatelor de necesitate şi bugetului pentru anul care va urma.

Necesarul de piese de schimb este cuprins în contractul de mentenanță încheiat pentru fiecare echipament şi este exclusiv în sarcina firmei prestatoare de servicii.

6.1.1. Aparatura necesară

- prelevator de gaze DESAGA, tip GS 312, fişă 06-03
- balanță analitică, tip ABJ 220-AM, fişă 09-02/ ANPM / Laborator Aer –Et 1, camera 25
- spectrofotometru, tip Nicolet Evolution 100, fişă 04-01/ ANPM Laborator Aer –Et 1, camera 13
- etuvă, Memmert tip UFE, fişă 10-02/ ANPM / Laborator Aer –Et 1, camera 27
- sistem de purificare apă, tip Ultra Clear TWF, fişă 07-01/ ANPM/ Laborator Aer –Et 1, camera 14
- maşină de spălat sticlărie, model GW 4050C, fişă 15-01/ ANPM / Laborator Aer –Et 1, camera 27

6.1.2. Reactivi

a) Acid sulfuric

Formulă : H_2SO_4 ;
Concentrație : 95-97 % ;
Densitate: 1,84 g / cm³ ;
Masă moleculară : 98,08 g / mol.
Stare de agregare : lichid
Pictogramă: C / coroziv
Fraze de risc: R 35
Fraze de securitate: S 26-30-45

b) Clorura de amoniu

Formulă: NH_4Cl ;
Conținut (NH_4Cl): % min. 99;
Substanțe insolubile în apă : % max. 0,005;
Reziduu la calcinare : % 0,01;
PH-ul soluției apoase 5% : 4,5-5,5;
Masă moleculară : 53,49 g / mol.
Stare de agregare: solid
Pictogramă: Xn / nociv
Fraze de risc: R 22-36
Fraze de securitate: S 22

c) Reactiv Nessler

Densitate : 1,169 g / cm³
Stare de agregare: lichid
Pictogramă: T / toxic ; N / periculos pentru mediu
Fraze de risc: R 23 / 24 / 25 -33-35-51 / 53
Fraze de securitate: S 26-36 / 37 /39 -45-61

Reactivii utilizați vor fi de calitate p.a. sau de calitate echivalentă. La livrare, loturile de reactivi vor fi însoțite de certificate de calitate şi /sau buletine de analiză, cu respectarea PGL -4.6.

d)Apă ultrapură

Conductibilitate – 0,055µS / cm resp.18,2MΩcm

6.1.3. Sticlărie şi materiale

- Baloane volumetrice cotate, confecționate din sticlă borosilicată, clasa AS:
  - 1000 ml ± 0,40ml / 20ºC ,
  - 500 ml ± 0,25ml / 20ºC,
  - 50 ml ± 0,06ml / 20ºC ,
- Pipete din sticlă borosilicată, clasa AS:
  - 10 ml ± 0,05 ml. / 20º C,
  - 5 ml ± 0,03 ml / 20º C,
  - 1ml ± 0,007 ml / 20º C
- cilindru gradat, sticlă borosilicată, 50 ml
- Pipetă automată: 1000 µl
- Pipetă automată: 10 ml
- Pîlnie analitică cu tijă scurtă
- Fiolă pentru cântărire
- Exicator
- Pară de cauciuc pentru pipete
- Stativ pentru pipete
- cuve din cuarț cu drum optic de 1 cm pentru spectrofotometru

Sticlăria este însoțită la livrare de certificat de calitate.

6.2. Prelevarea probelor

6.2.1. ***Pregătirea vaselor de laborator şi a barbotoarelor***

Sticlăria de laborator şi componentele din sticlă ale instalației de prelevat probe de aer trebuie să fie absolut curate, protejate împotriva prafului. Sticlăria se spală cu apă şi detergent imediat după efectuarea determinării, după care se clătește bine cu apă ultrapură. Se usucă prin scurgere sau uscare la etuvă.

Vasele de absorbție se clătesc după fiecare recoltare cu cca. 5 ml soluție de absorbție, care se adaugă la proba prelevată.

Atenție: a nu se depăşi volumul total de soluție pentru analiză !

Operațiile sunt efectuate de către executantul prelevării/încercării.

6.2.2. ***Pregătirea echipamentului de prelevare***

Pregătirea prelevatorului de gaze tip Desaga se face conform Instrucțiunilor de utilizare. Verificarea stării de funcționare şi pregătirea acesteia se fac de către executant, conform instrucțiunilor specificate de metoda de prelevare a amoniacului din aer în STAS 10812-76 şi a Instrucțiunilor de utilizare pentru prelevatorul Desaga. Se va avea grijă ca prelevatorul să fie aşezat pe un suport orizontal, astfel încât aparatul să stea în poziție verticală pentru a asigura funcționarea corectă a contorului de gaze.

In cazul constatării de nereguli sau defecțiuni se anunță şeful de laborator, se înregistrează în „Fişa de echipament Nr.06-03 / Activități de mentenanță", Cod FL 5.5-04, şi se identifică acțiunile necesare pentru eliminarea lor.

6.2.3. Efectuarea ***prelevării***

La prelevarea probelor medii de 24 ore se vor respecta instrucțiunile descrise în standardele de metodă: STAS 10812-76 pct. 2.3 şi instrucțiunile de utilizare pentru pompa de prelevare DESAGA. Datele de prelevare se înregistrează în dosarul de prelevări, cod DP 5.7-04-01, model în Anexa 3. Prelevarea se va face cu un debit de aer de 1 dm3 aer/min pentru probe medii de 24 ore.

Probele se prelevează în câte 2 vase de absorbție din sticlă, conform Instrucțiunilor de utilizare pentru pompa Desaga, în care se introduc 30-35 ml ml soluție absorbantă pentru amoniac, preparată conform pct. 6.6.3. După expirarea timpului de prelevare, proba recoltată se pregăteşte pentru analiză sau se stochează

pentru maximum 24h, în frigider.
Prelevatorul de gaze este amplasat în punctul de prelevare stabilit conform instrucțiunilor din STAS 10331/1989, pentru monitorizarea acestui indicator.

6.2.4. ***Interferențe***
La determinarea amoniacului din aer interferă: sărurile de amoniu şi unele amine alifatice, clorul, hidrogenul sulfurat, formaldehida şi ionii de Fe3+, Cr3+, Ca2+, şi Ni2+. Substanțele interferente pot fi îndepărtate, la recoltare, prin montarea pe traseul de prelevare un cartuş umplut cu vată de sticlă.

6.3. Recepția probelor în laborator
1. În cazul în care prelevarea se efectuează de către personalul laboratorului:
- datele de prelevare se înregistrează în dosarul de prelevări probe noxe gazoase, cod DP 5.7-04-01, model în Anexa3,
- responsabilul de analiză atribuie pentru fiecare probă codul unic de analiză,
- probele prelevate se analizează imediat; dacă nu, se conservă prin depozitare în frigider, maxim 24 h.

2. În cazul în care probele prelevate sunt aduse de beneficiar se urmăreşte, în principal:
- ambalarea corespunzătoare, fără risc de contaminare şi intercontaminare,
- integritatea probei ,
- corespondența între probe şi eventualele mențiuni speciale,
- se întocmeşte procesul verbal de recepție,
- se înregistrează probele în registrul de evidență şi recepție probe.

Recepția se efectuează de către responsabilul de încercare, în prezența şefului de laborator şi beneficiarului.

6.4. Pregătirea probei pentru încercare
Proba nu necesită o pregătire specială în vederea determinării, fiind necesară doar transvazarea cantitativă a conținutul vasului de barbotare (sau a vasului în care s-a făcut transportul probei) într-un balon cotat de 50 ml.

6.5. Pregătirea aparaturii de analiză şi măsurare
6.5.1. Balanța electronică de precizie, model KERN ABJ
Pregătirea şi verificarea stării de funcționare a balanței analitice KERN ABJ se face conform „Instrucțiuni de lucru pentru balanța analitică KERN ABJ".
Confirmarea metrologică a balanței electronice de precizie, model KERN ABJ se face în urma verificării metrologice de către BRML, prin grija Responsabilului metrologic şi se înregistrează în Fişa de echipament Nr.09-02 / Activități de mentenanță, Cod FL 5.5-04.

6.5.2. Spectrofotometrul UV-VIS, Thermo Scientific, model NICOLET EVOLUTION 100
Pregătirea şi verificarea stării de funcționare se face conform **„**Instrucțiuni de lucru pentru spectrofotometrul UV-VIS**"** Confirmarea metrologică a spectrofotometrului Thermo se face prin verificare metrologică de către BRML , conform PGL-10. Mentenanța se asigură de către o firmă de service iar înregistrările se fac în Fişa de echipament Nr.04-01./ Activități mentenanță, Cod FL 5.5-04.

6.6. Execuția analizei
6.6.1. Principiul metodei
Radicalul amoniu reacționează cu reactivul Nessler (tetraiodomercuriatul de potasiu), formând un complex solubil, de culoare galben-brun, care se măsoară spectrofotometric la 450 nm. Intensitatea colorației este proporțională cu cantitatea de amoniac.

6.6.2. Condiții de mediu

Echipamentele de măsurare trebuie etalonate şi utilizate într-un mediu controlat pentru a se asigura validitatea rezultatelor măsurărilor. Trebuie să se acorde o atenție cuvenită temperaturii, umidității, vibrațiilor, controlului prafului şi curățeniei. Conform cerințelor, temperatura ambientală trebuie să fie de 20^0C, valoare la care este calibrată sticlăria de laborator. În cazul în care există variații de temperatură de 20 ± 5^0C, la calculul incertitudinii standard se vor lua în calcul aceste variații de temperatură.

6.6.3. Prepararea soluțiilor

Soluțiile se prepară în conformitate cu Cap.5 Reactivi -STAS 10812-1976

Soluția absorbantă: acid sulfuric 0,01 n:

-se pipetează o cantitate de 0,266ml de acid sulfuric într-un balon cotat de 1000 cm³ ce conține aproximativ 500 cm³ apă pură, se aduce la semn cu apă pură se omogenizează.

Soluția de absorbție se păstrează în sticlă brună, etichetată.

Soluții etalon de clorură de amoniu:

a) Soluția etalon A:

3,141 g clorură de amoniu, uscată în prealabil în etuvă timp de 30 min la 105ºC şi apoi răcită în exicator se dizolvă în apă pură, într-un balon cotat de 1000 cm³ şi se aduce la semn cu apă ultrapură

1 cm³ soluție etalon A corespunde la 1 mg NH3

b) Soluție etalon B:

5 cm³ soluție etalon A se aduc la 500 cm³ cu acid sulfuric 0,01n, într-un balon cotat şi se omogenizează.

1 cm³ soluție etalon B corespunde la 10 µg NH_3.

Cântăririle efectuate la balanță se înregistrează în Caiet evidență cântăriri, Cod CL- 4.6- 01, model în Anexa 1 şi consumul de reactivi în Caiet evidență consum, Cod CL- 4.6- 02, model în Anexa 2.

6.6.4. Trasarea curbei de etalonare

Într-o serie de 6 baloane cotate de 50 ml se introduc în fiecare câte 30 ml soluție de absorbție, preparată conform pct 6.3.3., măsurați cu un cilindru gradat de 50 ml şi câte: 0; 2; 4; 6; 8; 10 ml soluție etalon de lucru B de clorură de amoniu, preparată conform pct.6.3.3., cu ajutorul unei pipete automate de 10 ml. În fiecare balon se adaugă câte 4 ml reactiv Nessler, măsurat cu o pipetă gradată de 5 ml, se aduce la semn cu soluție de absorbție şi se omogenizează prin agitare.

După 30 minute de la adăugarea reactivului Nessler se măsoară concentrația de amoniac din fiecare balon cotat la lungimea de undă de 450 nm, în cuve cu grosimea stratului de 1 cm, față de un martor de referință, care este soluția de absorbție cu reactiv Nessler.

Trasarea şi memorarea curbelor de etalonare ale spectrofotometrului Thermo se fac conform instrucțiunilor de lucru cu spectrofotometrul, folosind facilitățile softului Vision Lite.

Curba de etalonare se consideră bună atunci când coeficientul de corelație, R este mai mare de 0,999. Curba de etalonare astfel trasată se foloseşte pentru determinarile ulterioare ale concentrației de amoniac din atmosferă.

Curba de etalonare se păstrează în memoria calculatorului sau se poate lista la imprimantă şi se gestionează de RÎ. Curba de etalonare se gestionează de către responsabilul de analiză. Se păstrează în dosarul de curbe de etalonare: DCE 5.4-04-01 şi în softul calculatorului conectat la aparat. Curbele vechi sunt şterse din memoria spectrofotometrului, cu avizul şefului de laborator, iar originalul înlocuit se păstrează la arhiva laboratorului. Introducerea şi ştergerea din memorie a curbei de etalonare, precum şi predarea spre arhivare a curbelor vechi se realizează de către RÎ.

6.6.5. Măsurarea probei

Probele sunt prelevate conform pct. 6.2. din prezenta procedură şi transportate în laborator, în cam. 27. Proba se transvazează cantitativ în balon cotat de 50 ml, se adaugă apoi 4 ml reactiv Nessler, măsurați cu

o pipetă gradată de 5 ml şi se aduce la semn cu soluţie de absorbţie, preparată conform 6.6.3. Se omogenizează prin agitare şi se citeşte conţinutul de amoniac al probei după 30 minute, la lungimea de undă de 450 nm, în cuve cu grosimea stratului de 1 cm, faţă de o probă martor care conţine soluţie de absorbţie şi 4 ml reactiv Nessler, în balon cotat de 50 ml.
Citirile se fac la spectrofotometrul tip Thermo, de către executantul analizei, procedându-se conform instrucţiunilor de lucru pentru spectrofotometrul UV-VIS, model - NICOLET EVOLUTION 100.

6.7. Exprimare a rezultatelor şi înregistrarea lor

Formula de calcul a concentraţiei de amoniac din aer este:

$$\text{Amoniac } (NH_3) = \frac{c}{V} \quad (mg/m^3)$$

în care:
c = conţinutul de amoniac (NH_3) citit la spectrofotometru, în µg
V = volumul de aer recoltat, în dm^3, conform STAS 10812-76 Cap.8.

6.8. Înregistrare date, emitere a Raportului de încercare

Datele aferente analizei şi rezultatul final sunt înregistrate de executantul încercării în Dosar înregistrare rezultate analize, cod DA 5.4-01.
Rezultatele sunt transferate din DA în:
- Registrul de evidenţă a comenzilor externe şi rezultatelor la încercări, cod RL-4.4-01
- Registrul de evidenţă a rezultatelor pentru clienţi interni, cod RL – 5.4-

Transferul rezultatelor din DA în registrele de evidenţă rezultate se face de către RÎ în cazul comenzilor interne, şi de către ŞL/RÎ în cazul comenzilor externe. Verificarea transferului de date se face de către ŞL.
Pentru clienţii externi, se emit Rapoarte de încercare, cod FL-5.10-06; acestea sunt completate şi semnate de către de RÎ, supervizate de ŞL şi aprobate de directorul DLNR. La cerere, se pot emite rapoarte de încercare şi pentru clienţii interni. Rapoartele de încercare se întocmesc, verifică, aprobă şi gestionează conform PGL-5.10.

6.9. Transmiterea RI la beneficiar şi arhivarea acestuia

Transmiterea RI la beneficiar şi arhivarea acestuia se face în conformitate cu PGL-5.10

6.10. Validarea metodei de analiza

Validarea metodei de analiză se face conform PGL 5.4-Metode de încercare şi validarea metodei.

6.11. Estimarea incertitudinii de măsurare

Calculul incertitudinii de măsurare se face conform PO-01(Estimarea incertitudinii de măsurare. Calculul efectiv se face în dosarul de înregistrare rezultate analize.

6.12. Măsuri pentru asigurarea corectitudinii determinărilor şi rezultatelor

6.12.1. Pentru a asigura corectitudinea determinărilor, se vor respecta:
- aplicarea strictă a tuturor prevederilor prezentei proceduri, a celor generale şi operaţionale
- utilizarea corectă a aparaturii de laborator, în conformitate cu prevederile stipulate în instrucţiunile de lucru, manualele de operare,
- întreţinerea şi verificarea periodică a aparatului în conformitate cu planul de mentenanţă,
- asigurarea parametrilor climatici (temperatură, umiditate) în camera de lucru a aparatului şi păstrarea curăţeniei în camera de lucru

6.12.2. Calitatea rezultatelor analizelor este asigurată prin:

- verificarea tehnicii de lucru, a calculelor şi rezultatelor intermediare de către şeful de laborator
- verificarea periodică a curbelor de etalonare, utilizând probe de control.

Acestea pot fi:

- proba martor de reactivi, numită şi "proba oarbă" sau probă „blank";
- soluții etalon interne cu anumite concentrații cunoscute de analit, pentru control de rutină, fie de mijlocul curbei, fie una de concentrație scăzută şi alta de concentrație ridicată.

Proba martor de reactivi se foloseşte pentru:

- a determina / verifica limita de detecție;
- identificarea schimbărilor în calitatea reactivilor sau în parametri echipamentului de măsurare.

Efectuate la începutul sau sfârşitul unei serii de încercări, ajută la identificarea erorilor şi tendințelor sistematice ale rezultatelor.

- participarea la sisteme de comparații între laboratoare.

6.13. Gestionare reziduuri

Reziduurile lichide rezultate nu se vor arunca la chiuvetă. La sfarşitul fiecărei analize, acestea se colectează într-un bidon amplasat în nişă, etichetat corespunzător. Reziduurile lichide se ridică lunar, în vederea tratării şi eliminării lor, de către o firmă specializată, cu care ANPM are un contract ferm.
Vârfurile de pipete folosite se colectează în pungi mari de plastic, depozitate în dulapurile de la nişă şi se trimit la fiecare 3 luni aceleiaşi firme, în vederea eliminării.

6.14. Măsuri de protecția muncii

1.Se vor respecta prevederile Normelor Specifice de protecție a muncii pentru laboratoarele de analize fizico-chimice şi mecanice aprobate prin Ordin Nr.339/1996.
2. Pentru substanțele chimce utilizate se vor face cunoscute tipurile de pericole asociate prin pictogramele de pe ambalaje şi se vor respecta frazele de risc şi securitate.
3. Pentru evitarea contactului cu pielea în timpul manipulării reactivilor se vor folosi mănuşile de protecție şi halatul de protecție.
4.Manipularea solvenților se va realiza sub nişă.

7. ÎNREGISTRĂRI

Nr. Crt.	Inregistrare	Suport/Cod	Completează	Loc de păstrare/ Durata
1.	Comenzi clienți	Registru evidență comenzi Cod RL-4.4-02	Şef de laborator	Laborator/ camera 13 3ani
2.	Prelevare probe	Dosar prelevare Cod DP-5.7-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 teren/3 ani
3.	Curbe Etalonare	Dosar curbe etalonare Cod DCE-5.4-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani
4.	Cântăriri	Caiet evidență cântăriri Cod CL- 4.6- 02	Responsabil încercări	Laborator/ camera 25 3 ani

5.	Consum	Caiet consum pe analiză Cod CL- 4.6-01	Responsabil încercări	Laborator/ Camera 27 3 ani
6	Dosar analize	Dosar înregistrare rezultate analize Cod DA – 5.4-02	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani
7.	Probe primite	Registru de evidenţă şi recepție probe primite Cod RL-5.7-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani
8.	Rezultate analize	Raport de încercare/ Cod RI-5.10-01	Responsabil încercare/ Sef laborator	Laborator/ Camera 13 10 ani
9.	Evidența RI	Registru de evidență RI/Cod RL-5.10-01	Responsabil de încercare	Laborator/ Camera 13 10 ani
10.	Fişă echipament/ Activități mentenanță	Formular / Cod 5.5-04	Responsabil încercare	Laborator

8. RESPONSABILITĂȚI

8.1. Şef de laborator

Conduce activitatea de implementare a prezentei proceduri specifice de lucru la nivelul Laboratorului.
Verifică corectitudinea inregistrarii rezultatelor aferente prezentei proceduri.
Verifică şi semnează rapoartele de încercare
Conduce si coordoneaza programul de etalonare, de mentenanţă şi verificare metrologică.
Verifica, conduce si controleaza activitatea responsabililor de analiza si a analistilor in ceea ce priveste realizarea determinarii NH3 din aer conform prevederilor prezentei proceduri.

8.2. Responsabil analiză/încercare

Coordoneaza si verifica planificarea recoltarii si executiei determinarilor aferente prezentei proceduri.
Coordoneaza si verifica pregatirea materialelor, reactivilor, consumabilelor de orice natura utilizate pentru prelevarea probelor de aer in vederea analizei NH3 din aer.
Coordoneaza si verifica modul de prelevare a probelor.
Coordoneaza si verifica modul de efectuare a analizei
Aduce la cunoştință şefului de laborator orice neconformitate apărută în activitate, precum şi orice disfuncționalitate apărută în funcționarea aparaturii de laborator
Redactează Rapoartele de încercări

8.3. Analist

Recepționează probele şi le înregistrează.
Efectueaza prelevarea probelor si inregistrarea acestora.
Efectueaza determinarile concentratiei de NH3 conform prezentei proceduri si instructiunilor de lucru
Efectueaza calculele si inregistreaza rezultatele prevederilor prezentei proceduri
Asigură ordinea şi curățenia la locul de muncă

8.4. Responsabil calitate

- Difuzează prezenta procedură
- Gestionează originalul procedurilor
- Asigură respectarea prevederilor procedurii din punct de vedere al sistemului de management implementat.

8.5. Responsabil metrologie

- Urmăreşte realizarea verificărilor metrologice prin menținerea legăturii cu BRML,
- Urmăreşte realizarea activităților de mentenanță

9. ANEXE :

1- Model CL- 4.6-01
2- Model CL- 4.6-02
3- Model DP- 5.7-01
4- Model RL- 5.10-01
5- Model DA- 5.4-01

ANEXA Nr.1

Model / Caiet evidență cântăriri CL – 4.6-01

Nr.crt.	Dată/oră	Condiții incintă	Balanța utilizată	Denumirea obiectului	Masa cântărită/gr.	Nume Prenume	Semnătura	Observații
1	2	3	4	5	6	7	8	9

ANEXA Nr.2

Model / Caiet evidentă consum CL – 4.6-02

Nr.crt	Dată	Reactivi, Substanțe chimice	Cantitate/ UM	Activități/ analize	Nume prenume/ semnătură
1	2	3	4	5	6

ANEXA Nr.3

Model / Dosar prelevare probe DP-5.7-01

Nr. Crt.	Indicator/ Cod probă	Punct prelevare	Începerea recoltării		Sfârşit recoltare		Volum recoltat [l]	Debit aspirat [l]	Tip prelevator	Persoana Semnătura	Observații Condiții de mediu
			Dată	Oră	Dată	Oră					
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

ANEXA Nr.4

Model / Registru de evidență a rapoartelor de încercare -RL 5.10-01

Nr.crt.	Data emiterii	Nr. RI	Beneficiar	Obiect de incercat	Incercari efectuate	Semnatura de primire a RI
1	2	3	4	5	6	7

ANEXA Nr.5

Model/ Dosar înregistrare rezultate analize- DA 5.4-01

Nr.crt	Data înregistrării	Indicator	Cod analiză	Absorbanța	Citire conc.aparat	Concentrație calculată	Verificare Șef laborator
1	2	3	4	5	6	7	8

ANPM-Bucureşti
Laboratorul Național de Referință Aer

INSTRUCȚIUNI DE UTILIZARE
Pompa de prelevare gaze DESAGA

I. Punere în funcțiune:

A.Operațiuni preliminare

- Se aşează aparatul pe o suprafață perfect orizontală, în punctul de prelevare ales
- Se conectează furtunurile: cel dintre vasul de absorbție cu silicagel şi vasele barbotare, se conectează furtunul prin care se face aspirarea, se verifică legăturile dintre vasele de barbotare
- Se conectează pompa la rețeaua de alimentare curent.

B. Umplerea vasului de absorbție

Înainte de fiecare prelevare, se verifică starea silicagelului.Acesta are rolul de a absorbi gazele corozive şi umiditatea. Silicagelul îşi schimbă culoarea din albastru în culoarea roz, moment în care trebuie schimbat. În acest caz se procedează astfel:

- Se presează în jos clapeta de fixare a vasului de absorbție
- Se scoate vasul, se deşurubează capacul superior
- Se goleşte vasul, de silicagelul epuizat
- Se umple vasul cu o nouă cantitate de silicagel de culoare albastră
- Se înşurubează capacul,urmărind ca filtrul să fie fixat în locaşul lui
- Se apasă din nou clapeta de fixare
- Se introduce vasul la locul lui.

C. Montarea vaselor de barbotare

Prelevarea se realizează prin barbotarea unui volum de aer într-o soluție absorbantă, astfel:

- În vasele de prelevare se introduce soluția absorbantă specifică, în cantitatea specificată de metoda de încercare
- Se înşurubează capacul la fiecare vas de barbotare. Capacele sunt prevăzute cu filtre din frită de sticlă, rezistente la coroziune, care servesc ca filtre de praf adiționale
- Se aşează vasele în stativul destinat lor şi se leagă în serie
- Se face legătura vaselor cu furtunul de prelevare, având grijă să se respecte sensul de prelevare, care este marcat; în caz contrar soluția absorbantă de prelevare din vasele de prelevare ajunge în vasul cu silicagel.

II. Operarea pompei

1. Pornirea prelevatorului:

- Se porneşte aparatul de la întrerupătorul de rețea de pe panoul frontal.
  În timpul inițializării , în display vor apărea:
  - versiunea de program:

DESAGA
G S 312 = (V 2 .0c)

-meniul principal:

M00			timp/data
STRT	PAR	OUT	OPT

În rândul superior sunt afişate:

- poziția curentă a ultimei măsurători M00,
- durata de prelevare
- data.

În rândul inferior sunt afişate submeniurile.Submeniul dorit se poate alege cu tastele funcționale **F1- F4** corespunzătoare fiecăruia.

Semnificația abrevierilor:

- **STRT**: pentru startul măsurătorii,
- **PAR**: pentru parametrii măsurătorii,
- **OUT**: pentru afişarea şi tipărirea rapoartelor,
- **OPT**: pentru opțiuni legate de lucrul cu aparatul.
-

2. Alegerea opțiunilor:

- Se apasă tasta **F4 (OPT)** pentru a intra în submeniul cu opțiuni, în care se poate:

- reseta numărul de probe la „0”,
- tipări toate rapoartele memorate,
- fixa data şi ora,
- seta parametri.

*OPTIONS *
NUM PRA CLK INST

NUM: resetează nr. probe la 0,
PRA : tipăreşte toate repoartele memorate,
CLK : fixare dată şi oră,
INST : setare parametri.

- Se apasă tasta **F4 (INST)** pentru a face setarea parametrilor. Setarea de bază trebuie făcută o singură dată, deoarece toți parametrii sunt salvați.

*OPTIONS *
Deka –Min no

< Enter >

*OPTIONS *
Deka –Min yes

Dacă se alege „yes” timpul măsurat pe probă se socoteşte în zeci de minute.

- Se apasă pe v (săgeată în jos) pentru următorul punct al meniului,
- Se apasă pe ^ (săgeată în sus) pentru reîntoarcere la punctul anterior din meniu,
- Se apasă pe **ESC** pentru a revini la meniul anterior .
-

3. Fixare dată şi oră:

- Se apasă tasta **F3 (CLK)** pentru fixare dată şi timp,
- Opțiunile sunt pentru oră, minute, zi, lună şi an,
- Se scrie în fiecare opțiune cu cifre ,
- Se confirmă cu **ENTER**, după fiecare activare.

4. Resetarea numărului de probe la zero:

- Se apasă tasta **F1 (NUM),**

Sample No: Delete > ENTER

- Se apasă tasta **ENTER** pentru confirmarea resetării Pe lângă numărul de raport (de la 1 la 20), pentru fiecare probă este ataşat un alt număr,
- Se apasă tasta **ESC** pentru ieşirea din meniu fără resetare.

5. Introducerea parametrilor:

Înainte de prelevarea probelor trebuie precizați parametri de lucru: durata prelevării, debitul de aer prelevat.

Parametrii rămân memorați şi după deconectarea aparatului.Din acest motiv se pot face alte recoltări fără a fi nevoie să se reînnoiască parametrii.

- Se apasă tasta **F2 (PAR)** pentru a edita parametrii pentru măsurătoare,

PARAMETRII PRE CON

- Se apasă tasta **F1** pentru preselecție,
- Se selectează volumul,timpul,

PARAMETERS Select: Volume/Time

V

PARAMETERS Volume/Time : l/min

- Se scrie cu cifre parametrul selectat,
- Se confirmă cu **ENTER**.

6. Prelevarea probelor:

Prelevarea probelor poate fi realizată :

- Automat la un timp programat prin apăsarea tastei **F3 (CON)**,
- Manual prin apăsarea tastei **F1**(**STRT** în meniul principal), cu afişarea mesajului:

Time 000:01Dmin L MIN ºC

Dacă a fost ales startul manual, prelevarea începe imediat.

În timpul prelevării volumul, timpul scurs de la începutul prelevării şi temperatura sunt măsurate, cu posibilitatea afişării acestora, apăsând pe una din tastele **F1** la **F3.**

F1: L- volumul deja prelevat

F2: MIN - timpul scurs de la începutul prelevării

F3: Temperatura în contorul de gaz.

7. Afişarea rezultatelor:

- Se apasă tasta **F3 (OUT)** în meniul principal pentru a intra în submeniul „ieşiri”,
- Se apasă tasta **F1(DISP)** pentru a vedea un raport pe display folosind săgeata în jos (durata de prelevare, volum prelevat, temperatură, presiune).

8. Început / sfârşit al memoriei:

- Cu tasta **F3 (BEG / END)** se poate sări la început/sfârşit listă cu rapoarte.

9. Ştergerea unei locații de memorie:

- Cu tasta **F4 (DEL)** conținutul unei locații de memorie este ştearsă.

10. Oprirea prelevatorului:

Când se ajunge la parametrii preselectați, pompa se deconectează automat.

- Se opreşte aparatul de la întrerupătorul de rețea de pe panoul frontal,
- Se deconectează aparatul de la sursa de alimantare cu electricitate
- Se dezasamblează ansamblul de prelevare.

11. Mesaje de eroare:

Prelevatorul are mesaje de eroare când:

- tensiunea de alimentare în timpul unei prelevări este prea mică
- bateria internă este slăbită
- prelevarea a fost întreruptă cu tasta ESC
- în timpul prelevării a fost o cădere de tensiune.

Aprobat,
Şef laborator, Iuliana Neacşu

Întocmit,
Adriana Zlătan / Consilier
Data . 22.10.2008

ANPM-Bucureşti
Laboratorul Naţional de Referinţă Aer

INSTRUCŢIUNI DE UTILIZARE
SPECTROFOTOMETRUL UV-VIS – model Nicolet Evolution 100

A. UTILIZAREA SPECTROFOTOMETRULUI UV-VIS FĂRĂ PC

1. PORNIREA APARATULUI

- pentru pornirea aparatului se comută butonul din spatele spectrofotometrului din poziţia **OFF(O),** pe poziţia **ON(I)**;
- se lasă 2-3 minute pentru testul de iniţializare;

2. ANALIZA PROBELOR:

2.1. Selectarea unei metode din memorie

- din pagina principală **(HOME)** se apasă **ENTER,** atunci când **LIBRARY** este selectat;
- se apasă **ENTER** când este selectată metoda din săgeţi: sus/jos;
- se apasă **ENTER** când este selectat **LOAD;**

2.2. Măsurarea concentraţiei unei probe

- după ce metoda a fost selectată**, vezi punctul 2.1,** se introduce martorul şi se apasă **ZERO BASE**;
- se introduce proba şi se apasă **RUN;**

3. RIDICAREA CURBEI DE ETALONARE

- din pagina principală **(HOME)** se selectează metoda pentru etalonare **QUANT** şi se apasă **ENTER;** se deschide fereastra de lucru**;**
- se selectează **ID şi** se apasă **ENTER,** deschizându-se o fereastră în care putem scrie numele metodei (se alege literă cu literă folosind săgeţile sus/jos, stânga/dreapta, iar la sfârşitul selecţiei se apasă **ENTER**); numele metodei este incrementat apăsând **ACCEPT**;
- pentru notarea lungimii de undă se selectează, cu ajutorul săgeţilor, opţiunea **WAVELENGHT;** se incrementeză valoarea apăsând **ENTER;**
- se selectează opţiunea **INTEGRATION** (timpul de integrare) şi se tastează valoarea 1s**;**
- pentru introducerea valorilor etaloanelor pe care vrem să le avem pe curba de etalonare, se selectează opţiunea **STANDARDS**, se apasă **ENTER,** se scrie valoarea din cifre, iar la sfârşit se incrementează valoarea apăsând **ENTER;**
- se reia procedura pentru fiecare etalon;
- pentru incrementarea valorilor, precum şi a numărului de etaloane se apasă **ACCEPT;**
- pentru măsurarea etaloanelor de 2 sau 3 ori se accesează **REPLICATES,** se apasă **ENTER,** se scriu valorile**,** se incrementează valorile apăsând **ENTER;**

- pentru a scrie unitatea de măsură în care vor fi afişate rezultatele, se selectează opțiunea **UNITS.** După fiecare literă se apasă **ENTER** şi în final se incrementează apăsând **ACCEPT**.
- se selectează **CURVE FI**T, se apasă **ENTER** şi se alege opțiunea dorită pentru trasarea curbei (ex: **LINEAR TO ZERO**);
- se introduce cuva ce conține martorul în caruselul spectrofotometrului, se închide compartimentul şi se apasă **ZERO BASE**;
- se apasă **CALIBRATE**;
- se apasă **ENTER**;
- se introduce primul etalon în aparat;
- se apasă **RUN**;
- se repetă ultimele două secvențe pentru fiecare etalon;

3.1. Salvarea metodei (curbei de calietalonare) în memorie

1. se apasă **SAVE METHOD;**
2. se scrie numele fişierului;
3. se incrementeză apăsând **ACCEPT**;
4. se salvează apăsând **SAVE**;

B. UTILIZAREA SPECTROFOTOMETRULUI UV-VIS CU PC

1. RIDICAREA CURBEI DE ETALONARE

- pentru pornirea aparatului se comută butonul din spatele spectrofotometrului din poziția **OFF(O),** pe poziția **ON(I)**;
- se lasă 2-3 minute pentru testul de inițializare;
- se porneşte **PC**;
- se comută spectrofotometrul pe **REMOTE** şi se dă clic pe iconița **VISION LITE;**
- se selectează metoda de lucru **- QUANT;**
- se dă clic pe **GO TO CALIBRATE MODE;**
- se completează tabelul **STANDARD DATA** cu concentrațiile etaloanelor**;**
- se notează lungimea de undă dorită;
- se stabileşte timpul de integrare şi unitatea de măsură pentru concentrație**;**
- se introduc cuvele în caruselul spectrofotometrului, în poziția 1 proba martor**;**
- se dă clic pe **AUTOZERO;**
- se dă clic pe **MEASURE STANDARDS;**
- se bifează opțiunea **Measure blank;**
- se accesează **MEASURE;**

1.1. Salvarea curbei de etalonare

- se dă clic pe **FILE;**
- se selectează **SAVE METHOD;**
- se notează numele metodei**;**
- se dă **ok** sau **SAVE;**

1.2. Deschiderea unei metode de lucru

- se accesează din meniul **FILE** opțiunea **OPEN METHOD;**
- se selectează metoda dorită**;**
- se dă **ok** sau **OPEN;**

2. ANALIZA PROBELOR

- se accesează **GO TO SAMPLES MODE;**
- se deschide metoda dorită, conform procedurii descrise mai sus**;**
- se dă clic pe **MEASURE SAMPLE;**
- se introduc proba martor şi proba de analizat în poziția 1, respectiv 2 a caruselului**;**
- se bifează casuța **MEASURE blank;**
- se scrie numele probei**;**
- se scrie numele fişieerului în care vor apărea rezultatele determinării **(Result filename);**
- se dă clic pe **MEASURE;**
- se închide şirul de probe cu **CLOSE;**

2.1 Salvarea rezultatelor

- se dă clic pe **FILE**;
- se alege **EXPORT RESULTS** ;
- se accesează **SAVE**

2.2 Deschiderea rezultatelor

- se dă clic pe **FILE**;
- se alege **LOAD RESULTS** ;
- se accesează **OPEN**.

3. OPRIREA APARATULUI

- după terminarea probelor, se închide programul **VISION LITE** (colțul dreapta sus);
- se apasă **HOME** din tastatura spectrofotometrului;
- se închide aparatul de la comutatorul din spate.

Data,
20.10.2008

Aprobat,
Şef Laborator Aer,
Iuliana NEACŞU

Întocmit,
Alina ILIE/consilier principal

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115

DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.9. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU
DETERMINAREA HIDROGENULUI SULFURAT
大気中の硫化水素測定標準作業手順書(SOP)

目次

1. 目的
2. 適用範囲
3. 参考文献及び関係文書
4. 定義及び略称
5. 分析工程フロー
6. 分析作業
   6.1. 必需品（使用器具、使用試薬、機器及び消耗品）
   6.2. 試料採取
   6.3. 分析ラボラトリーにおける試料の受け入れ
   6.4. 試料の前処理
   6.5. 機器の準備
   6.6. 分析の実施
   6.6.1. 測定手順概要
   6.6.2. 分析環境条件
   6.6.3. 溶液の準備
   6.6.4. 検量線溶液の作製及び検量線
   6.6.5. 試料の分析
   6.7. 計算結果の記録
   6.8. 検査および試験報告の作成
   6.9. 試験報告の送付と保存
   6.10. 分析方法のバリデーション
   6.11. 不確かさの見積もり
   6.12. 適正な測定の確保手段
   6.13. 廃棄物管理
   6.14. 作業保護
7. 記録関連
8. 責任者関連事項
9. 附属書

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel 021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

1.9. PROCEDURĂ SPECIFICĂ DE LUCRU DETERMINAREA HIDROGENULUI SULFURAT Hydrogen Sulfide Measurement

EDIȚIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:

DIFUZAT ÎN REGIM CONTROLAT. EXEMPLAR NR.....

APROBAT:
Director DLNR,Crina Hoțoiu
DATA :

ELABORAT:
Responsabil determinare
DATA :

VERIFICAT:
Şef laborator, Iuliana Neacşu
DATA:

DATA APROBĂRII/APLICĂRII:

Notă: Documentul de față este proprietatea Serviciului laborator aer aparținând ANPM . Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul laboratorului.
Copiile sunt numerotate şi controlate.

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed.1/ Rev.0				

Cod: FL 4.3-03
Editia 1/data:
Revizia 0/data:

CUPRINS

1. **Scop**
2. **Domeniu de aplicare**
3. **Documente de referință şi conexe**
4. **Definiții şi abrevieri**
5. **Diagrama de flux a procesului**
6. **Descrierea activității**
7. **Înregistrări**
8. **Responsabilități**
9. **Anexe**

1. SCOP

Prezenta procedură stabileşte modul de organizare şi desfăşurare a activității pentru determinarea hidrogenului sulfurat din aerul atmosferic în vederea asigurării şi confirmării capabilității tehnico-organizatorice a laboratorului de analize în scopul satisfacerii cerințelor impuse de standardele naționale şi internaționale în vigoare, precum şi a cerințelor beneficiarilor.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura se aplică de către personalul laboratorului pentru analiza hidrogenului sulfurat prelevat din aerul atmosferic prin barbotarea în soluție absorbantă suspensie de Cd(OH2). Metoda se poate aplica pentru concentrații ale H2S de 0.0025 până la 0.2mg/m^3.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ ŞI CONEXE

3.1. Documente de referință

3.1.1. SR EN ISO /CEI 17025/2005 - Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonari.
3.1.2. SR EN ISO 9000/2006 - Sisteme de management al calității. Principii fundamentale şi vocabular.
3.1.3. SR EN-ISO 9001/2001 - Sisteme de management al calității. Cerințe.
3.1 4. STAS 10814-76 - „Puritatea aerului. Determinarea hidrogenului sulfurat."
3.1.5. STAS 12574-87- „Aer din zonele protejate. Condiții de calitate"
3.1.6. STAS 10331-1989 - "Puritatea aerului. Reguli generale de luare a probelor.

3.2. Documente conexe

3.2.1. Manualul Calității, Cod: MC - 01,
3.2.2. Instrucțiuni de lucru prelevator gaze, pompă model DESAGA GmbH - tip GS 312
3.2.3. Instrucțiuni de lucru pentru spectrofotometrul UV-VIS, model - NICOLET EVOLUTION 100
3.2.4. Instrucțiuni de lucru pentru Sistemul de distilare apă, tip Ultra Clear TWF ,
3.2.5. Instrucțiuni de lucru pentru balanța electronica de precizie, tip KERN ABJ
3.2.6. Instrucțiuni de lucru etuva, Memmert tip UFE
3.2.7. Manual tehnic şi de operare al echipamentului

4. DEFINIȚII ŞI ABREVIERI

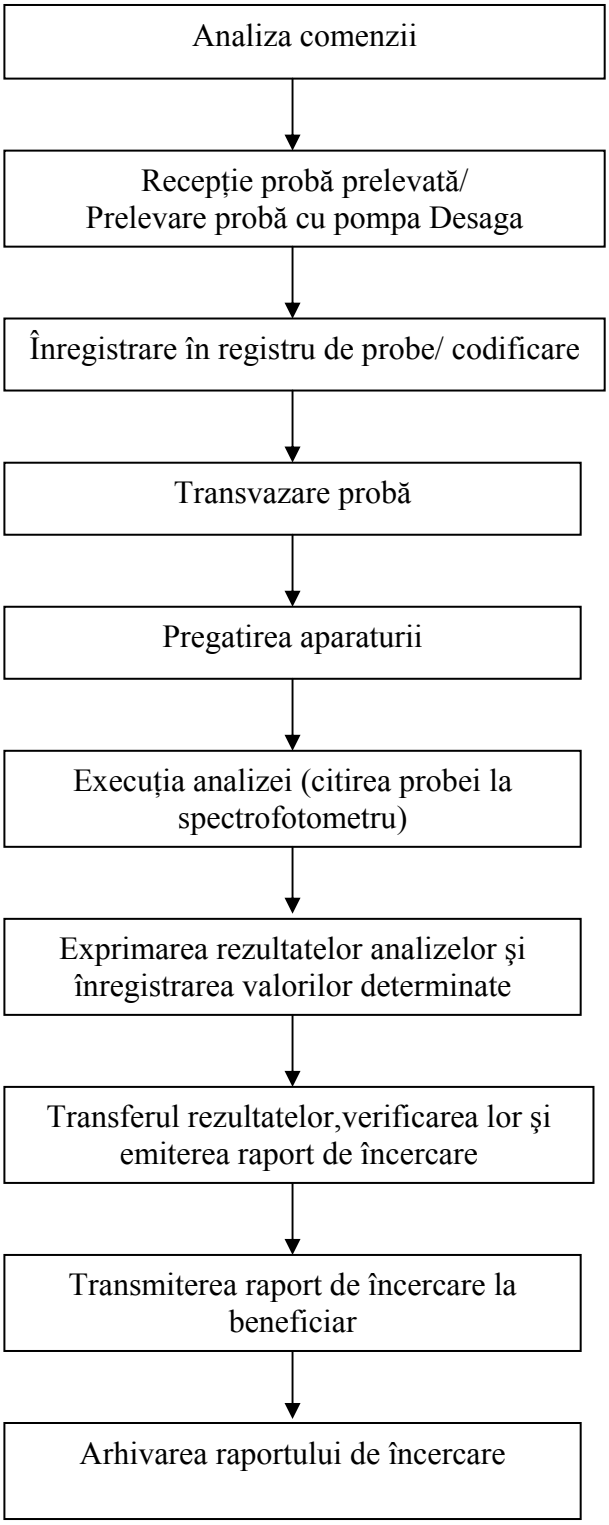
4.1. Definiții :

4.1.1. analiză
toate operațiile efectuate după pregătirea probei pentru a determina cantitatea sau concentrația hidrogenului sulfurat,
4.1.2. analit
component al probei, hidrogenul sulfurat, a carui concentrație urmează a fi determinată,
4.1.3. soluție martor de etalonare
soluția etalon preparată, pentru care concentrația hidrogenului sulfurat se consideră a fi zero,
4.1.4. soluție de etalonare
soluție folosită pentru etalonarea instrumentului analitic, conținând hidrogenul sulfurat la o anumită concentrație, preparată prin diluarea soluției etalon concentrată,
4.1.5. soluție stoc
soluție de concentrație precis cunoscută din care se prepară diluțiile necesare analizei,
4.1.6. limita de detecție instrumentală,
cea mai mică cantitate de analit care este detectată de un instrument de măsurare,
4.1.7. limita de detecție a metodei
cea mai mică cantitate de analit care este detectabilă aplicând metoda, şi care se stabileşte prin analiză,

4.2. Abrevieri

DLNR-Direcția Laboratoare Naționale de Referință**,**
MC -Manualul Calității,
PGL -Procedură Generală de Lucru,
PO -Procedură Operationala,
PSL -Procedură Specifică de Lucru,
IL -Instrucțiune de Lucru ,
CL -Caiet de lucru,
DP -Dosar prelevare,
DA -Dosar rezultate ale analizelor,
DCE -Dosar curbe etalonare,
RL -Registru de lucru,
FL - Formular laborator,
RÎ - responsabil de încercare,
ŞL - şef de laborator,

5. DIAGRAMA DE FLUX A PROCESULUI DE DETERMINARE A HIDROGENULUI SULFURATUI



6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Resurse necesare

În vederea bunei desfăşurări a activității, la sfârşitul fiecarui an responsabilul de analiză întocmeşte necesarul de consumabile necesare desfăşurării analizei (reactivi, filtre, sticlărie, butelii, MRC, materiale diverse) şi îl transmite şefului de laborator în vederea întocmirii referatelor de necesitate şi bugetului pentru anul care va urma.

Necesarul de piese de schimb este cuprins în contractul de mentenanță încheiat pentru fiecare echipament şi este exclusiv în sarcina firmei prestatoare de servicii.

6.1.1. Aparatura necesară

- prelevator de gaze DESAGA, tip GS 312, fişă 06-03
- balanță analitică, tip ABJ 220-AM, fişă 09-02/ ANPM / Laborator Aer –Et 1, camera 25
- spectrofotometru, tip Nicolet Evolution 100, fişă 04-01/ ANPM Laborator Aer –Et 1, camera 13
- etuvă, Memmert tip UFE, fişă 10-02/ ANPM / Laborator Aer –Et 1, camera 27
- sistem de purificare apă, tip Ultra Clear TWF, fişă 07-01/ ANPM/ Laborator Aer –Et 1, camera 14
- maşină de spălat sticlărie, model GW 4050C, fişă 15-01/ ANPM / Laborator Aer –Et 1, camera 27

6.1.2. Reactivi

a) Acid sulfamic
b) Acid clorohidric
c) Acid ortofosforic
d) Clorură ferică
e) Diclorhidrat de N,N-dimetil-p-fenilediamină
f) Sulfură de sodiu
g) Sulfat de cadmiu
h) Hidroxi de sodiu

6.1.3. Sticlărie şi materiale

- Baloane volumetrice cotate, confecționate din sticlă borosilicată:
  - 1000 ml ± 0,40ml / 20ºC ,
  - 500 ml ± 0,25ml / 20ºC,
  - 100 ml clasa A
  - 25 ml clasa A
- Pipete din sticlă borosilicată:
  - 10 ml ± 0,05 ml. / 20º C,
  - 5 ml ± 0,03 ml / 20º C,
  - 1ml ± 0,007 ml / 20º C
- cilindru gradat, sticlă borosilicată, 50 ml
- Pipetă automată: 1000 µl
- Pipetă automată: 10 ml
- Pîlnie analitică cu tijă scurtă
- Fiolă pentru cântărire
- Exicator
- Pară de cauciuc pentru pipete
- Stativ pentru pipete
- cuve din cuarț cu drum optic de 1 cm pentru spectrofotometru

Sticlăria este însoțită la livrare de certificat de calitate.

6.2. Prelevarea probelor

6.2.1. *Pregătirea vaselor de laborator şi a barbotoarelor*

Sticlăria de laborator şi componentele din sticlă ale instalației de prelevat probe de aer trebuie să fie absolut curate, protejate împotriva prafului. Sticlăria se spală cu apă şi detergent imediat după efectuarea determinării, după care se clătește bine cu apă ultrapură. Se usucă prin scurgere sau uscare la etuvă.

Vasele de absorbție se clătesc după fiecare recoltare cu cca. 5 ml soluție de absorbție, care se adaugă la proba prelevată.

Atenție: a nu se depăşi volumul total de soluție pentru analiză !

Operațiile sunt efectuate de către executantul prelevării/încercării.

6.2.2. *Pregătirea echipamentului de prelevare*

Pregătirea prelevatorului de gaze tip Desaga se face conform Instrucțiunilor de utilizare. Verificarea stării de funcționare şi pregătirea acesteia se fac de către executant, conform instrucțiunilor specificate de metoda de prelevare a hidrogenului sulfurat din aer în STAS 10814-76 şi a Instrucțiunilor de utilizare pentru prelevatorul Desaga. Se va avea grijă ca prelevatorul să fie aşezat pe un suport orizontal, astfel încât aparatul să stea în poziție verticală pentru a asigura funcționarea corectă a contorului de gaze.

In cazul constatării de nereguli sau defecțiuni se anunță şeful de laborator, se înregistrează în „Fişa de echipament Nr.06-03 / Activități de mentenanță", Cod FL 5.5-04, şi se identifică acțiunile necesare pentru eliminarea lor.

6.2.3. Efectuarea *prelevării*

La prelevarea probelor medii de 24 ore se vor respecta instrucțiunile descrise în standardele de metodă: STAS 10814-76 pct. 2.3 şi instrucțiunile de utilizare pentru pompa de prelevare DESAGA. Datele de prelevare se înregistrează în dosarul de prelevări, cod DP 5.7-04-01, model în Anexa 3. Prelevarea se va face cu un debit de aer de 0.2 dm3 aer/min pentru probe medii de 24 ore.

Probele se prelevează în câte 2 vase de absorbție din sticlă, conform Instrucțiunilor de utilizare pentru pompa Desaga, în care se introduc 10 ml soluție absorbantă în fiecare vase pentru hidrogenul sulfurat, preparată conform pct. 6.6.3. După expirarea timpului de prelevare, proba recoltată se pregăteşte pentru analiză sau se stochează pentru maximum 24h, în frigider.

Prelevatorul de gaze este amplasat în punctul de prelevare stabilit conform instrucțiunilor din STAS 10331/1989, pentru monitorizarea acestui indicator.

6.2.4. *Interferențe*

La determinarea hidrogenului sulfurat din aer interferă: oxizii de azot (în concentrație de peste 10 ori mai mare decât cea de hidrogen sulfurat), bioxidul de sulf (în concentrație de peste 20 ori mai mare decât cea de hidrogen sulfurat).

6.3. Recepția probelor în laborator

1. În cazul în care prelevarea se efectuează de către personalul laboratorului:
   - datele de prelevare se înregistrează în dosarul de prelevări probe noxe gazoase, cod DP 5.7-04-01, model în Anexa3,
   - responsabilul de analiză atribuie pentru fiecare probă codul unic de analiză,
   - probele prelevate se analizează imediat.
2. În cazul în care probele prelevate sunt aduse de beneficiar se urmăreşte, în principal:
   - ambalarea corespunzătoare, fără risc de contaminare şi intercontaminare,

- integritatea probei ,
- corespondența între probe şi eventualele mențiuni speciale,
- se întocmeşte procesul verbal de recepție,
- se înregistrează probele în registrul de evidență şi recepție probe.

Recepția se efectuează de către responsabilul de încercare, în prezența şefului de laborator şi beneficiarului.

6.4. Pregătirea probei pentru încercare

Proba nu necesită o pregătire specială în vederea determinării, fiind necesară doar transvazarea cantitativă a conținutul vasului de barbotare (sau a vasului în care s-a făcut transportul probei) într-un balon cotat de 25 ml.

6.5. Pregătirea aparaturii de analiză şi măsurare

6.5.1. Balanța electronică de precizie, model KERN AB*J*

Pregătirea şi verificarea stării de funcționare a balanței analitice KERN ABJ se face conform IL „Instrucțiuni de lucru pentru balanța analitică KERN ABJ".

Confirmarea metrologică a balanței electronice de precizie, model KERN ABJ se face în urma verificării metrologice de către BRML, prin grija Responsabilului metrologic şi se înregistrează în Fişa de echipament Nr.09-02 / Activități de mentenanță, Cod FL 5.5-04.

6.5.2. Spectrofotometrul UV-VIS, Thermo Scientific, model NICOLET EVOLUTION 100

Pregătirea şi verificarea stării de funcționare se face conform IL 02 „Instrucțiuni de lucru pentru spectrofotometru Thermo". Confirmarea metrologică a spectrofotometrului Thermo se face prin verificare metrologică de către BRML , conform PGL-10. Mentenanța se asigură de către o firmă de service iar înregistrările se fac în Fişa de echipament Nr.04-01./ Activități mentenanță, Cod FL 5.5-04.

6.6. Execuția analizei

6.6.1. Principiul metodei

În mediu puternic acid, în prezența ionul Fe3+, N,N-dimetil-p-fenilendiamina reacționează cu ionul S2-, formînd un compus fenotiazinic, albastrul de metilen, care se măsoară spectrofotometric la 670 nm. Intensitatea colorației este proporțională cu cantitatea de ioni S2-.

6.6.2. Condiții de mediu

Echipamentele de măsurare trebuie etalonate şi utilizate într-un mediu controlat pentru a se asigura validitatea rezultatelor măsurărilor. Trebuie să se acorde o atenție cuvenită temperaturii, umidității, vibrațiilor, controlului prafului şi curățeniei. Conform cerințelor, temperatura ambientală trebuie să fie de 20^0C, valoare la care este calibrată sticlăria de laborator. În cazul în care există variații de temperatură de 20 ± 5^0C, la calculul incertitudinii standard se vor lua în calcul aceste variații de temperatură.

6.6.3. Prepararea soluțiilor

Soluțiile se prepară în conformitate cu Cap.5 Reactivi -STAS 10814-1976

Soluția absorbantă: suspensie de Cd(OH2):

-se cântăreşte o cantitate de 5.0 g de sulfat de cadmiu se dizolvă cu 500 cm³ apă pură într-un balon cotat de 1000 cm³ şi o cantitate de 0.4 g NaOH care se introduce în acelaşi balon cotat. Se aduce la semn cu apă pură, se omogenizează; soluția de absorbție se păstrează în sticlă brună, etichetată.

Soluții etalon:

0.750 g sulfură se dizolvă în apă pură, într-un balon cotat de 500cm³ şi se aduce la semn cu apă ultrapură

1 cm³ soluție etalon corespunde la 0.01 mg H_2S.

Acid sulfamic:
-o cantitate de 1.0 g de acid sulfamic se dizolvă în apă pură, într-un balon cotat de 100 cm³ şi se aduce la semn cu apă ultrapură.

Soluție de clorură ferică:
-o cantitate de 30 g de clorură ferică se dizolvă în apă pură, într-un balon cotat de 100 cm³ şi se aduce la semn cu apă ultrapură.

Soluție de N,N-dimetil-p-fenilediamină:
-o cantitate de 5 g de diclorhidrat N,N-dimetil-p-fenilediamină se dizolvă în 200 ml acid clorhidric şi se aduce la 1000 ml.

Cântăririle efectuate la balanță se înregistrează în Caiet evidență cântăriri, Cod CL- 4.6- 01, model în Anexa 1 şi consumul de reactivi în Caiet evidență consum, Cod CL- 4.6- 02, model în Anexa 2.

6.6.4. Trasarea curbei de etalonare
În fiecare balon dintr-o serie de 6 baloane cotate de 25 ml se introduc câte 15 ml soluție de absorbție, preparată conform pct 6.3.3., măsurată cu un cilindru gradat de 50 ml şi câte: 0; 0.1; 0.2; 0.5, 1.0; 2.0; 4.0,6.0 ml soluție etalon preparată conform pct.6.3.3., cu ajutorul unei pipete automate de 10 ml. În fiecare balon se adaugă câte 0.5 ml acid sulfamic, măsurat cu o pipetă gradată de 5 ml; se lasă timp de 10 minute pentru îndepărtarea oxizilor de azot. Se adaugă câte 3 ml soluție de N,N-dimetil-p-fenilediamină şi apoi 0.5 ml soluție de clorură ferică. Se aduce la semn cu apă pură şi se omogenizează prin agitare. După 1 oră de la adăugarea soluției de clorură ferică se măsoară concentrația de hidrogen sulfurat din fiecare balon cotat la lungimea de undă de 670 nm, în cuve cu grosimea stratului de 1 cm, față de un martor de referință. Trasarea şi memorarea curbelor de etalonare ale spectrofotometrului Thermo se fac conform instrucțiunilor de lucru cu spectrofotometrul, folosind facilitățile softului Vision Lite.
Curba de etalonare se consideră bună atunci când coeficientul de corelație R este mai mare de 0,999.
Curba de etalonare astfel trasată se foloseşte pentru determinarile ulterioare ale concentrației de hidrogenului sulfurat din atmosferă.
Curba de etalonare se păstrează în memoria calculatorului sau se poate lista la imprimantă şi se gestionează de RÎ. Curba de etalonare se gestionează de către responsabilul de analiză. Se păstrează în dosarul de curbe de etalonare: DCE 5.4-04-01 şi în softul calculatorului conectat la aparat. Curbele vechi sunt şterse din memoria spectrofotometrului cu avizul şefului de laborator, iar originalul înlocuit se păstrează la arhiva laboratorului. Introducerea şi ştergerea din memorie a curbei de etalonare, precum şi predarea spre arhivare a curbelor vechi se realizează de către RÎ.

6.6.5. Măsurarea probei
Probele sunt prelevate conform pct. 6.2. din prezenta procedură şi transportate în laborator, în cam. 27. Proba se transvazează cantitativ în balon cotat de 25 ml, se adaugă apoi adaugă câte 0.5 ml acid sulfamic, măsurat cu o pipetă gradată de 5 ml, se lasă timp de 10 minute pentru îndepărtarea oxizilor de azot. Se adaugă câte 3 ml soluție de N,N-dimetil-p-fenilediamină şi apoi 0.5 ml soluție de clorură ferică. Se aduce la semn cu apă pură preparată conform 6.6.3. Se omogenizează prin agitare şi se citeşte conținutul de hidrogenului sulfurat al probei după 1 oră, la lungimea de undă de 670 nm, în cuve cu grosimea stratului de 1 cm, față de o probă martor care Citirile se fac la spectrofotometrul tip Thermo, de către executantul analizei, procedându-se conform instrucțiuni de lucru pentru spectrofotometrul UV-VIS, model -

NICOLET EVOLUTION 100.

6.7. Exprimare a rezultatelor şi înregistrarea lor

Formula de calcul a concentrației de hidrogen sulfurat din aer este:

$$\text{Hidrogen sulfurat } \mathbf{(H_2S)} = \frac{\mathbf{c}}{\mathbf{V}} \ \mathbf{(mg/m^3)}$$

în care:
c = conținutul de hidrogen sulfurat (H_2S) citit la spectrofotometru, în µg
V = volumul de aer recoltat, în dm^3, conform STAS 10814-76 Cap.8.

6.8. Înregistrare date, emitere a Raportului de încercare

Datele aferente analizei şi rezultatul final sunt înregistrate de executantul încercării în Dosar înregistrare rezultate analize, cod DA 5.4-01.
Rezultatele sunt transferate din DA în:
- Registrul de evidență a comenzilor externe şi rezultatelor la încercări, cod RL-4.4-01
- Registrul de evidență a rezultatelor pentru clienți interni, cod RL – 5.4-

Transferul rezultatelor din DA în registrele de evidență rezultate se face de către RÎ în cazul comenzilor interne, şi de către ŞL/RÎ în cazul comenzilor externe. Verificarea transferului de date se face de către ŞL.
Pentru clienții externi, se emit Rapoarte de încercare, cod FL-5.10-06; acestea sunt completate şi semnate de către de RÎ, supervizate de ŞL şi aprobate de directorul DLNR. La cerere, se pot emite rapoarte de încercare şi pentru clienții interni. Rapoartele de încercare se întocmesc, verifică, aprobă şi gestionează conform PGL-5.10.

6.9. Transmiterea RI la beneficiar şi arhivarea acestuia

Transmiterea RI la beneficiar şi arhivarea acestuia se face în conformitate cu PGL-5.10**.**

6.10. Validarea metodei de analiza

Validarea metodei de analiză se face conform PGL 5.4-Metode de încercare şi validarea metodei.

6.11. Estimarea incertitudinii de măsurare

Calculul incertitudinii de măsurare se face conform PO-01(Estimarea incertitudinii de măsurare**.** Calculul efectiv se face în dosarul de înregistrare rezultate analize.

6.12. Măsuri pentru asigurarea corectitudinii determinărilor şi rezultatelor

6.12.1. Pentru a asigura corectitudinea determinărilor, se vor respecta:
- aplicarea strictă a tuturor prevederilor prezentei proceduri, a celor generale și operaționale
- utilizarea corectă a aparaturii de laborator, în conformitate cu prevederile stipulate în instrucțiunile de lucru, manualele de operare,
- întreținerea şi verificarea periodică a aparatului în conformitate cu planul de mentenanță,
- asigurarea parametrilor climatici (temperatură, umiditate) în camera de lucru a aparatului şi păstrarea curățeniei în camera de lucru

6.12.2. Calitatea rezultatelor analizelor este asigurată prin:
- verificarea tehnicii de lucru, a calculelor şi rezultatelor intermediare de către şeful de laborator
- verificarea periodică a curbelor de etalonare, utilizând probe de control.

Acestea pot fi:
- proba martor de reactivi, numită şi "proba oarbă" sau probă „blank";

- soluții etalon interne cu anumite concentrații cunoscute de analit, pentru control de rutină, fie de mijlocul curbei, fie una de concentrație scăzută şi alta de concentrație ridicată.

Proba martor de reactivi se foloseşte pentru:
- a determina / verifica limita de detecție;
- identificarea schimbărilor în calitatea reactivilor sau în parametri echipamentului de măsurare.

Efectuate la începutul sau sfârşitul unei serii de încercări, ajută la identificarea erorilor şi tendințelor sistematice ale rezultatelor.

- participarea la sisteme de comparații între laboratoare

6.13. Gestionare reziduuri

Reziduurile lichide rezultate nu se vor arunca la chiuvetă. La sfarşitul fiecărei analize, acestea se colectează într-un bidon amplasat în nişă, etichetat corespunzător. Reziduurile lichide se ridică **lunar**, în vederea tratării şi eliminării lor, de către o firmă specializată, cu care ANPM are un contract ferm.

Vârfurile de pipete folosite se colectează în pungi mari de plastic, depozitate în dulapurile de la nişă şi se trimit la fiecare 3 luni aceleiaşi firme, în vederea eliminării.

6.14. Măsuri de protecția muncii

1.Se vor respecta prevederile Normelor Specifice de protecție a muncii pentru laboratoarele de analize fizico-chimice şi mecanice aprobate prin Ordin Nr.339/1996.

2. Pentru substanțele chimce utilizate se vor face cunoscute tipurile de pericole asociate prin pictogramele de pe ambalaje şi se vor respecta frazele de risc şi securitate.

3. Pentru evitarea contactului cu pielea în timpul manipulării reactivilor se vor folosi mănuşile de protecție şi halatul de protecție.

4.Manipularea solvenților se va realiza sub nişă .

7. ÎNREGISTRĂRI

Nr. Crt.	Inregistrare	Suport/Cod	Completează	Loc de păstrare/ Durata
1.	Comenzi clienți	Registru evidență comenzi Cod RL-4.4-02	Şef de laborator	Laborator/ camera 13 3ani
2.	Prelevare probe	Dosar prelevare Cod DP-5.7-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 teren/3 ani
3.	Curbe Etalonare	Dosar curbe etalonare Cod DCE-5.4-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani
4.	Cântăriri	Caiet evidență cântăriri Cod CL- 4.6- 02	Responsabil încercări	Laborator/ camera 25 3 ani
5.	Consum	Caiet consum pe analiză Cod CL- 4.6-01	Responsabil încercări	Laborator/ Camera 27 3 ani
6	Dosar analize	Dosar înregistrare rezultate analize	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13

		Cod DA – 5.4-02		3 ani
7.	Probe primite	Registru de evidență şi recepție probe primite Cod RL-5.7-01	Responsabil încercări	Laborator/ camera 13 3 ani
8.	Rezultate analize	Raport de încercare/ Cod RI-5.10-01	Responsabil încercare/ Sef laborator	Laborator/ Camera 13 10 ani
9.	Evidența RI	Registru de evidență RI/Cod RL-5.10-01	Responsabil de încercare	Laborator/ Camera 13 10 ani
10.	Fişă echipament/ Activități mentenanță	Formular / Cod 5.5-04	Responsabil încercare	Laborator

8. RESPONSABILITĂȚI

8.1. Şef de laborator

Conduce activitatea de implementare a prezentei proceduri specifice de lucru la nivelul Laboratorului.
Verifică corectitudinea inregistrarii rezultatelor aferente prezentei proceduri.
Verifică şi semnează rapoartele de încercare
Conduce si coordoneaza programul de etalonare, de mentenanță şi verificare metrologică.
Verifica, conduce si controleaza activitatea responsabililor de analiza si a analistilor in ceea ce priveste realizarea determinarii hidrogenului sulfurat din aer conform prevederilor prezentei proceduri.

8.2. Responsabil analiză/încercare

Coordoneaza si verifica planificarea recoltarii si executiei determinarilor aferente prezentei proceduri.
Coordoneaza si verifica pregatirea materialelor, reactivilor, consumabilelor de orice natura utilizate pentru prelevarea probelor de aer in vederea analizei hidrogenului sulfurat din aer.
Coordoneaza si verifica modul de prelevare a probelor.
Coordoneaza si verifica modul de efectuare a analizei
Aduce la cunoştință şefului de laborator orice neconformitate apărută în activitate, precum şi orice disfuncționalitate apărută în funcționarea aparaturii de laborator
Redactează Rapoartele de încercări

8.3. Analist

Recepționează probele şi le înregistrează.
Efectueaza prelevarea probelor si inregistrarea acestora.
Efectueaza determinarile concentratiei de conform prezentei proceduri si instructiunilor de lucru
Efectueaza calculele si inregistreaza rezultatele prevederilor prezentei proceduri
Asigură ordinea şi curățenia la locul de muncă

8.4. Responsabil calitate

- Difuzează prezenta procedură
- Gestionează originalul procedurilor
- Asigură respectarea prevederilor procedurii din punct de vedere al sistemului de management implementat.

8.5. Responsabil metrologie

- Urmăreşte realizarea verificărilor metrologice prin menținerea legăturii cu BRML,
- Urmăreşte realizarea activităților de mentenanță

9. ANEXE :

1 - Model CL - 4.6-01
2 - Model CL - 4.6-02
3 - Model DP - 5.7-01
4 - Model RL - 5.10-01
5 - Model DA - 5.4-01

ANEXA Nr.1

Model / Caiet evidență cântăriri CL – 4.6-01

Nr.crt.	Dată/oră	Condiții incintă	Balanța utilizată	Denumirea obiectului	Masa cântărită/gr.	Nume Prenume	Semnătura	Observații
1	2	3	4	5	6	7	8	9

ANEXA Nr.2

Model / Caiet evidentă consum CL – 4.6-02

Nr.crt	Dată	Reactivi, Substanțe chimice	Cantitate/ UM	Activități/ analize	Nume prenume/ semnătură
1	2	3	4	5	6

ANEXA Nr.3

Model / Dosar prelevare probe DP-5.7-01

Nr. Crt.	Indicator/ Cod probă	Punct prelevare	Începerea recoltării		Sfârşit recoltare		Volum recoltat [l]	Debit aspirat [l]	Tip prelevator	Persoana Semnătura	Observații Condiții de mediu
			Dată	Oră	Dată	Oră					
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

ANEXA Nr.4

Model / Registru de evidență a rapoartelor de încercare -RL 5.10-01

Nr.crt.	Data emiterii	Nr. RI	Beneficiar	Obiect de incercat	Incercari efectuate	Semnatura de primire a RI
1	2	3	4	5	6	7

ANEXA Nr.5

Model/ Dosar înregistrare rezultate analize- DA 5.4-01

Nr.crt	Data înregistrării	Indicator	Cod analiză	Absorbanța	Citire conc.aparat	Concentrație calculată	Verificare Șef laborator
1	2	3	4	5	6	7	8

ANPM-Bucureşti
Laboratorul Național de Referință Aer

INSTRUCȚIUNI DE UTILIZARE
Pompa de prelevare gaze DESAGA

I. Punere în funcțiune:

A.Operațiuni preliminare

- Se aşează aparatul pe o suprafață perfect orizontală, în punctul de prelevare ales
- Se conectează furtunurile: cel dintre vasul de absorbție cu silicagel şi vasele barbotare, se conectează furtunul prin care se face aspirarea, se verifică legăturile dintre vasele de barbotare
- Se conectează pompa la rețeaua de alimentare curent.

B. Umplerea vasului de absorbție

Înainte de fiecare prelevare, se verifică starea silicagelului.Acesta are rolul de a absorbi gazele corozive şi umiditatea. Silicagelul îşi schimbă culoarea din albastru în culoarea roz, moment în care trebuie schimbat. În acest caz se procedează astfel:

- Se presează în jos clapeta de fixare a vasului de absorbție
- Se scoate vasul, se deşurubează capacul superior
- Se goleşte vasul, de silicagelul epuizat
- Se umple vasul cu o nouă cantitate de silicagel de culoare albastră
- Se înşurubează capacul,urmărind ca filtrul să fie fixat în locaşul lui
- Se apasă din nou clapeta de fixare
- Se introduce vasul la locul lui.

C. Montarea vaselor de barbotare

Prelevarea se realizează prin barbotarea unui volum de aer într-o soluție absorbantă, astfel:

- În vasele de prelevare se introduce soluția absorbantă specifică, în cantitatea specificată de metoda de încercare
- Se înşurubează capacul la fiecare vas de barbotare. Capacele sunt prevăzute cu filtre din frită de sticlă, rezistente la coroziune, care servesc ca filtre de praf adiționale
- Se aşează vasele în stativul destinat lor şi se leagă în serie
- Se face legătura vaselor cu furtunul de prelevare, având grijă să se respecte sensul de prelevare, care este marcat; în caz contrar soluția absorbantă de prelevare din vasele de prelevare ajunge în vasul cu silicagel.

II. Operarea pompei

1. Pornirea prelevatorului:

- Se porneşte aparatul de la întrerupătorul de rețea de pe panoul frontal.
  În timpul inițializării , în display vor apărea:
  - versiunea de program:

DESAGA
G S 312 = (V 2 .0c)

-meniul principal:

M00			timp/data
STRT	PAR	OUT	OPT

În rândul superior sunt afişate:

- poziția curentă a ultimei măsurători M00,
- durata de prelevare
- data.

În rândul inferior sunt afişate submeniurile.Submeniul dorit se poate alege cu tastele funcționale **F1- F4** corespunzătoare fiecăruia.

Semnificația abrevierilor:

- **STRT**: pentru startul măsurătorii,
- **PAR**: pentru parametrii măsurătorii,
- **OUT**: pentru afişarea şi tipărirea rapoartelor,
- **OPT**: pentru opțiuni legate de lucrul cu aparatul.
-

2. Alegerea opțiunilor:

- Se apasă tasta **F4 (OPT)** pentru a intra în submeniul cu opțiuni, în care se poate:

- reseta numărul de probe la „0”,
- tipări toate rapoartele memorate,
- fixa data şi ora,
- seta parametri.

*OPTIONS *
NUM PRA CLK INST

NUM: resetează nr. probe la 0,
PRA : tipăreşte toate repoartele memorate,
CLK : fixare dată şi oră,
INST : setare parametri.

- Se apasă tasta **F4 (INST)** pentru a face setarea parametrilor. Setarea de bază trebuie făcută o singură dată, deoarece toți parametrii sunt salvați.

*OPTIONS *
Deka –Min no

< Enter >

*OPTIONS *
Deka –Min yes

Dacă se alege „yes” timpul măsurat pe probă se socoteşte în zeci de minute.

- Se apasă pe v (săgeată în jos) pentru următorul punct al meniului,
- Se apasă pe ^ (săgeată în sus) pentru reîntoarcere la punctul anterior din meniu,
- Se apasă pe **ESC** pentru a revini la meniul anterior .
-

3. Fixare dată şi oră:

- Se apasă tasta **F3 (CLK)** pentru fixare dată şi timp,
- Opțiunile sunt pentru oră, minute, zi, lună şi an,
- Se scrie în fiecare opțiune cu cifre ,
- Se confirmă cu **ENTER**, după fiecare activare.

4. Resetarea numărului de probe la zero:

- Se apasă tasta **F1 (NUM),**

Sample No: Delete > ENTER

- Se apasă tasta **ENTER** pentru confirmarea resetării Pe lângă numărul de raport (de la 1 la 20), pentru fiecare probă este ataşat un alt număr,
- Se apasă tasta **ESC** pentru ieşirea din meniu fără resetare.

5. Introducerea parametrilor:

Înainte de prelevarea probelor trebuie precizați parametri de lucru: durata prelevării, debitul de aer prelevat.

Parametrii rămân memorați şi după deconectarea aparatului.Din acest motiv se pot face alte recoltări fără a fi nevoie să se reînnoiască parametrii.

- Se apasă tasta **F2 (PAR)** pentru a edita parametrii pentru măsurătoare,

PARAMETRII PRE CON

- Se apasă tasta **F1** pentru preselecție,
- Se selectează volumul,timpul,

PARAMETERS Select: Volume/Time

V

PARAMETERS Volume/Time : l/min

- Se scrie cu cifre parametrul selectat,
- Se confirmă cu **ENTER**.

6. Prelevarea probelor:

Prelevarea probelor poate fi realizată :

- Automat la un timp programat prin apăsarea tastei **F3 (CON)**,
- Manual prin apăsarea tastei **F1**(**STRT** în meniul principal), cu afişarea mesajului:

Time 000:01Dmin L MIN ºC

Dacă a fost ales startul manual, prelevarea începe imediat.

În timpul prelevării volumul, timpul scurs de la începutul prelevării şi temperatura sunt măsurate, cu posibilitatea afişării acestora, apăsând pe una din tastele **F1** la **F3.**

F1: L- volumul deja prelevat

F2: MIN - timpul scurs de la începutul prelevării

F3: Temperatura în contorul de gaz.

7. Afişarea rezultatelor:

- Se apasă tasta **F3 (OUT)** în meniul principal pentru a intra în submeniul „ieşiri”,
- Se apasă tasta **F1(DISP)** pentru a vedea un raport pe display folosind săgeata în jos (durata de prelevare, volum prelevat, temperatură, presiune).

8. Început / sfârşit al memoriei:

- Cu tasta **F3 (BEG / END)** se poate sări la început/sfârşit listă cu rapoarte.

9. Ştergerea unei locații de memorie:

- Cu tasta **F4 (DEL)** conținutul unei locații de memorie este ştearsă.

10. Oprirea prelevatorului:

Când se ajunge la parametrii preselectați, pompa se deconectează automat.

- Se opreşte aparatul de la întrerupătorul de rețea de pe panoul frontal,
- Se deconectează aparatul de la sursa de alimantare cu electricitate
- Se dezasamblează ansamblul de prelevare.

11. Mesaje de eroare:

Prelevatorul are mesaje de eroare când:

- tensiunea de alimentare în timpul unei prelevări este prea mică
- bateria internă este slăbită
- prelevarea a fost întreruptă cu tasta ESC
- în timpul prelevării a fost o cădere de tensiune.

Aprobat,
Şef laborator, Iuliana Neacşu

Întocmit,
Adriana Zlătan / Consilier
Data . 22.10.2008

ANPM-Bucureşti
Laboratorul Naţional de Referinţă Aer

INSTRUCŢIUNI DE UTILIZARE
SPECTROFOTOMETRUL UV-VIS – model Nicolet Evolution 100

A. UTILIZAREA SPECTROFOTOMETRULUI UV-VIS FĂRĂ PC

1. PORNIREA APARATULUI

- pentru pornirea aparatului se comută butonul din spatele spectrofotometrului din poziţia **OFF(O),** pe poziţia **ON(I)**;
- se lasă 2-3 minute pentru testul de iniţializare;

2. ANALIZA PROBELOR:

2.1. Selectarea unei metode din memorie

- din pagina principală **(HOME)** se apasă **ENTER,** atunci când **LIBRARY** este selectat;
- se apasă **ENTER** când este selectată metoda din săgeţi: sus/jos;
- se apasă **ENTER** când este selectat **LOAD;**

2.2. Măsurarea concentraţiei unei probe

- după ce metoda a fost selectată**, vezi punctul 2.1,** se introduce martorul şi se apasă **ZERO BASE**;
- se introduce proba şi se apasă **RUN;**

3. RIDICAREA CURBEI DE ETALONARE

- din pagina principală **(HOME)** se selectează metoda pentru etalonare **QUANT** şi se apasă **ENTER;** se deschide fereastra de lucru**;**
- se selectează **ID şi** se apasă **ENTER,** deschizându-se o fereastră în care putem scrie numele metodei (se alege literă cu literă folosind săgeţile sus/jos, stânga/dreapta, iar la sfârşitul selecţiei se apasă **ENTER**); numele metodei este incrementat apăsând **ACCEPT**;
- pentru notarea lungimii de undă se selectează, cu ajutorul săgeţilor, opţiunea **WAVELENGHT;** se incrementeză valoarea apăsând **ENTER;**
- se selectează opţiunea **INTEGRATION** (timpul de integrare) şi se tastează valoarea 1s**;**
- pentru introducerea valorilor etaloanelor pe care vrem să le avem pe curba de etalonare, se selectează opţiunea **STANDARDS**, se apasă **ENTER,** se scrie valoarea din cifre, iar la sfârşit se incrementează valoarea apăsând **ENTER;**
- se reia procedura pentru fiecare etalon;
- pentru incrementarea valorilor, precum şi a numărului de etaloane se apasă **ACCEPT;**
- pentru măsurarea etaloanelor de 2 sau 3 ori se accesează **REPLICATES,** se apasă **ENTER,** se scriu valorile**,** se incrementează valorile apăsând **ENTER;**

- pentru a scrie unitatea de măsură în care vor fi afişate rezultatele, se selectează opțiunea **UNITS.** După fiecare literă se apasă **ENTER** şi în final se incrementează apăsând **ACCEPT**.
- se selectează **CURVE FI**T, se apasă **ENTER** şi se alege opțiunea dorită pentru trasarea curbei (ex: **LINEAR TO ZERO**);
- se introduce cuva ce conține martorul în caruselul spectrofotometrului, se închide compartimentul şi se apasă **ZERO BASE**;
- se apasă **CALIBRATE**;
- se apasă **ENTER**;
- se introduce primul etalon în aparat;
- se apasă **RUN**;
- se repetă ultimele două secvențe pentru fiecare etalon;

3.1. Salvarea metodei (curbei de calietalonare) în memorie

1. se apasă **SAVE METHOD;**
2. se scrie numele fişierului;
3. se incrementeză apăsând **ACCEPT**;
4. se salvează apăsând **SAVE**;

B. UTILIZAREA SPECTROFOTOMETRULUI UV-VIS CU PC

1. RIDICAREA CURBEI DE ETALONARE

- pentru pornirea aparatului se comută butonul din spatele spectrofotometrului din poziția **OFF(O),** pe poziția **ON(I)**;
- se lasă 2-3 minute pentru testul de inițializare;
- se porneşte **PC**;
- se comută spectrofotometrul pe **REMOTE** şi se dă clic pe iconița **VISION LITE;**
- se selectează metoda de lucru **- QUANT;**
- se dă clic pe **GO TO CALIBRATE MODE;**
- se completează tabelul **STANDARD DATA** cu concentrațiile etaloanelor**;**
- se notează lungimea de undă dorită;
- se stabileşte timpul de integrare şi unitatea de măsură pentru concentrație**;**
- se introduc cuvele în caruselul spectrofotometrului, în poziția 1 proba martor**;**
- se dă clic pe **AUTOZERO;**
- se dă clic pe **MEASURE STANDARDS;**
- se bifează opțiunea **Measure blank;**
- se accesează **MEASURE;**

1.1. Salvarea curbei de etalonare

- se dă clic pe **FILE;**
- se selectează **SAVE METHOD;**
- se notează numele metodei**;**
- se dă **ok** sau **SAVE;**

1.2. Deschiderea unei metode de lucru

- se accesează din meniul **FILE** opțiunea **OPEN METHOD;**
- se selectează metoda dorită**;**
- se dă **ok** sau **OPEN;**

2. ANALIZA PROBELOR

- se accesează **GO TO SAMPLES MODE;**
- se deschide metoda dorită, conform procedurii descrise mai sus**;**
- se dă clic pe **MEASURE SAMPLE;**
- se introduc proba martor şi proba de analizat în poziția 1, respectiv 2 a caruselului**;**
- se bifează casuța **MEASURE blank;**
- se scrie numele probei**;**
- se scrie numele fişieerului în care vor apărea rezultatele determinării **(Result filename);**
- se dă clic pe **MEASURE;**
- se închide şirul de probe cu **CLOSE;**

2.1 Salvarea rezultatelor

- se dă clic pe **FILE**;
- se alege **EXPORT RESULTS** ;
- se accesează **SAVE**

2.2 Deschiderea rezultatelor

- se dă clic pe **FILE**;
- se alege **LOAD RESULTS** ;
- se accesează **OPEN**.

3. OPRIREA APARATULUI

- după terminarea probelor, se închide programul **VISION LITE** (colțul dreapta sus);
- se apasă **HOME** din tastatura spectrofotometrului;
- se închide aparatul de la comutatorul din spate.

Data,
20.10.2008

Aprobat,
Şef Laborator Aer,
Iuliana NEACŞU

Întocmit,
Alina ILIE/consilier principal

ANNEX 2

Technical Evaluation of Standard Operation Procedures (SOPs)

標準作業手順に係る技術評価

Technological Evaluation with regard to Operational Procedures

Proper sampling and analysis of ambient air samples following SOPs and proper analysis and calibration of air quality parameters following SOPs are requested as one of the results of the present project.

The main stages of the procedures were excerpted from the elaborated Standard Operational Procedures (SOP)s. Then, each of the counterparts executed the respective flow of operations and the Japanese experts and I did the evaluation together with each of the experts involved. The results are as in the following tables

Symbols used within "Evaluation" column are:

- ○: Confirmed adequate execution of operation following to SOP.
- △ : Observed partial deviances from the SOP. SOP text has discordances.
- — : Not applicable.

Generally, we confirmed the fact that sampling, analysis and calibrations were performed adequately for each of the test methods. Also, we could check that each of our counterparts has deepened their understanding, accumulated experience and confidence.

17 November 2008

藤村 満

Mitsuru Fujimura
JICA Expert
In charge with Laboratory Management

Approved

Iulia Neacsu
Head of Air Laboratory
National Reference Laboratory

Table 1-1 Check List for the Procedure of PM10 Measurement

Step of work	Item of operational procedure	Article, PSL-06	Evaluation
Prep. of filters		6.3.2.a	−
Conditioning of filters	Start the Chamber	6.3.2.b	○
	Stabilize the condition (at 20℃, 50%) in the Chamber	14.1, 14.2 of IL-02	○
	Leave 48 hrs.	6.3.2. c	○
Weighing	Weighing Measure the weight and record	6.7.1／IL-01	○
PM10 sampling	Set filters (usually for 14 days plus blanks)	6.5 *(none)*	○
Usual operation of the sampler	Suction air flow rate of 38.4L/min. Operate the Pump from 0:00 to 23:55 every day. Take field blank	4 of IL-03	○
	Recover the filter sample		○
	Transfer the samples to the Lab	6.6	−
Conditioning of samples	Same as the above	6.7.1／IL-02	○
Weighing of samples	Same as the above	6.7／IL-01	○
Recording		6.8.2	○

Nov. 11, 2008

Table 1-2　Check List for the Procedure of Pb Analysis by A.A.S

Step of work	Operational procedure	Article, PSL-06	Evalu-ation
Acid digestion of samples	Insert samples to the vessel	IL-1、6.1	○
	Add 8 ml HNO_3 and 2 ml H_2O_2	6.4	○
	Put caps, Close it by torque-wrench	IL-1、6.1	○
	Set temperature sensor, and set into the Rotor.		
	Set the program and confirm.	IL-1、6.4.1	○
	Start digestion		
	Recover the sample soln.	IL-1、6.4.1	○
	Filtrate and rinse.		
Prep. GF AAS	Make 20 ppm of Pb solution.	6.6.A、2	○
	Set it to the auto-sampler	non	○
	Start the system software	6.6.A、6	○
	Check the position of auto-sampler's arm and optical beam.	6.6.B、3	○
Determination	Measure the absorbance of solns. (According to the IL-01-2)	6.6.A、8	○
	Set a laboratory blank and a field blank.	6.6.B、4	○
	Repeat 3 times measurements		
	If absorbance coeff., $R^2 < 0.995$, repeat the calibration	6.6.A	○
	Exec. analysis of sample solutions	6.6.B、4	○
	If the conc. is over the upper limit of calib. curve, dilute the solution.	6.6.B	－

November 12、2008

Table 2　Check List for Benzene Measurement Procedure by GC Analysis

Work Step	Item of operational procedure	Article (PSL5.4-02-1)	Evaluation
Tube conditioning	According to IU02-08	6.6.3	－
Sampling	Acc. IU06-01(Delta), 24h collection	6.3	○
	Acc. IU06-02(NPL), 24h collection		○
Sample receiving		6.4	－
Prep. samples		6.5	－
Prep. equipment	Acc. IL5.4-02-01	6.6	－
Trap conditioning	Unity-Ultra system: Maximum temp. check	6.6.1	○
	Split flow = 50ml/min		
Tube conditioning	Acc. IU02-08(SPTDCS)	6.6.3	○
	Set the temp. 300℃, 1h		
GC starting, warming-up	Acc. PSL5.4-02-2	6.7.A	○
	Set the operation condition for benzene on Unity-Ultra	IL-02-01	○
Make standard solutions	Take approx. 10μg of benzene by syringe and weigh.	IL-02-02、6.2.2	○
	Dilute to 100ml by methanol（1000ppm std.）	IU-02-10,6.2.3	○
	Dilute to 5 steps	IU-02-10,6.2.4	○
	(100, 50, 10, 5, 1ppm)	～6.2.6	
Draw calibration curve	ATIS: 50ml/min、74℃	IU-02-10, 5/ 11	○
	Inject 5μl solutions to adsorbent tubes.	IU-02-10, 10	○
	Insert standard tubes into auto-sampler	IL-02-01	○
	Execute operation sequence	IL-02-01	○
	Draw calibration curve		
	Thermal desorption parameters	6.7.A	○
	Gas chromatograph parameters	6.7.A	○
Execute analysis	Insert sample tubes into auto-sampler （10th position is for the calibration check）	6.7.B	○
	Analyze reference samples	PSL5.4-02-2	○
	Data analysis	6.8	○
	Turn off	6.14.1	○

November 12、2008

Table 3　Check List for the Procedure of IC Analysis

Work Step	Item of operational procedure	Article (PSL5.4-03)	Evaluation
Installing the sampling shelter	A shelter is installed at approx. 1.5 - 3m above the ground.	PO-1, 3	○
Exposure of diffusive samplers	Labeling、Field blank、Install the adsorbent cartridge	PO-1, 4.1、1.～7.	○
Sample recover and exchange	Bring a new cartridge and blanks. Recover samples carefully. Recording. Install a new cartridge.	PO-1, 4.2、1.～7.	○
Prep. IC instrument		IL-01:IC	○
Prep. of　Eluent	The eluent shall be prepared every 2 - 3 days, and shall be preserved in dark place (<4℃) The de-ionized water is degassed 10 minutes by ultrasonic.	6.1.3.A. d)	○
Prep. of std. soln. (NO2)	Use a Merk std. reagent.(1000 ppm) Take 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 1 ml of standard reagent and dilute to 100 ml by pure water.	6.1.3.A. e) 6.1.3.A. g)	○
Prep. of std. soln. (SO4)	Use a Merk std. reagent.(1000 ppm) Take 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 1 ml of standard reagent and dilute to 100 ml by pure water.	6.1.3.A. f) 6.1.3.A. g)	○
IC Operation	Record into the operation note book (IC).	6.5.2.	○
Draw a calibration curve	6-point calibration（IC-08）	6.5.4	○
Verify the calibration curve	Verify the calibration curve every day, every 20 samples, or when the new eluent is prepared. Check at least 2 points, (the lowest and the highest.)	6.5.4.2	○
Prepare samples for analysis	Keep cartridges in the analysis room for 10 min. Samples shall be in a refrigerator at 4℃, for maximum 4 months. Take 10 ml of ultrapure water with auto-pipette. Stir for 2 min. by the Voltex Filter it by syringe with a nylon membrane Introduce in ampoules (labeled in advance) for auto sampler. At first analyze NO2 Add 0.1 ml of H2O2（to oxidize SO2 to SO4） Let H2O2 for 24 h to decompose naturally.	6.5.3	○ ○ ○ ○ ○ ○
Sample analysis	If the retention time varies more than 10%, new calibration curve shall be drawn.	6.5.5.	○
Calc. repot the result	Column, type of eluent, regeneration soln. and injection volume	6.6	○

Table 4 Check List for the Procedure of Ambient Ammonia Measurement

Work Step	Item of operational procedure	Article (PSL5.4-04)	Evaluation
Sampling	Prepare the absorbing solution	6.6.3	○
	Sampling for 24h	6.2.3	
	Use a series of 2 absorbing bottles put 30 - 35ml of solution into each bottle		△
	According to nstructions for DESAGA pump	DESAGA	○
	Store samples into refrigerator for max. 24h	6.2.3	−
Preparation of analysis	Fix quantity of sample to 50ml	6.4	○
	Prepare UV-VIS absorbency photometer	6.5.2	○
Preparation of solutions	Make A solution:		
	Dry NH4Cl and take 3.141g from it	6.6.3.a)	○
	Make B solution:		
	Dilute 5ml of A solution into 500ml of 0.01 sulphuric acid.	6.6.3.b)	○
Drawing of calibration line	Insert 30ml of absorbent solution into 6 flasks of 50ml	6.6.4	○
	Add 0,2,4,6,8,10ml of B solution to each of the above flasks.		○
	Add 4ml Nessler reagent		○
	Fill absorbent solution up to 50ml		○
	Measure absorbency rate after 30min using a wavelength of 450nm	6.6.4	○
	Draw calibration line using the software and archive	6.6.4	○
	Correlation coefficient must be over 0.999		△
Sample measurement	Add 4ml Nessler reagent	6.6.5.	○
	Fill absorbent solution up to 50ml		○
	Measure absorbency rate after 30min using a wavelength of 450nm	6.6.5.	○

Tabelul 5 Listă de verificare relativ la testarea liniarității analizorului de oxizi de azot

Etapa de operare	Puncte din procedură	Paragraf referit	Evaluare
Conexiunea cu exteriorul	Conectarea liniilor electrice, liniilor de semnal şi a conductelor	4.1.1, 4.1.2	−
Pornirea analizoarelor şi aparaturii	Incălzirea analizorului de oxizi de azot (2-3h)	4.2.2	○
Verificarea semnalului transmis de analizor	Verifică semnalul transmis (4 şi 20mA)	5.1.3.3	○
	Verifică dacă valoarea afişată de analizor este aceeaşi cu cea de pe ecranul computerului	5.1.4	−
Verificarea stării analizorului	Notarea parametrilor de funcționare a analizorului în Caietul de Administrare a Prelevărilor	5.1.4	○
Setarea dilutorului	Setează parametrii dilutorului	5.1	○
Deschiderea robinetului buteliei de gaz-standard	Presiunea secundară a gazului-standard NO: 1.5-2bar	5.1.1	○
Generator gaz-zero	Presiunea de furnizare a gazului-zero: 1.5-2bar	5.1.2	○
Echipament de diluare	Calculează debitele gazului-standard în vederea generării de gaz-standard (0, 20, 60, 95%) , introduce datele în computer	5.1.3.1	○
	Verifică dacă presiunea pe traseul gazului standard este potrivită pentru operare (2psi)	5.1.3.3, 1)	○
	Verifică dacă temperatura imediat după mixer e egală cu temperatura camerei, iar presiunea respectivă este 0	5.1.3.3, 2)	○
	Verifică pe partea posterioară a echipamentului dacă debitul excedentar este peste zero	5.1.3.3, 4)	○
Testarea liniarității	Indrumă gazul de calibrare în analizor	5.3.1.2	○
	Lasă gazul să circule câte peste 15 minute pentru fiecare punct		
	Verifică stabilitatea răspunsului şi citeşte valorile reprezentative Notează în fila-tip Excel	Nu are	○
	Calculează deviația valorii măsurate în raport cu linia de regresie	6.2.1	△
	Abaterile în fiecare punct trebuie să fie sub 6%		
Operațiunile de terminare	Purjează gazul rămas în conducte prin îndrumarea de gaz-zero	5.4.1	○
	Oprirea analizorului, oprirea generatorului de gaz-zero, închiderea cilindrului, oprirea dilutorului	5.4.2 ～ 5.4.4	○

2008.11.14

表-5 NOx 計の直線性試験に関するチェックリスト

作業の段階	操作手順の項目	該当条項	評価
外部との接続	電源ライン、信号ライン、配管を接続	4.1.1, 4.1.2	―
測定機、装置の起動	NOx 計の暖機（2～3h）	4.2.2	○
測定機の伝送出力の確認	伝送出力（４－20mA）であることを確認	5.1.3.3	○
	測定機の表示値が、PC 画面上の値と一致するかを確認	5.1.4	―
測定機の状態の確認	測定機の稼動パラメータを捕集管理簿に記録	5.1.4	○
希釈器の設定	希釈器の動作パラメータを設定する。	5.1	○
標準ガｽｼﾘﾝﾀｰ開栓	NO 標準ガスの二次圧：1.5～2bar	5.1.1	○
ゼロガス発生器	ゼロガス供給圧力：1.5～2bar	5.1.2	○
希釈装置	標準ガスの発生濃度（0, 20, 60, 95%フルスケール）に対する供給流量を計算し、操作 PC で入力する	5.1.3.1	○
	標準ガスラインの圧力が動作圧（2psi）であることを確認する	5.1.3.3, 1)	○
	混合器直後の、ガス温度＝室温、圧力＝0 を確認	5.1.3.3, 2)	○
	背面のオーバーフロー流量計>0 を確認	5.1.3.3, 4)	○
直線性の試験	測定機に校正ガスを導入 各点でそれぞれ 15 分以上流す。	5.3.1.2	○
	応答の安定性を確認し、代表値を読み取る。 所定の Excel シートに記入	なし	○
	回帰直線からの測定値のズレを計算する。 各点とも＜6%であること	6.2.1	△
終了操作	ゼロガスを流し配管内に残留するガスを洗い流す。	5.4.1	○
	測定機の停止、ゼロガス発生器、標準ガスシリンダー、希釈器の停止	5.4.2～5.4.4	○

ANNEX 3

Operation and Maintenance Manual of NRL

ラボラトリーオペレーション・

メンテナンスマニュアル

List of Annex 3

3.1. MANUALUL CALITĂȚII

Quality Manual

品質マニュアル

3.2. CONTROLUL ECHIPAMENTELOR

Equipment

機材の維持管理

3.3. MATERIALE

Spare Parts

修理用部品

3.4. REACTIVI

Chemical Reagents

試薬類

3.5. GESTIONARE REZIDUURI

Liquid and Solid Waste

液体及び固体廃棄物処理

3.6. PROTECȚIA MUNCI

Safety and Health Control System

安全衛生管理

3.7. CONTROLUL DOCUMENTELOR

Documentation System

文書管理

3.8. NECESAR PREVEDERI BUGETARE

Annual Budget Plan

年間予算計画

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE

3.1. MANUALUL CALITĂȚII
品質マニュアル

STANDARD DE REFERINTA: SR EN ISO /CEI 17025/2005

COD: MCL - 02

ISO/IEC 17024:2005 準拠

目 次

第Ⅰ節　前書きと特徴の紹介

1. はじめに
   - 1.1. 目的および適用範囲
   - 1.2. 参考文書
   - 1.3. 用語および定義、略号
2. 試験所の紹介
   - 2.1. 試験所の沿革
   - 2.2. 活動および戦略
   - 2.3. 身元確認、連絡先
3. 品質マニュアルの紹介
   - 3.1. 品質マニュアルの構造
   - 3.2. マニュアルの管理手順
   - 3.3. 品質マニュアルにおける変更
   - 3.4. 品質マニュアルの校訂
   - 3.5. 品質マネジメントシステム文書の保存

第Ⅱ節　品質マネジメントシステムの要求事項

4. 管理上の要求事項
   - 4.1. 国立レファレンスラボラトリー(NRL)の組織
   - 4.2. マネジメントシステム
     - 4.2.1. マネジメントシステムの定義
     - 4.2.2. 品質方針
     - 4.2.3. 管理者の品質マネジメントシステム実施のコミット
     - 4.2.4. 顧客要求事項および法的要求事項

4.2.5. 品質マネジメントシステム文書の構造
4.2.6. 技術管理者および品質管理者の役割と義務
4.2.7. 品質マネジメントシステムの変更に際しての維持
4.3. 文書管理
4.3.1. 一般
4.3.2. 文書の承認および発行
4.3.3. 文書の変更
4.4. 試験の要求内容の分析
4.5. 分析の下請負契約
4.6. サービスおよび物品の支給
4.7. 顧客へのサービス
4.8. 苦情の取扱い
4.9. 不適合試験の管理
4.10. 改善
4.11. 是正処置
4.12. 予防処置
4.13. 記録の管理
4.14. 内部監査
4.15. マネジメントレビュー

第Ⅲ節　技術的要求事項

5. NRL のための技術的要求事項
5.1. 一般条件
5.2. 要員
5.3. 場所および環境条件
5.4. 試験方法および方法の妥当性確認
5.5. 機材設備
5.6. 測定のトレーサビリティ
5.7. サンプリング
5.8. 試験／分析品の取扱い
5.9. 結果／試験の品質の保証
5.10. 結果の報告

附 属 書

A1. 環境保護庁の組織図
A2. NRL の組織図
A3. 校訂試験法リスト（FL-4.4-01）
A4. 試験設備および測定機材リスト（FL-5.5-01）
A5. 試験所の図面
A6. NRL の職員リスト
A7. ラボ長の経歴
A8. 品質に責任を持つ職員の経歴

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE

3.1. MANUALUL CALITĂȚII
Quality Manual
STANDARD DE REFERINTA: SR EN ISO /CEI 17025/2005

COD: MCL - 02

EDITIA: 2
REVIZIA:1
DATA: mai 2007

DIFUZAT IN REGIM CONTROLAT: EXEMPLAR Nr.
INFORMATIV
DESTINATAR :…….

APROBAT: **Vasile Bran, Vicepresedinte ANPM** (semnatura)……. **Corina Lupu , Director general DGMSC** (semnatura)……. **Crina Hotoiu, Director DLNR** (semnatura)…….	**ELABORAT : LNR** **Rodica Muresan , responsabil calitate** **AVIZAT:** **Iulia Neacsu, sef serviciu Laborator** (semnatura)…….

DATA APROBARII:

Avertisment : Documentul de fata este proprietatea ANPM, Directia Laboratoare Nationale deReferinta
Reproducerea si difuzarea documentului sunt in exclusivitate dreptul societatii.
Copiile sunt numerotate si controlate.

Formular COD FL-4.3-01
Editia 2/data: 02.05.2007
Revizia1/data: 02.05.2007

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1	20.12. 2006	Editia 1/ Revizia 0	Elaborat MCL-01 in ed.1, Rev. 0	MURESAN Rodica responsabil calitate	NEACSU Iulia Sef serviciu Laborator Aer	HOTOIU Crina Director DLNR
2	02.05. 2007	Editia 2 / Revizia1	Elaborat MCL-01 in ed.2, Rev. 1	MURESAN Rodica responsabil calitate	NEACSU Iulia Sef serviciu Laborator Aer	HOTOIU Crina Director DLNR

Formular Cod: FL –4.3-03
Editia 1/data: 20.12.2006
Revizia1/data: 02.05.2007

CUPRINS

SECȚIUNEA I ELEMENTE INTRODUCTIVE SI DE PREZENTARE

1. ELEMENTE INTRODUCTIVE
1.1. Scopul şi domeniul de aplicare
1.2. Documente de referință
1.3. Termeni şi definiții, abrevieri

2. PREZENTAREA LABORATORULUI
2.1. Istoricul laboratoarelor nationale de referinta
2.2. Activitatea si strategia
2.3. Elemente de identificare, contactare

3. PREZENTAREA MANUALULUI CALITĂȚII
3.1. Structura manualului calitatii
3.2. Procedura de tinere sub control a manualului
3.3. Modificarea manualului calitatii
3.4. Editarea informatizata a manualului calitatii
3.5. Arhivarea documentelor sistemului de management al calitatii

SECȚIUNEA II CERINȚE PENTRU MANAGEMENTUL SISTEMULUI CALITĂȚII

4. CERINTE DE MANAGEMENT
4. 1. Organizarea Laboratoarelor Nationale de Referinta
4. 2. Sistemul de management in laborator
4.2.1. Definirea sistemului de management
4.2.2. Politica referitoare la calitate
4.2.3. Angajamentul managementului pentru implementarea SMC
4.2.4. Indeplinirea cerintelor beneficiarilor si a celor legale si reglemetare
4.2.5. Structura documentatiei SMC
4.2.6. Rolul si responsabilitatile managementului
4.2.7. Mentinerea integritatii SMC la schimbari

4. 3. Controlul documentelor
4.3.1. Generalitati
4.3.2. Aprobarea si emiterea documentelor
4.3.3. Modificarea documentelor

4. 4. Analiza solicitarilor de analize sau incercari
4. 5. Subcontractarea analizelor sau incercarilor
4. 6. Aprovizionarea cu servicii si furnituri
4. 7. Servicii către client
4. 8. Tratarea reclamațiilor
4. 9. Controlul lucrarilor de incercari/analize neconforme
4.10. Imbunatatire
4.11. Actiune corectiva
4.12. Actiune preventiva
4.13. Controlul inregistrarilor
4.14. Audituri interne
4.15. Analiza efectuata de management

SECȚIUNEA III
CERINȚE PENTRU COMPETENȚA TEHNICĂ

5. CERINTE TEHNICE ALE LABORATOARELOR NATIONALE DE REFERINTA
5.1. Conditii generale
5.2. Personalul
5.3. Locatii si conditii de mediu
5.4. Metode de analiza/incercare si validarea metodelor
5.5. Echipamente
5.6. Trasabilitatea masurarii
5.7. Esantionare
5.8. Manipulare obiectelor de incercare/analiza
5.9. Asigurarea calitatii rezultatelor/incercarilor
5.10. Raportarea rezultatelor

SECTIUNEA IV

ANEXE

A1. Organigrama Agentiei Nationale pentru Protectia Mediului
A2. Organigrama Laboratoarelor Nationale de Referinta
A3. Lista oficială a încercărilor, cod FL-4.4-01
A4. Lista echipamentelor de incercări şi/sau măsurare, cod FL-5.5-01
A5. Planurile laboratoarelor
A6. Lista personalului din Laboratoarele Nationale de Referinta
A7. C.V. pentru Seful de laborator
A8. C.V. pentru Responsabilul de calitate

SECȚIUNEA I

ELEMENTE INTRODUCTIVE SI DE PREZENTARE

1. ELEMENTE INTRODUCTIVE

1.1. Scopul si domeniul de aplicare

Agentia Nationala Pentru Protectia Mediului a dezvoltat, documentat, mentine si imbunatateste continuu sistemul de managementul calitatii pentru activitatile Laboratoarelor Nationale de Referinta (constituite din 2 Servicii: Serviciul Laborator Aer, Serviciul Laborator Deseuri si un birou: Laborator Zgomot si Vibratii) cu scopul de a satisface cat mai bine necesitatile si cerintele beneficiarilor si pentru a-si perfectiona propriul sistem de management.

Sistemul de Managementul Calitatii implementat este in conformitate cu standardul ISO/CEI 17025:2005.

Sistemul de Managementul Calitatii implementat este descris in prezentul Manual al Calitatii.

Manualul defineste politica si obiectivele sistemului de managementul calitatii laboratoarelor, prezinta structura si documentatia acestui sistem si descrie modul in care este asigurata realizarea cerintelor Standardului de referinta ISO 17025.

Manualul defineste rolul si responsabilitatile managementului tehnic si responsabilului de calitate inclusiv pentru asigurarea conformitatii cu standardul de referinta.

Manualul face referire la procedurile de sistem si procedurile tehnice documentate si aplicate de laboratoare.

Manualul Calitatii este utilizat pentru informarea sau demostrarea competentei Laboratoarelor Nationale de Referinta in fata Agentiilor de Protectia Mediului Judetene, beneficiarilor, autoritatilor si organismului de acreditare (in vederea acordarii si mentinerii acreditarii).

Manualul este utilizat de catre conducere si personalul Laboratoarelor Nationale de Referinta pentru conducerea, desfasurarea si controlul activitatilor proprii.

1.2. Documente de referinta

SR EN ISO /CEI 17025/2005 – Cerinte generale pentru competenta laboratoarelor de incercari si etalonari

SR-EN 30012-1 – Cerinte de asigurarea calitatii pentru echipamentele de masurare. Confirmarea metrologica a echipamentelor de masurare

SR EN-ISO 9000 /2001 – Sisteme de management al calitatii. Principii fundamentale si vocabular

SR EN-ISO 9001/2001 – Sisteme de management al calitatii. Cerinte.

SR EN ISO 19011/2003 – Ghid pentru auditarea sistemelor de management al calitatii si/sau de mediu

VIM - Vocabular International de termeni fundamentali si generali in metrologie

EN ISO /CEI 17000 : 2004 – Evaluarea conformitatii . Vocabular si principii generale

STANDARDE DE LUCRU

- Pentru statii automate de monitorizare a calitatii aerului:

SR EN 14212/2005

EN 14211/2005 Calitatea aerului înconjurător; Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de azot şi monoxid de azot prin chemiluminiscență.

SR EN 12341/2002

SR EN 14626/2002

EN 14625/2005 Calitatea aerului înconjurător; Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de ozon prin fotometrie in ultraviolet

- Pentru metode de analiza in laborator (analiza imisii in aer)

ISO 7996/1985 Aer înconjurător; Determinarea concentrației masice de oxizi de azot; Metoda de referință: Chemiluminiscența.

SR EN 14211/2005 Calitatea aerului înconjurător; Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de azot şi monoxid de azot prin chemiluminiscență.

STAS 10329/1975 Puritatea aerului; Determinarea dioxidului de azot.

ISO 6768/1998 Aer înconjurător; Determinarea concentrației masice de dioxid de azot; Metoda GRIESS-SALTZMAN

SR ISO 4221/2000 Calitatea aerului înconjurător; Determinarea concentrației masice de dioxid de sulf în aerul înconjurător; Metoda spectrofotometrică cu thorin.

SR EN 14212/2005 Calitatea aerului înconjurător; Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de sulf prin fluorescență în ultraviolet.

SR ISO 6767/2000 Calitatea aerului înconjurător; Determinarea concentrației masice de dioxid de sulf; Metoda cu tetracloromercuriat şi pararozanilina

ISO 10498/2004 Aer înconjurător; Determinarea concentrației de dioxid de sulf; Metoda: fluorecență în ultraviolet.
SR EN 12341/2002 Calitatea aerului; Determinarea fracției PM10 de materii sub formă de pulberi în suspensie. Metoda de referință şi proceduri de încercare în situ pentru demonstrarea echivalenței la metoda de măsurare de referință
SR EN 14907/2006 Calitatea aerului înconjurător; Metodă standardizată de măsurare gravimetrică pentru determinarea fracției masice de PM 2,5 a particulelor în suspensie
SR EN 14625/2005 Calitatea aerului înconjurător; Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de ozon prin fotometrie in ultraviolet.
ISO 13964/1998 Calitatea aerului înconjurător;Determinarea ozonului din aerul înconjurător; Metoda de masurare: fotometrie în ultraviolet;

SR ISO 10313/1995 Aer exterior; Determinarea continutului masic de ozon; Metoda prin chemiluminiscență.
STAS 11010/1978 Calitatea aerului; Determinarea substanțelor oxidante.
STAS 10816/1976 Calitatea aerului; Determinarea plumbului
SR ISO 9855/1999 Aer înconjurător; Determinarea conținutului de plumb din particule de aerosol colectate pe filtre. Metoda prin spectrometrie de absorbție atomică.
SR EN 14902/2006 Calitatea aerului înconjurător; Metoda standardizată pentru măsurarea Pb, Cd, As şi Ni în fracția PM 10 a particulelor în suspensie.
ISO 4224/2000 Aer înconjurător; Determinarea monoxidului de carbon; Metoda spectrometrică nedispersivă în infraroşu.
SR EN 14626/2005 Calitatea aerului înconjurător; Metoda standardizată pentru măsurarea concentrației de monoxid de carbon prin spectroscopie nedispersivă în infraroşu.
SR ISO 8186/1997 Aer înconjurător; Determinarea concentrației masice de monoxid de carbon; Metoda prin gaz cromatografie.
STAS 10812/1976 Puritatea aerului; Determinarea amoniacului
STAS 10814/1976 Puritatea aerului; Determinarea hidrogenului sulfurat
STAS 10813/1976 Puritatea aerului; Determinarea pulberilor în suspensie.
ISO 10473/2000 Aer înconjurător; Măsurarea de pe un filtru mediu a masei particulelor în suspensie; Metoda: absorbția cu raze beta.
STAS 10195/1975 Puritatea aerului; Determinarea pulberilor sedimentabile
STAS 11027/1977 Puritatea aerului; Determinarea fenolilor.
STAS 11332/1979 Puritatea aerului; Determinarea aldehidei formice
ISO 14965/2000 Calitatea aerului; Determinarea concentrației totale de compuşi organici nemetanici; Metoda detectării directe în flacără ionizantă.
ISO 14965/2000 Calitatea aerului; Determinarea concentrației totale de compuşi organici nemetanici; Metoda detectării directe în flacără ionizantă.
STAS 12731/1989 Puritatea aerului; Determinarea conținutului de cadmiu

STAS 11103/1978 Puritatea aerului; Determinarea conţinutului de crom.
STAS 10815/1985 Puritatea aerului; Determinarea conţinutului de mangan
STAS 10943/1977 Puritatea aerului; Determinarea acidului clorhidric
ISO 16362/2005Aer înconjurător; Determinarea de hidrocarburi policiclice aromatice
prin HPLC;
SR EN 14662/2005-1,2,3,4,5 Calitatea aerului înconjurător; Metodă standardizată pentru determinarea concentraţiei de benzen.
Partea 1-Prelevarea prin pompare urmată de desorbţie termica şi cromatografie în fază gazoasă.
Partea 2- Prelevarea prin pompare urmată de desorbţie în solvent şi cromatografie în fază gazoasă.
Partea 3- Prelevarea prin pompare automată şi cromatografie în fază gazoasă in situ.
Partea 4- Prelevarea prin difuzie urmată de desorbţie termica şi cromatografie în fază gazoasă.
Partea 5- Prelevarea prin difuzie urmată desorbţie în solvent şi cromatografie în fază gazoasă.
STAS 12730/1989 Puritatea aerului; Determinarea conţinutului de mercaptani
STAS 11194/1979 Puritatea aerului; Determinarea acidului sulfuric
Laborator deseuri

STANDARDE DE LUCRU:

Ape (de suprafata, uzate, subterane):

SR EN ISO 6468 /2000 Calitatea apei. Determinarea unor insecticide organoclorurate, PCB si clorobenzen. Metoda prin cromatografie in faza gazoasa dupa extractia lichid – lichid.

SR EN 12918/2002 Calitatea apei. Determinarea continutului de paration, metil-paration si a altor compusi organo-fosforici din apa prin extractie cu diclorometan si analiza prin cromatografie in faza gazoasa.

SR ISO 11423-1/2000 Calitatea apei .Determinarea continutului de benzen si a unor derivati benzenici. Metoda head-space prin cromatografie in faza gazoasa.

SR ISO 8165-1/2000 Calitatea apei. Determinarea continutului de fenoli monovalenti selectionati. Metoda prin cromatografie in faza gazoasa dupa imbogatire prin extractie.

SR 13213 /1995 Calitatea apei. Determinarea continutului de p-nitrofenol. Metoda spectrofotometrica.

SR EN 1484/2001 Analiza apei. Linii directoare pentru determinarea TOC si DOC.

SR 13183 /1994 Apele de suprafata si apele uzate. Determinarea continutului de sulfocianuri. Metoda spectrofotometrica cu clorura ferica.

SR EN 26595/2002 Calitatea apei. Determinarea arseniului total. Metoda spectrofotometrica cu dietilditiocarbamat.

SR ISO 5667-10 /1994 Calitatea apei. Prelevare. Partea 10: Ghid pentru prelevarea apelor uzate.

SR ISO 5667-11/2000 Calitatea apei. Prelevare. Partea 11: Ghid pentru prelevarea apelor subterane.

SR ISO 5667-6/1997 Calitatea apei. Prelevare. Partea 6: Ghid pentru prelevarea probelor din rauri si cursuri de apa.

SR ISO 5667-4/2000 Calitatea apei. Prelevare. Partea 4: Ghid de prelevare a apelor din lacuri naturale si artificiale.

SR ISO 3696 /1995 Calitatea apei. Apa utilizata pentru laboratoarele analitice . Specificatii si metode de analiza.

STAS 12526/1987 Calitatea apei. Namoluri rezultate de la tratarea apelor de suprafata si epurarea apelor uzate. Luarea si conservarea probelor.

SR EN 25667-2/2002 Calitatea apei. Prelevare. Partea2: Ghid general pentru tehnicile de prelevare.

SR ISO 5667-12/2001 Calitatea apei. Prelevare. Partea 12. Ghid general pentru prelevarea sedimentelor de fund.

SR ISO 5667-17/2005 Calitatea apei. Prelevare. Partea 17. Ghid de prelevare a materiilor solide in suspensie.

SR EN ISO 11885/2004 Determinarea a 33 elemente prin spectrometrie de emisie atomica cu plasma cuplata prin inductie.

SR EN ISO 5667 -13/2000 Ape de suprafata si ape uzate. Prelevare. Ghid general pentru prelevarea probelor de namol si instalatii de tratare si epurare a apelor uzate.

SR ISO 14869-1/ 2001. Calitatea apei. Dezagregare pentru determinarea continutului total de elemente. Dezagregare cu acid fluorhidric si acid percloric.

SR 7587/1996 Calitatea apei. Determinarea substantelor extractabile cu solventi. Metoda gravimetrica.

SR ISO 3696/1995 Calitatea apei. Apa utilizata pentru laboratoarele analitice. Specificatii si metode de analiza.

SR EN 25814/1999 Calitatea apei. Determinarea continutului de oxigen dizolvat. Metoda electrochimica cu sonda.

SR EN 27888/1997 Calitatea apei. Determinarea conductivitatii electrice (toate tipurile de apa).

SR EN 1899-2/2002 Calitatea apei. Determinarea CBO n . Metoda pentru probe nediluate.

SR EN ISO 9963-1/2002 Calitatea apei. Determinarea alcalinitatii. Determinarea alcalinitatii totale si permanente.

SR ISO 10523/1997 Calitatea apei. Determinarea pH- ului.

SR 7877-1/1995 Calitatea apei. Determinarea continutului de produse petroliere. Metoda gravimetrica.

SR EN 25813/2000 Calitatea apei. Determinarea continutului de oxigen dizolvat. Metoda iodometrica.

STAS 12586/1987 Calitatea apei. Namoluri rezultate de la tratarea apelor de suprafata si epurarea apelor uzate. Determinarea umiditatii a substantelor uscate, a pierderilor la calcinare (substante volatile) si a substantelor minerale.

SR ISO 6060/1996 Calitatea apei. Determinarea consumului chimic de oxigen.

STAS 9187/1984Ape de suprafata si ape uzate. Determinarea reziduului.

SR EN 12880/2002 Determinarea reziduului uscat si a continutului de apa.

Deseuri, Sol:

SR EN 14039 /2005 Deseuri. Determinarea continutului de hidrocarburi din domeniul C10-C40 prin cromatografie in faza gazoasa.

SR EN 13370/2004 Deseuri. Analiza eluatelor. Determinarea amoniului, AOX, conductivitatii, mercur, indicelui de fenol, COT, cianurilor usor eliberabile, fluor.

SR ISO 11074-2/2001 Sol. Vocabular. Termeni si definitii privind esntionarea.

SR EN 13656 /2003 Deseuri. Dezagregarea prin microunde cu amestec de acid clorhidric, azotic, fluorhidric, pentru determinarea ulterioara a elementelor.

SR 13467/2002 Deseuri urbane. Metodologie pentru determinarea compozitiei fizice.

STAS 7184-7/1987 Determinarea sarurilor minerale din extractul apos 1:5

SR ISO 10693/1998 Determinarea continutului de carbonati. Metoda volumetrica.

SR ISO 11464/1998 Pretratamentul esantioanelor pentru analizele fizico-chimice.

SR ISO 11465 / 1998 Determinarea continutului de substanta uscata si de apa raportat la masa. Metoda gravimetrica.

SR ISO 11277/2000 Derminarea distributiei dupa marime a particulelor din materialul mineral al solutiilor. Metoda prin cernere si sedimentare.

<u>Pentru biroul Laborator Zgomot si Vibratii:</u>

STAS 10009/1988 , Acustica in constructii. Acustica urbana. Limite admisibileale nivelului de zgomot.

STAS 6156/1986, Acustica in constructii. Protectia impotriva zgomotului in constructii civile si social culturale. Limite admisibile si parametri de izolare acustica.

STAS 6161-1 /1982, Acustica in constructii. Acustica urbana. Masurarea nivelului de zgomot in constructii civile. Metode de masurare.

STAS 6161-3 /1982, Acustica in constructii. Acustica urbana. Determinarea nivelului de zgomot in constructii civile. Metoda de determinare.

SR ISO 1996-1/1995, Acustica. Caracterizarea si masurarea zgomotului din mediul inconjurator. Partea 1: Marimi si procedee de baza.

SR ISO 1996-2/1995, Acustica. Caracterizarea si masurarea zgomotului din mediul inconjurator. Partea 2: Obtinerea de date corespunzatoare pentru utilizarea terenurilor.

SR ISO 1996-3/1995, Acustica. Caracterizarea si masurarea zgomotului din mediul inconjurator. Partea 3: Aplicatii la limitele de zgomot.

SR ISO 9613-1996 Acustica –Atenuarea sunetului propagat in aer liber. Partea 1: Calculul absorbtiei atmosferice.

SR ISO 9613-1996 Acustica Atenuarea sunetului propagat in aer liber Partea 1 Calculul absorbtiei atmosferice .

SR EN ISO3746/ AC -2003 Acustica Determinarea nivelurilor de putere acustica ale surselor de zgomot utilizand presiunea acustica . Metoda de control care utilizeaza o suprafata de masurare inconjuratoare. Deasupra unui plan reflectant.

SR EN ISO 3746-1998 Acustica . Determinarea nivelurilor de putere acustica emise de surse de zgomot utilizand presiunea acustica. Metoda de control care utilizeaza o suprafata de masurare inconjuratoare. Deasupra unui plan reflectant .

SR EN ISO 3744-1997 Acustica . Determinarea nivelurilor de putere acustica emise de surse de zgomot utilizand presiunea acustica. Metoda tehnica in conditii apropiate de cele ale unui camp liber deasupra unui plan reflectant.

SR ISO 8297-1999 Acustica . Determinarea nivelurilor de putere acustica ale instalatiilor cu mai multe surse pentru evaluarea nivelurilor de presiune acustica din mediul inconjurator . Metoda tehnica.

SR ISO 8297/C1-1999 Acustica . Determinarea nivelurilor de putere acustica ale instalatiilor cu mai multe surse pentru evaluarea nivelurilor de presiune acustica din mediul inconjurator . Metoda tehnica.

OMS 536-97 Ordin al Ministrului sanatatii pentru aprobarea Normelor de igiena si a recomandarilor privind mediul de viata al populatiei.

HG 321 -2005 privind evaluarea si gestionarea zgomotului ambiental.

Reglementari de securitate

H.G. 1337/2000 privind asigurarea securitatii utilizatorilor de echipamente electrice de joasa tensiune.

Norme specifice de securitate a muncii pentru activitati de laborator.nr 36
Norme specifice de securitatea muncii pentru producerea aerului comprimat /2000
Legea protectiei muncii nr 90/1996 si normele metodologice de aplicare/1999
Legea 360/2003 regimul substantelor chimice periculoase

Norme interne (adoptate):
Manualele de utilizare a echipamentelor de laborator.
Regulament de organizare si functionare al ANPM sectiunea v.Directia Generala Monitoring Sinteza si Coordonare

1.3. Termeni si definitii, abrevieri

1.3.1. Termeni si definitii

În textul Manualului Calităţii sunt utilizaţi termeni şi definiţii în conformitate cu documentele de referinţă prezentate la subcap. 1.2.

In caz de ambiguitati primeaza definitiile din ISO/CEI 17000 si din VIM.

Pentru o mai bună înţelegere a textului se consideră necesar a se prezenta următorii termeni şi definiţiile acestora:

Organizatie: Companie, corporaţie, întreprindere sau instituţie sau o parte din acestea cu statutul de societate pe acţiuni sau nu, publică sau particulară, care are propriile sale funcţii sau propria sa administraţie.

Calitate : Masura in care un ansamblu de caracteristici intrinseci indeplinesc cerintele.

Cerinta : Nevoie sau asteptare care este declarata, in general implicita sau obligatorie.

Politica in domeniul calitatii : Ansamblul activităţilor planificate şi sistematice, implementate în cadrul sistemului calităţii şi demonstrate atât cât este necesar pentru furnizarea încrederii corespunzătoare că o entitate va satisface condiţiile referitoare la calitate.

Sistem de management al calitatii: Sistem de management prin care se orienteaza si se controleaza o organizatie in ceea ce priveste calitatea.

Laborator de incercari: Laborator care efectuează încercări.

Responsabil calitate: Membru al personalului numit de conducerea organizatiei, având responabilitatea si autoritatea pentru a se asigura ca sistemul calitatii este implementat si respectat şi avand acces la nivelul cel mai înalt din conducerea organizatiei.

Încercare: Operaţie tehnică de determinare a uneia sau mai multor caracteristici ale unui produs, proces sau serviciu dat, în conformitate cu o procedură specificată.

Manualul calitatii: Document care descrie sistemul de management al calitatii al unei organizatii.

Procedura: Mod specificat de desfăşurare a unei activităţi.

Metoda de incercare: Procedură tehnică specificată pentru efectuarea unei încercări.

Document de referinta: Document consultat pentru elaborarea procedurii sau a unui alt document.

Echipament de masurare: Toate mijloacele de măsurare, etaloane, materiale de referință, aparate auxiliare şi instrucțiunile care sunt necesare pentru efectuarea măsurării. Acest termen se referă la echipamentul de măsurare utilizat în cursul încercărilor şi inspecțiilor, precum şi echipamentul utilizat la etalonări.

Etalonare: Ansamblul de operații care stabilesc, în condițiile specificate relația dintre valorile indicate de un mijloc de măsurare sau de un sistem de măsurare, sau valorile reprezentate de o măsură materializată şi de un material de referință şi valorile corespunzătoare unei mărimi, stabilită ca etalon de referință.

Material de referinta: Un material sau o substanță având una sau mai multe proprietăți suficient de bine definite pentru a fi utilizate la etalonarea unui aparat, la evaluarea unei metode de măsurare sau la atribuirea de valori materialelor.

Trasabilitatea: Abilitatea de a regăsi istoricul, realizarea sau localizarea a ceea ce este luat in considerare.

Domeniu de acceptabilitate: Domeniu de valori analiza

Nota 1. Atunci când este luat in considerare un produs, termenul se poate referi la :

- originea materialelor şi a componentelor ;
- istoricul procesării, si;
- distribuirea şi localizarea produsului după livrare

Nota 2. In domeniul metrologiei este acceptata definitia din VIM, de mai jos :

Trasabilitatea masurarii: Proprietatea rezultatului unei măsurări de a se raporta la etaloane specifice naționale sau internaționale prin intermediul unui lanț neîntrerupt de comparații.

Încercare de aptitudine: Evaluarea performanțelor unui laborator în materie de încercări prin intermediul încercărilor interlaboratoare.

Neconformitate: Neindeplinirea unei cerinte.

Nota. Definiția se referă la abaterea sau la absența, față de condițiile specificate a uneia sau a mai multor caracteristici privind calitatea, inclusiv a caracteristicilor privind dependabilitatea sau a elementelor sistemului calității.

Acreditarea unui laborator: Recunoaşterea oficială că un laborator de încercări este competent să execute anumite încercări sau anumite tipuri de încercări.

Evaluarea unui laborator: Examinarea unui laborator de încercări pentru aprecierea conformității sale cu criterii de acreditare stabilite.

Sistem de acreditare al laboratoarelor: Sistem care are propriile sale reguli de procedură şi conducere pentru efectuarea acreditării laboratoarelor.

Organism de acreditare al laboratoarelor: Organismul care conduce sau administrează un sistem de acreditare al laboratoarelor şi acordă acreditare.

Laborator acreditat: Laborator de încercări căruia i s-a acordat acreditarea.

Criterii de acreditare a laboratoarelor: Ansamblul de condiţii utilizate de un organism de acreditare, care trebuie îndeplinit de un laborator de încercări pentru a fi acreditat.
Raport de incercare: document care prezintă rezultatele încercării şi alte informaţii relevante pentru încercare.
Audit: proces sistematic, independent şi documentat în scopul obţinerii de dovezi de audit şi de evaluarea lor cu obiectivitate pentru a determina măsura în care sunt îndeplinite criteriile de audit.
Auditor: persoană care are competenţa de a efectua un audit.
Auditat: organizaţie care este auditată.
Încercari comparative intre laboratoare: organizarea, efectuarea şi evaluarea de încercări asupra aceloraşi obiecte sau materiale, sau asupra unora similare de către două sau mai multe laboratoare în conformitate cu condiţiile predeterminate.
Esantionare : Prelevarea unui esantion din obiectul supus evaluarii conformitatii , in baza unei **proceduri** (3.2) .

1.3.2. Abrevieri

În manualul calităţii se utilizează următoarele abrevieri:
MCL – Manualul Calităţii Laboratorului
PGL – Procedură Generală de Laborator
PSI – Procedură Specifică de Incercare
IL – Instrucţiuni de Lucru
SMC – Sistemul de Managementul Calitatii
RC – Responsabil calitate

2. PREZENTAREA LABORATORULUI

2.1. Istoricul laboratorului

Infiintarea Laboratoarelor Nationale de Referinta

Initial Laboratoarele Nationale de Referinta pentru aer, radioactivitate, zgomot-vibratii si deseuri au fost dezvoltate ca structura in cadrul Institutului National de Cercetare-Dezvoltare pentru Protectia Mediului ICIM Bucuresti.

Prin Hotararea 439 din 12 Mai 2005 s-au transferat din structura organizatorica si din administrarea Institutului National de Cercetare-Dezvoltare pentru Protectia Mediului ICIM Bucuresti in administrarea Agentiei Nationale pentru Protectia Mediului.

Transferul s-a facut in 2005 cu 13 persoane in structura organizatorica a Laboratoarelor.
Dezvoltarea ulterioara a constat in dotarea Laboratoarelor Nationale de Referinta(cuprinse din Laboratorul de aer, Laboratorul de deseuri sic el de Zgomot vibratii) si angajarea de personal, proces care este in curs de desfasurare si in present.

Localuri si dotari:
Locatie permanenta:

Laboratoarele nationale de referinta au locatia permanenta in Str. Splaiul Independentei Nr.294, Sector 6, Bucuresti,(cf. Cu Hotararea 439 din 12 Mai 2005) la etajul I si II al cladirii ANPM in structura unitara cu acces separat izolat de restul compartimentelor de pe etaj (conform schemei de amplasare constructiva- prezentata in anexa 1 a manualului) si are asigurate utilitatile necesare:

-apa rece si apa calda
-curent pentru iluminat si pentru masuratori (220V si 380 V),
-temperatura ceruta pentru masuratori

Locatia permanenta dispune de 9 sali din care :

- sali de laborator pentru

  -operatiunile de incercari teste

  -calibrari ale echipamentelor

- sala cu destinatia magazie de reactivi si sticlarie in conformitate cu prevederile legii 360/2003 referitor la regimul substantelor chimice periculoase.
- Si 3 birouri pentru activitatile de

  -preluarea datelor de monitorizare ale parametrilor aer-emisii de la statiile automate de prelevare

  -proiecte de reglementari, legislatie referitoare la calitatea aerului, parametri de verificat,

  -proiecte de cercetare si colaborare inter-laboratoare de mediu,

  -consultanta, instruire pentru laboratoarele de mediu din teritoriu apartinand structurii Agentiilor Locale de Protectia Mediului din subordinea ANPM.

Conditii specifice birourilor:

Calculatoare HP cu monitor legate in sistem LAN cu acces la internet, imprimanta de retea HP, server HP, mobilier birou (mese, scaune, dulapuri).
Soft-uri instalate EDAC, AAS, IC, GC, ICP-AES, MS-Office.

Conditii specifice ale salilor de laborator sunt asigurate pentru desfasurarea testelor necesare dupa cum urmeaza:
Echipamente conform cu formularul cod FL-5.5-01
Conditiile salilor conform cu dotarile cerute de Normativul de protectia muncii pentru Laboratoarele de incercari fizico-chimice si mecanice, nr.36/1996 prezentate in anexa la prezentul manual. (Anexa nr _____).

Pentru instalarea echipamentelor de laborator cele din listele anexate prezentului manual, **s-au avut in vedere instructiunile de instalare din cartile tehnice a aparatului.**

Locatia permanenta respecta cerintele stabilite de normele de metrologie pentru aparatura din laborator.

2.2. Activitatea şi strategia

Activitatea serviciului Laborator aer:

In locatia permanenta

Specificul laboratorului de aer este de Laborator National de Referinta pentru analize privind calitatea aerului, cu activitate in sediul permanent, prelevare probe inafara sediului permanent , avand si atributii de asistenta tehnica , informare , validare de metode noi, testare in caz de litigiu iar pentru sistemul laboratoarelor de mediu din reteaua APM locale, realizeaza : aprobarea standardelor tehnice de lucru, asigurarea trasabilitatii masuratorilor de mediu , calibrarea externa a echipamentelor de monitorizare a mediului, instruiri ale personalului din laboratoarelor de mediu din sistem, initierea si coordonarea programelor de analize interlaboratoare, evaluarea laboratoarelor de mediu care solicita autorizarea.

Activitati:

- organizează periodic programele naţionale de inter-calibrare a laboratoarelor de calitate a aerului aparţinând agenţiilor regionale şi judeţene pentru protecţia mediului sau ale altor instituţii şi persoane juridice
- stabileşte metode pentru asigurarea acurateţei măsurătorilor şi pentru verificarea menţinerii acesteia în acord cu standardele europene şi internaţionale privind asigurarea calităţii; verifică tehnicile de laborator disponibile la nivelul laboratoarelor APM;
- coordonează programele de asigurare a calităţii datelor privind calitatea aerului înconjurător, provenite din Sistemul naţional de evaluare şi gestionare integrată a calităţii aerului;
- propune îmbunătăţirea metodelor de determinare a concentraţiilor poluanţilor în aerul înconjurător şi indică, după caz, echivalenţa acestora cu metodele de referinţă
- certifică datele provenite din reţeaua de monitorizare a calităţii aerului;

- întocmeşte, pe baza datelor provenite din reţeaua naţională automată de monitorizare a calităţii aerului, rapoarte care se transmit Agenţiei Europene de Mediu;
- asigura calibrarea analizoarelor si standardelor secundare şi de transfer utilizate în reţeaua naţională automată de monitorizare a calităţii aerului
- asigură consultanţa tehnică pentru laboratoarele de mediu privind efectuarea determinărilor din domeniul lor de activitate;
- evaluează capacităţile şi performanţele laboratoarelor de mediu solicitante de autorizare.
- asigură asistenţă tehnică autorităţii centrale pentru protecţia mediului şi altor organisme guvernamentale privind stabilirea metodelor standard de prelevare şi de testare a eşantioanelor
- asigura trasabilitatea masuratorilor de mediu,
- asigura instruiri ale personalului din laboratoarelor de mediu din sistem,

Activitatile de incercare desfasurate in sediul permanent al Laboratorului de aer:
-analize privind calitatea aerului (imisii), conform listei incercarilor prezentata in anexe.
-calibrarea externa a echipamentelor de monitorizare a mediului,
-etalonarea echipamentelor proprii,

Activitati in teren:
- prelevare probe,
-monitorizare si inregistrare conditii ambientale
-manipularea, transportul, depozitarea şi utilizarea echipamentelor de laborator portabile in teren.

Nu se fac de catre laboratorul de aer,
-analize de aer de emisii,
-nici un fel de analize platite.
-etalonari pentru terti.

Activitatile de incercare desfasurate in sediul permanent al Laboratorului dedeseuri:
Activitati in teren:
Nu se fac de catre laboratorul de deseuri:

Activitatile de incercare desfasurate in sediul permanent al Laboratorului zgomot si vibratii:
Activitati in teren:

Nu se fac de catre laboratorul de zgomot si vibratii:

Strategia Laboratoarelor Nationale de Referinta

1.1. Misiune:

Serviciul Laborator Aer

Misiunea este susţinerea şi asistarea ANPM-ului pentru realizarea funcţiei sale de suport tehnic referitor la cerinţele de prelevare ,analiză şi control a resurselor de aer cît şi de a asigura calitatea aerului în conformitate cu reglementarile naţionale şi internaţionale în vigoare.

Serviciul Laborator Deseuri

Asigurarea funcţionării Laboratorului Naţional de Referinţă pentru Deşeuri ;

Asigurarea de asistenţă tehnică autorităţii centrale pentru protecţia mediului şi altor organisme guvernamentale privind stabilirea metodelor standard de prelevare şi de testare a eşantioanelor.

Biroul Zgomot si Vibratii:

Îndeplineşte rolul de laborator naţional de referinţă pentru zgomotul ambiental şi vibraţii şi desfăşoară activităţile conexe, în condiţiile legii; asigură informarea factorilor de decizie naţionali, colaborează cu instituţiile, organizaţiile şi organismele naţionale şi internaţionale în domeniu.

Biroul zgomot şi vibraţii efectuează, la solicitarea autorităţilor, teste în caz de litigiu pentru zgomotul ambiental şi vibraţii şi asigură asistenţă tehnică autorităţii centrale pentru protecţia mediului şi altor organisme guvernamentale privind stabilirea metodelor standard de analiză; participă la menţinerea legăturilor cu laboratoarele de referinţă naţionale şi alte instituţii specifice din alte state.

1.2. Principii ale activităţii de laborator:

- asigurarea funcţionării laboratorului în condiţii de securitate cu respectarea normelor specifice de securitatea muncii în laborator;
- încrederea privind corectitudinea datelor referitoare la calitatea aerului necesare autorităţilor de protecţia mediului pentru evaluarea stării acestuia
- cunoaşterea valorilor reale în cazul depaşirilor valorilor limită admise, astfel încăt să se poată lua cele mai bune masuri pentru înlaturarea cauzelor efectelor poluante;
- credibilitatea datelor raportate sistemelor de monitorizare naţionale şi internaţionale;
- încrederea asupra datelor în caz de litigii

Principalele tipuri de incercari sunt cele din lista anexata in anexa__ cod FL-5.5-01

2.3. Elemente de identificare, contactare

Laboratorul este compartiment identificat in cadrul Agentiei Nationale de Protectia Mediului, Bucuresti (cf cu Organigrama prezentata in anexe).

Date de identificare a laboratorului:

Compartimentul Laborator Aer este laborator de referinta pentru calitatea aerului din cadrul Laboratoarelor Nationale de Referinta ale Agentiei Nationale de Protectie a Mediului Bucuresti

Denumirea agentiei: Agentia Nationala de Protectie a Mediului Bucuresti
Cod Fiscal: CUI 16462898, cont RO 68TREZ70023740120xxxxx Banca A.T.C.P.M.B.
Sediul agentiei: Str. Aleea Lacul Morii nr. 151, sector 6 Bucuresti cod 060841
Telefon : 0040 –(0)21-4934236;
Fax: 0040 –(0)21-4934237
Email: office@anpm.ro
Site: www.anpm.ro

Sediul Laboratoarelor Nationale de Referinta; Compartiment Laborator Aer
Str. Splaiul Independentei Nr.294, Sector 6, Bucuresti,
Telefon : 0040 –(0)21-207.11.19;
Fax: 0040-(0)21-207 .11.03
Email: laborator_aer@anpm.ro

Presedintele ANPM : Gherhes Ioan
Directorul DGMSC : Lupu Corina
Directorul DLNR: Hotoiu Crina
Sef Laborator : Neacsu Iulia
Responsabil calitate: Muresan Rodica

3. PREZENTAREA MANUALULUI CALITĂȚII

3.1. Structura manualului calității

Manualul calității este structurat pe patru secțiuni :

I. Elemente introductive şi de prezentare a laboratorului şi a manualului;
II. Cerințe pentru sistemul de management al calității;
III. Cerințe pentru competența tehnică;
IV. Anexe care conțin documente cu elemente de detaliu sau care completează şi explicitează conținutul Secțiunilor I, II şi III.

Fiecare capitol şi subcapitol este numerotat conform cerintelor ISO 17025 si descrie modalitatea în care laboratorul realizează cerințele din standardardul de referinta.

3.2. Procedura de ținere sub control a manualului

Manualul calității şi modificările la manual sunt elaborate de către

Responsabilul calitate (RC), sunt analizate de catre Seful de laborator şi aprobate de către Directorul Directiei Laboratoare Nationale de Referinta din cadrul Directiei Generale Monitoring Sinteza si Coordonare a ANPM si de Directorul General al directiei Monitoring, Sinteza si Coordonare din cadrul ANPM.

Difuzarea manualului calității şi a modificărilor acestuia precum şi retragerea paginilor modificate se face de către RC pe baza listei de difuzare/retragere documente, cod FL-4.3-02, aprobată de Directorul Directiei Laboratoare Nationale de Referinta.

Manualul calității se editează în 2 exemplare. Primul exemplar verificat şi aprobat se păstrează în arhiva de istorie a laboratorului. Al doilea exemplar, exemplarul original curent, fără număr de exemplar se foloseşte pentru multiplicare.

Gestionarea exemplarului original curent şi a celui din arhiva de istorie se face de către Responsabilul calitate (denumit in continuare RC).

Accesul la exemplarul original curent şi la exemplarul de istorie se face cu aprobarea Directorului Directiei Laboratoare Nationale de Referinta. Aceste exemplare sunt păstrate în dulap sub cheie.

Gestionarea exemplarelor difuzate, în regim controlat, in copii pe hartie se face de către destinatari, în regim de securitate fizică şi confidențialitate.

La exemplarele difuzate are acces personalul din compartimentul respectiv, responsabilitatea gestionării revine destinatarului, care a semnat de primire.

Există şi exemplare ale MCL care sunt difuzate în regim informativ (clienților sau diferitelor organisme), pentru care nu există obligația actualizării.

3.3. Modificarea manualului calității

Elaborarea, analizarea şi aprobarea modificărilor manualului se face de către aceleaşi funcții care au elaborat, analizat şi aprobat documentul inițial.

RC completează indicatorul reviziilor, cod FL-4.0-03 cu elementele modificării: capitol, pagină, conținut sumar.

Editarea, difuzarea şi retragerea modificărilor se face după aceeaşi procedură ca şi la documentul inițial (cap. 3.2.)

Pentru evidentierea modificarilor, in continutul documentului se schimba caracterul de tiparire din new roman in italic pentru modificarea efectuata. Caracterul italic va evidentia intotdeauna ultima modificare efectuata pe o pagina. Succesiunea modificarilor este evidentiata numai in indicatorul reviziilor.

Scopul evidentierii ultimei modificari pe o pagina este de a face cat mai vizibila ultima modificare pentru cei care utilizeaza documentul.

Modificările care nu schimbă sensul documentului, se pot efectua de mână cu datarea şi semnătura celui care a efectuat modificarea, urmând ca în cel mai scurt timp să fie cuprinse în revizia documentului

Difuzarea in regim necontrolat se face cu mentiunea: REGIM INFORMATIV

3.4. Editarea informatizată a manualului calității.

Textul MCL este redactat pe calculator, unde se efectuează şi modificările acestuia. Textul de pe suportul informatic este utilizat numai în scopul editării exemplarelor originale. Fişierul conținând textul MCL se accesează cu parola cunoscută de către RC. Dupa aprobarea editiilor modificate, originalul se pastreaza la RC, iar fisierul electronic nou va inlocui vechiul fisier electronic, prin grija RC.

3.5. Arhivarea documentelor sistemului de management al calitatii

MCL se pastreaza, pentru conservarea cunostintelor si pentru istorie, cu modificarile succesive ale MCL in editia originala. Dosarul cu arhiva de istorie al MCL astfel format are mentionat pe coperta: ”Pastrat pentru istorie”.

SECȚIUNEA II
CERINȚE PENTRU MANAGEMENTUL SISTEMULUI CALITATII

4. CERINTE DE MANAGEMENT

4.1. Organizarea Laboratoarelor Nationale de Referinta

4.1.1. Responsabilitate legala

Laboratoarele Nationale de Referinta din cadrul ANPM nu are personalitate juridica proprie, el se afla sub personalitate juridica a ANPM, care este raspunzatoare din punct de vedere legal.

Laboratorul este identificat in organigrama ANPM (prezentata in conformitate cu H. G.495/2005 privind reorganizarea şi funcționarea Agenției Naționale pentru Protecția Mediului), atasata prezentului manual in Anexa nr. 1. referitor la responsabilitatea legala privind activitatea laboratoarelor.

4.1.2. Conducerea laboratoarelor are responsabilitatea desfasurarii activitatilor de analize si testari in conformitate cu cerintele ISO 17025 pentru satisfacerea cerintelor beneficiarilor, ale autoritatilor de reglementare si ale organizatiei care acorda recunoasterea, inclusiv acreditarea.

4.1.3. Sistemul de management implementat acopera atat lucrarile desfasurate in localul permanent cat si pe cele executate pe teren, cu mijloace mobile de testare.

4.1.4. Persoanele din conducerea ANPM si personalul din Laboratoarele Nationale de Referinta nu au potentiale conflicte de interese, laboratorul cu directie proprie fiind subordonat Directorului general al Directiei Monitoring, Sinteza si Coordonare.

Responsabilitatile persoanelor de conducere sunt definite in Fisele de post si in deciziile pe functii, din care reiese clar independenta acestora fata de beneficiarii lucrarilor sau alte parti interesate in rezultatul incercarilor efectuate si deci lipsa unor conflicte de interese.

Organigrama ANPM este prezentata in Anexa 1 la MCL.

Fisele de post se pastreaza la serviciul Resurse Umane, iar o copie se afla la Directia Laboratoare Nationale de Referinta.

4.1.5.a. Laboratoarele Nationale de Referinta sunt coordonate de Directorul Directiei Laboratoare Nationale de Referinta iar serviciul Laborator Aer de catre Seful de laborator si dispune de personal tehnic si resursele necesare realizarii sarcinilor curente de incercari.

Serviciul laborator Deseuri are personal tehnic, nu este desemnat un sef de Laborator, personalul acestuia este in subordinea Directorul Directiei Laboratoare Nationale de Referinta. De asemenea in structura organizatorica exista.

Personalul de management si personalul tehnic, pe langa responsabilitatea realizarii sarcinilor tehnice si administrative din laborator, **are autoritatea, resursele si procedurile necesare pentru :**

***Implementarea, mentinerea si imbunatatirea sistemului de management ;**

***Identificarea abaterilor de la Sistemul de management sau de la procedurile**

de efectuare a analizelor/incercarilor ;

***Initierea de actiuni de prevenire sau diminuare a acestor abateri.**

Alte elemente de competenta necesare si de managementul resurselor umane ale laboratorului sunt prezentate la capitolul 5.2. al manualului.

4.1.5.b. Fisele de post si documentele privind atributiile de serviciu asigura **ca managementul si personalul tehnic al laboratorului nu sunt supusi nici unei presiuni neadecvate interna sau externa, de natura comerciala, financiara sau de alta natura care le-ar putea influenta negativ calitatea activitatii lor.**

In sistemul de management al laboratorului este formulata si aplicata o politica si un set de criterii pentru asigurarea independentei si impartialitatii personalului managerial si tehnic :

Politica si criterii pentru asigurarea independentei, impartialitatii si integritatii personalului laboratorului.

a) Politica:

Conducerea ANPM, prin directia Generala Monitoring , Sinteza si Coordonare (DGMSC) asigura independenta, impartialitatea si integritatea personalului care conduce si executa activitatea de incercari pentru a asigura increderea beneficiarilor in rezultatele activitatii desfasurate.

b)Proceduri de asigurarea independentei, impartialitatii si integritatii

Independenta, impartialitatea si integritatea este asigurata prin modul de organizare al laboratorului.

Laboratorul si personalul lui au asigurate independenta de decizie privind rezultatele incercarilor efectuate, prin subordonarea directa a Directorului Laboratoarelor Nationale de Referinta, Directorului General al DGMSC, asa cum reiese din organigrama prezentata in anexa nr.1 la MCL.

Serviciul Laborator de Aer efectueaza monitorizarea parametrilor imisii in aerul atmosferic de la statiile automate de monitorizare si analize de imisii in aerul atmosferic

analize numai pentru beneficiari interni, iar dupa acreditare va face analize si pentru beneficiari externi.

Serviciul LaboratorDeseuri este in stadiul de organizare urmand sa faca analize de ape (din surse de suprafata, ape uzate si subterane), deseuri si sol.

Biroul Zgomot si vibratii de asemenea este in faza de organizare interna urmand sa faca analize de zgomot ambiental si vibratii.

Supervizarea finala si aprobarea Rapoartelor de analize se face de catre seful de laborator.

Salarizarea personalului nu este dependenta de numarul sau rezultatele incercarilor efectuate.

Personalul laboratorului nu efectueaza in timpul liber lucrari similare la alte societati.

Personalul are pregatirea profesionala necesara intelegerii importantei rezultatelor analizelor efectuate astfel incat sa aiba o atitudine de corectitudine profesionala fata de rezultatul analizelor.

In laborator probele circula codificat, personalul tratand in mod impartial fiecare analiza, indiferent de beneficiarul lor.

4.1.5.c. Laboratoarele Nationale de Referinta dispun si aplica **politici si proceduri de asigurare a protectiei tuturor informatiilor confidentiale si secrete, a informatiilor reprezentand drept de proprietate a beneficiarilor.**

Laboratoarele Nationale de Referinta stocheaza electronic rezultatele analizelor. Laboratoarele Nationale de Referinta dispun de proceduri pentru protectia stocarii si electronice a rezultatelor.

a) **Politica**

Laboratorul asigura confidentialitatea si protectia datelor si informatiilor obtinute in activitatea de incercari**.**

b) **Proceduri de asigurarea confidentialitatii**

Confidențialitatea privind rezultatele încercărilor este asigurată astfel :

Personalul laboratorului este instruit privind pastrarea confidentialitatii fata de rezultatul analizelor. Aceasta cerinta ii este consemnata in fisa postului, iar personalul semneaza prin semnarea fisei postului un angajament deontologic privind impartialitatea, integritatea si confidentialitatea in activitatea proprie. Prin acest angajament personalul se obliga:

-să păstreze confidențialitatea tuturor datelor, informațiilor şi documentelor de orice fel de la locul de muncă şi de la nivelul întregului laborator;

-să nu folosească în interes personal sau pentru alte persoane datele şi documentele referitoare la activitatea laboratorului, a clienților laboratorului, despre care deține informații;

-să apere integritatea patrimonială de orice fel (materială, morală, etc.) a laboratorului.

Confidentialitatea este asigurata si prin faptul ca accesul in laborator este controlat.

4.1.5.d. Laboratoarele Nationale de Referinta si personalul acestora efectueaza numai activitati de incercari conform specificului si atributiilor proprii, nefiind **implicate in alte activitati care ar putea diminua increderea in competenta, impartialitatea, decizia sau integritatea lor functionala.**

Pentru asigurarea independentei si impartialitatii personalului se aplica politica si criteriile din documentul mentionat la pct. 4.1.5.2.

4.1.5.e. Structura organizatorica a ANPM si a Directiei Laboratoarele Nationale de Referinta este prezentata in Anexele urmatoare:

A1. Organigrama ANPM

A2. Organigrama Laboratoarele Nationale de Referinta

Din organigrama generala a ANPM, Anexa 1 se identifica serviciile suport pentru activitatea Laboratoarelor Nationale de Referinta.

Relatiile dintre managementul calitatii, functiile tehnice si serviciile suport sunt cuprinse in Regulamente, fise de post, strategia DLNR si deasemenea la punctul urmator referitor la responsabilitate si interrelatii ale functiilor de managementul calitatii si tehnice.

Sistemul de management al calitatii Laboratoarelor Nationale de Referinta acopera lucrarile efectuate in compartimentele : Serviciul Laborator aer, Serviciul Laborator Deseuri si Biroul Laborator Zgomot si Vibratii.

In anexa nr.1 la MCL se prezinta organigrama ANPM in care este identificata pozitia Laboratoarelor Nationale de Referinta.

Laboratoarele Nationale de Referinta sunt subordonate Directorului General al directiei DGMSC din cadrul ANPM, pentru a elimina eventualele conflicte de interese cu alte functii.

Personalul Laboratoarelor Nationale de Referinta are in totalitate studii superioare.

In anexa .se prezinta Lista nominala a personalului Laboratoarelor Nationale de Referinta.

In anexa nr.2 la MCL se prezinta organigrama laboratorului, aprobata de Directorul Directorul General al DGMSC la data de ....

ANPM prin departamentul resurse umane a numit prin decizie:

Sef laborator Laborator Aer –D-na Iulia Neacsu - conform deciziei nr..... din data de 03.05.2006.

Loctiitorul sefului de laborator, Laborator Aer este Corina Cristea, conform fisei postului.

Laboratorul are un responsabil calitate, care este nominalizat in persoana Rodica Muresan. conform fisei postului.

RC este mandatat să reprezinte laboratorul pe linie de asigurarea calității şi să țină legătura cu organismul de acreditare .

RC are acces direct la managementul laboratorului la cel mai inalt nivel unde se iau decizii .

4.1.5. f) Responsabilitate, autoritate si inter-relatii

Documentele de management general ale Laboratoarelor Nationale de Referinta, fisele de post, procedurile generale si specifice ale SMC in laboratoare specifica responsabilitatea, autoritatea si interrelatiile intregului personal care conduce, efectueaza sau verifica activitatile care influenteaza calitatea lucrarilor din laboratoare, respectiv:

- Directorul General;
- Sef de laborator;
- Responsabil Calitate
- Responsabil de incercare/Executant de incercare

In linii generale, fara a intra in responsabilitatile definite in procedurile SMC, responsabilitatile, autoritatea si interrelatiile acestor functii sunt urmatoarele:

Director Directiei

-formuleaza politica si obiectivele privind calitatea;

-aproba organigrama si fisele de post si aloca resurse umane si materiale necesare functionarii laboratorului;

-face delegari de autoritate catre seful de laborator si MC privind stabilirea, implementarea si mentinerea sistemului calitatii laboratorului;

-aproba documentele generale ale sistemului calitatii laboratorului;

-aproba planuri, programe, comenzi, contracte etc., stabilite prin documente ale Sistemului Calitatii in laborator;

-analizeaza anual sistemul calitatii aplicat de laborator si dispune masuri pentru imbunatatirea acestuia.

ANPM Serviciul Managementul Resurselor Umane

- numeste in baza rezultatului examenului prin decizie Seful de laborator si Responsabilul de Calitate;

Sef laborator

-are responsabilitate generala, tehnica si organizatorica pentru activitatea laboratorului;

-asigura interfata cu clientii;

-supervizeaza activitatea de analize;

-analizeaza reclamatiile si stabileste / aplica actiunile corective / preventive;

-asigura utilizarea eficace a resurselor umane si materiale din laborator;

-urmareste indeplinirea cerintelor privind confidentialitatea rezultatelor analizelor si proprietatea industriala;

-pregateste analiza sistemului calitatii si rezolva actiunile stabilite cu aceasta ocazie;

-asigura independenta, impartialitatea si confidentialitatea;

-verifica documentele generale ale sistemului calitatii pe laborator;

-se preocupa de imbunatatirea continua a sistemului calitatii;

-identifica necesitatea de instruire, propune programe de instruire si efectueaza instruiri ale personalului laboratorului;

-intreprinde actiuni de asigurarea calitatii rezultatelor;

-aproba raportul de analize;

-pastreaza inregistrari privind activitatea laboratorului;

-gestioneaza documentele externe

-supervizeaza activitatea curenta a executantilor de analize;

-dispune oprirea si reluarea activitatii la constatarea de analize neconforme.

-dispune oprirea activitatii la constatarea de analize neconforme precum si reluarea activitatii dupa remediere

-identifica neconformitati, supervizeaza activitatea curenta a responsabililor de analiza si a laborantilor, mentine competenta

-administrează şi arhivează toate documentele ce constitue înregistrări cu privire la activitatea metrologică şi întreţinerea echipamentelor de măsurare şi/sau analize;

-întocmeşte şi urmăreşte îndeplinirea planului anual de verificare metrologică;

-răspunde de existenţa etichetelor de identificare pe echipamente de măsurare şi/sau analize;

-administrează şi ţine la zi fişele de evidenţă ale echipamentelor de măsurare şi/sau analize;

-întocmeşte lista echipamentelor;

-ţine legătura cu organismele de verificare metrologică pentru verificarea şi etalonarea echipamentelor la scadenţă.

Responsabil Calitate

-are responsabilitate pentru asigurarea implementarii, mentinerii si functionarii sistemului calitatii in laborator;

-raporteaza Directorului Directiei Laboratoare Nationale de Referinta despre efectivitatea sistemului si atingerea obiectivelor privind calitatea;

-are responsabilitatea verificarii respectarii procedurilor sistemului calitatii in laborator ;

-pregateste, inregistreaza si urmareste rezolvarea actiunilor stabilite la analiza efectuata de conducere;

-elaboreaza documentele generale ale sistemului calitatii;

-elaboreaza procedurile specifice de analiza si instructiunile de lucru

-gestioneaza documentele originale ale sistemului calitatii si aplica procedura de controlul documentelor;

-pastreaza inregistrari privind functionarea sistemului calitatii in laborator.

Responsabil de incercare/Executant de incercare

-pregateste si efectueaza analizele;

-realizeaza si pastreaza inregistrari privind analizele efectuate;

-utilizeaza echipamentele de analize si realizeaza conditiile de mediu ambiant necesare efectuarii analizelor;

-preleveaza / receptioneaza, manipuleaza, probe;

-intocmeste rapoarte de analize;

-realizeaza actiunile corective impuse de seful de laborator;

-identifica neconformitati

4.1.5.g.Supervizarea activitatii de incercare

Activitatea generala de supervizare atat sub aspect tehnic cat si organizatoric este desfasurata de seful de laborator.Seful de laborator planifica, urmareste si verifica activitatea de incercare. Seful de laborator are pregatirea, experienta si cunostintele necesare efectuarii unei supervizari corespunzatoare privind cunoasterea si aplicarea corecta a metodelor si procedurilor care trebuiesc aplicate si de evaluare si asigurarea calitatii rezultatelor

Seful de laborator asigura supervizarea personalului care desfasoara activitati de analiza/incercare/testare, inclusiv in perioadele de instruire privind cunoasterea si aplicarea corecta a metodelor si procedurilor care trebuiesc aplicate si de evaluare si asigurarea calitatii rezultatelor

In anexa nr. 3 la MCL este prezentata lista cu personalului din laborator; CV-ul sefului de laborator si a responsabililor de incercare. Detalii ale acestei activitati se regasesc in procedura generala ‘Instruirea personalului’.

4.1.5.h.Managementul tehnic

Managementul tehnic format din Sef de laborator, responsabili de incercare detine intreaga responsabilitate pentru activitatile tehnice si pentru furnizarea resurselor necesare pentru a se asigura calitatea ceruta pentru activitatile laboratorului.

Aceste functii sunt ilustrate in Organigrama, Anexa1.

Procedurile de realizare a competentelor tehnice Procedurile de realizare a competentelor tehnice PGL-5.2. la PGL-5.10 prezinta modul de realizare a acestor responsabilitati.

4.1.5.i.Responsabilitati privind sistemul calitatii in laborator

Pentru realizarea functiei de managementul calitatii in activitatea laboratorului au fost desemnate urmatoarele responsabilitati pentru calitate:
Responsabil de calitate Muresan Rodica care are definita in fisa postului responsabilitatea si autoritatea :

- De a se asigura ca SMC este implementat si respectat in orice moment ;
- De a avea acces direct la managementul cel mai inalt (Directorul DLNR) la luarea de decizii privind politica sau resursele laboratoarului si pentru a raporta privind functionarea SMC

Personalul laboratorului isi asuma responsabilitatea pentru aplicarea in activitatea proprie a cerintelor Standardului ISO/IEC 17025/2005, a cerintelor legale si reglementare ale autoritatilor, a cerintelor clientului si ale organismului de acreditare

4.1.5.j.Delegarea de autoritate

In absenta sefului de laborator, toate responsabilitatile, specificate in fisa postului, sunt preluate de loctiitorul acestuia nominalizat prin decizie. Loctiitorul sefului de laborator este Corina Cristea conform fisei postului.

Cand lipseste atat seful de laborator cat si loctiitorul, delegarea se face de fiecare data in scris in registrul de delegari .

Cu ocazia delegarii, seful de laborator poate face mentiuni in registru privind responsabilitatile delegate loctiitorului pentru perioada respectiva .

4.1.5.k. Constientizarea personalului

Intreg personalul laboratorului cunoaste atributiile functiilor pe care le ocupa, conform fiselor de post si regulamentului de functionare al societatii si cunoaste de asemenea obiectivele calitatii la realizarea carora contribuie in mod direct.

La auditurile interne si analizele de management se evalueaza performantele personalului, indeplinirea atributiilor si realizarea obiectivelor calitatii pentru a se constata nivelul de constientizare a personalului privind relevanta si importanta activitatilor desfasurate si contributia acestuia la realizarea obiectivelor calitatii.

4.1.6.Procese de comunicare adecvate

In cadrul laboratorului au fost stabilite procese adecvate de comunicare interna si externa referitoare la eficacitatea SMC.

Comunicare internă.

Procesul de comunicare internă realizează transmiterea documentelor, informațiilor şi datelor necesare desfăşurării activităților de incercare la fiecare loc de muncă şi persoana din laborator.

Procesul de comunicare internă se realizează atât pe linia de autoritate şi interfuncțională din organigrama societății cât şi pe baza procedurilor, reglementărilor şi responsabilităților din cadrul SMC.

Sistemul de comunicare se realizează prin :

- comunicarea politicii şi obiectivelor calității;
- cerintele de functionare a proceselor SMC
- responsabilitati ale personalului implicat in functionarea SMC
- date si informatii privind functionarea sistemului prin audituri interne si analize
- informatii operative in sedintele cu conducerea
- programele si actiunile de imbunatatire a SMC
- transmitere oficiala de documente continand date si informatii
- difuzarea în regim controlat a documentelor SMC
- emiterea de hotărâri, decizii, transmiterea acestora;
- întocmirea şi comunicarea fişelor postului;
- comunicarea (transmiterea) planificării activităților şi programelor (anuale, lunare, zilnice);
- note interne sau comunicări scrise, între compartimente sau funcții ;
- rapoarte de incercare;
- afişări specifice;

Comunicarea externa

Principalele interfețe externe de comunicare ale laboratorului sunt : clienții, furnizorii de echipamente si furnituri, organismul de acreditare. Formele de comunicare externă sunt în scris (pe suport de hârtie, suport electronic) sau orale (telefonic sau verbal).

Comunicarea externă în scris se realizează prin transmiterea informației (cereri, sesizări, reclamații, răspunsuri la cerei, sesizări şi reclamații, raportări, documente, date etc) părților interesate din afara societății, transmiterea se realizează prin registratura societății care expediază informația prin poştă sau direct printr-un delegat, sau prin e-mail.transmis de persoana care formulează răspunsul.

Comunicarea externă orală se realizează prin transmiterea informației de către persoana responsabilă fie telefonic, fie verbal în cazul în care partea interesată se prezintă la societate.

Comunicarea in exterior a raspunsurilor la solicitari si a informarilor se face cu aprobarea Presedintelui Agentiei Nationale.

4.2. Sistemul de management

4.2.1. Definirea sistemului de management

Laboratorul a stabilit, implementat si mentine un sistem de management corespunzator activitatilor de incercare in conformitate cu cerintele standardului SR EN ISO/CEI 17025 :2005.

Pentru aceasta laboratorul si-a documentat : Politicile, procedurile si instructiunile, astfel incat sa asigure calitatea rezultatelor activitatilor desfasurate (Anexa 4 la MCL-01 – Lista documentelor SMC).

Laboratorul aplica o procedura generala PGL-4.3. de 'Controlul documentelor' prin care a asigurat ca documentatia SMC este difuzata, disponibila in functiile de utilizare, prelucrata, inteleasa si implementata de personalul responsabil.

4.2.2. Politica referitoare la calitate

Conducerea ANPM a stabilit ca directie principala a managementului organizational asigurarea unui standard de calitate la nivel international a activitatilor desfasurate de laborator asociate cu buna practica profesionala a personalului si preocuparea pentru satisfacerea cerintelor beneficiarilor serviciilor laboratorului.

Angajamentul managementului si caile de realizare a acestei politici sunt prezentate in 'Declaratia de politica privind calitatea' semnata de catre Directorul General si inclusa pe prima pagina a acestui Manual (dupa coperta).

Declaratia de politica privind calitatea este larg difuzata in toate sectoarele laboratorului, prelucrata si inteleasa de intreg personalul acestuia.

Obiectivele generale ale calitatii sunt cuprinse in Anexa 5 la Manual. Acestea sunt analizate cu ocazia analizelor efectuate de management.

4.2.3. Angajamentul managementului pentru implementarea SMC

Managementul ANPM prin Directia Generala de Monitoring, sinteza si Coordonare este anagajat ferm pentru dezvoltarea si implementarea unui SMC laboratorului si pentru imbunatatirea continua a acestuia.

In acest scop s-a procedat la modernizarea incaperilor laboratorului, la achizitia de echipamente noi performante, la achizitia unor servicii de consultanta pentru documentarea si implementarea Sistemului de Management Calitatii la cresterea nivelului competentei profesionale si cooperarea cu alte institutii similare si prin participarea de conferinte si simpozioane de specialitate sau alte forme adecvate de perfectionare individuala.

4.2.4. Indeplinirea cerintelor beneficiarilor si a celor legale si reglementare

Prin declaratia de politica privind calitatea si angajamentul de buna practica profesionala privind calitatea serviciilor de incercare ale laboratorului, conducerea

ANPM a tinut sa comunice intregului personal importanta indeplinirii cerintelor beneficiarilor acestor servicii precum si a cerintelor legale si reglementare.
In acest scop conducerea mai foloseste si mijloace de comunicare precum : postere, mijloace video, sau comunicari in cadrul unor reuniuni de lucru sau de analiza.
Responsabilul de Calitate desfasoara deasemenea activitati specifice, interumane de constientizare a personalului privind importanta realizarii cerintelor beneficiarilor si a celor legale si reglementare.
Printre atributiile si indatoririle de servicii ale personalului este cuprinsa si cerinta respectarii prevederilor legale si reglementare pentru activitatea desfasurata.

4.2.5. Structura documentatiei SMC
Manualul Calitatii defineste in Anexa 4 structura documentatiei utilizate in SMC.
In textul manualului se face referire la procedurile suport si procedurile tehnice in explicitarea modului de realizare in cadrul activitatilor laboratorului a cerintelor ISO/CEI 17025:2005.

4.2.6. Rolul si responsabilitatile managementului tehnic si managementului calitatii
Managementul tehnic este format din Seful de laborator si responsabilii de incercare.
Managementul calitatii este realizat prin functiile Directorului DLNR, responsabilul calitatii din laborator.
Rolul si responsabilitatile managementului tehnic si managementului calitatii sunt definite la punctul 4.1.5.f).

4.2.7. Mentinerea integritatii SMC la schimbari
Atunci cand in cadrul SMC se produc schimbari in structura organizatorica, management sau procedurile tehnice, procedurile de controlul documentelor, de comunicare si instruire a personalului permit actualizarea rapida si prelucrarea schimbarilor in toate activitatile si documentele si evitarea dispozitiilor contradictorii sau eronate care ar putea afecta integritatea Sistemului de Management.

4.3. Controlul documentelor 文書管理

4.3.1. Generalitati
Laboratorul are stabilita si mentine o procedura (PGL-4.3) pentru controlul tuturor documentelor care fac parte din Sistemul de Management a activitatilor, respectiv : declaratia de politica, manualul calitatii, procedurile si instructiunile de lucru, legislatii si reglementari, protocoale, standarde, specificatii, manuale, carti tehnice, etc.
Documentele tinute sub control sunt pe diferite suporturi : hartie, suport magnetic, informatic, transparente, material video, etc.
Procedura de control stabileste particularitati pentru fiecare categorie de suport documentar.
Inregistrarile calitatii sunt tratate in alta procedura, respectiv PGL-4.13.

4.3.2. Aprobarea si emiterea documentelor

Toate documentele difuzate in laborator pentru a fi utilizate ca parte a Sistemului de Management sunt analizate si aprobate inainte de utilizare.

Procedura de 'Controlul documentelor' PGL-4.3. prezinta responsabilitatile pentru analiza si aprobarea documentelor.

In Anexa 1 la procedura PGL-4.3. se identifica documentele tinute sub control precum si situatia curenta a stadiului reviziilor pentru a se evita utilizarea documentelor perimate sau nevalabile.

Procedura PGL-4.3. asigura ca :

a) editiile aprobate ale documentelor corespunzatoare sunt disponibile in toate locatiile unde se efectueaza activitati importante pentru functionarea eficace a laboratorului;
b) documentele sunt analizate periodic (la 2 ani) si se revizuiesc cand este necesar pentru asigurarea adecvarii si conformitatii cu cerintele aplicabile;
c) documentele nevalabile sau perimate sunt retrase prompt din toate punctele de utilizare (cele in format electronic se retrag din retea) ;
d) documentele perimate pastrate pentru scopuri legale sunt marcate cu stampila ANULAT si sunt pastrate in arhiva de istorie, de catre fiecare laborator, separat de documentele valabile.

Identificarea documentelor interne se face prin :

- denumire, cod, editie/revizie, data, nr. pagina, nr. de exemplar.

Identificarea documentelor externe se realizeaza prin :

- denumire, numar sau cod ;
- autoritatea emitenta ;
- editia sau amendamentele ;
- data emiterii ;
- nr. de pagini.

4.3.3. Modificarea documentelor

Modificarile documentelor interne sunt analizate si aprobate de aceleasi functii ca si cele initiale.

La baza avizarii si aprobarii modificarilor stau fundamentarile din cererea de modificare si se pot pune la dispozitie alte documente sau informatii justificative.

Pentru evidentierea modificarilor se inscriu in Indicatorul Reviziilor (formular FL-4.3.-03) si se tipareste cu caractere diferite in text (italice).

In caz de necesitatea modificarii urgente, functia emitenta a documentului poate face modificari de mana (cu pix albastru) cu semnatura si data.

Aceste documente se vor realiza partial sau total in cel mai scurt timp posibil (dar nu mai tarziu de 30 de zile).
In procedura PGL-4.3. se descrie modul de realizare a modificarilor in documentele stocate si difuzate electronic.

4.4. Analiza solicitarilor de sau incercari

4.4.1. Politica

laboratorul aplica o politica pentru analiza solicitarilor de incercari pentru a se asigura ca :
- solicitarea este clar definită şi că există condiţiile şi competenţa pentru efectuarea acesteia;
- cerintele, inclusiv metodele ce trebuiesc folosite sunt adecvat definite, documentate, intelese;
- exista capacitate si resurse sa satisfaca cerintele;
- este selectata metoda potrivita de analiza capabila sa satisfaca cerintele.

Aceasta politica se implementeaza prin procedura PGL- 4.4. 'Analiza solicitarilor de incercari'.

4.4.2. Analiza solicitarilor de analize

Laboratorul primeste solicitarile de incercare sub forma scrisa (adrese) prin Secretariatul ANPM sau direct.
Seful de laborator analizeaza solicitarile de incercare si mentioneaza in scris acceptul si termenul pentru efectuare.Avizul se da de catre Directorul DLNR.
Acceptul solicitarii se transmite solicitantului prin Secretariatul ANPM sau direct.

4.4.3. Analiza trebuie sa includa si eventuale activitati urmand a fi executate in alte laboratoare (interne) sau din exterior (daca este cazul).
Orice lucrare efectuata in exterior se aduce la cunostinta solicitantului si se obtine acordul acestuia.

4.4.4. Se aduce la cunostinta solicitantului si se obtine acordul lui pentru orice problema aparuta in efectuarea lucrarii necesitand abateri de la conditiile sau metoda stabilita.

4.4.5. Orice modificare ulterioara sau suplimentara a cererii se primeste in mod documentat si se analizeaza in acelasi mod ca si solicitarea initiala.

Toate comunicarile referitoare la cerintele beneficiarilor sau referitor la rezultatele activitatilor se fac in scris si se mentin aceste inregistrari.
Pentru lucrarile de rutina sau repetitive, inregistrarile privind analiza pot fi sumare: accept si termen; pentru lucrarile noi si complexe analiza poate cuprinde inregistrari ale consultarii mai multor factori interni si externi.

4.5. Subcontractarea analizelor sau incercarilor

4.5.1. De regula laboratorul nu subcontracteaza partial sau total incercarile solicitate.

4.5.2. Daca este necesara utilizarea altui laborator se informeaza in scris solicitantul pentru a-si da acordul in acest sens.

4.5.3. Cu exceptia cazului cand solicitantul decide efectuarea unor analize/determinari in alt laborator precizandu-l, laboratorul este responsabil fata de solicitant pentru lucrarea efectuata in acel laborator; pe care se impun sa-l evalueze privind competenta.

4.5.4. Pentru operativitate laboratorul va pastra si actualiza anual listele tuturor laboratoarelor externe unde au solicitat incercari, cu inregistrari sau documente care sa dovedeasca competenta acestora.

4.6. Aprovizionarea cu servicii si furnituri サービスおよび物品の支給

4.6.1. Politica

Laboratorul aplica o politica pentru selectarea furnizorilor si aprovizionarea cu servicii si furnituri respectiv echipamente, sticlarie, reactivi si alte consumabile, care pot afecta calitatea analizelor, astfel incat sa se asigure ca acestea corespund cu cerintele specificate in standardele sau in metodele de analiza/incercare.

Aceasta politica se realizeaza prin stabilirea si mentinerea unei proceduri PGL-4.6. ‘Aprovizionare cu servicii si furnituri’.

Aceasta procedura se aplica activitatilor de selectie a furnizorilor de aprovizionare, receptie si depozitare a reactivilor, materialelor consumabile de laborator relevanti pentru analize/incercari.

4.6.2. La receptie, furniturile aprovizionate, reactivii si materialele consumabile care afecteaza calitatea analizelor/incercarilor, sunt verificate sau inspectate ca sunt conforme cu cerintele sau specificatiile din standardele sau metodele de analiza/incercare.
Constatarea conformitatii cu comanda si celelalte conditii specificate se consemneaza in nota interna de receptie (NIR).
La receptie se verifica deasemenea documentele care certifica conformitatea furniturilor cu conditiile specificate in comanda.

4.6.3. Caietele de sarcini si comenzile de aprovizionare pentru serviciile si furniturile ce afecteaza calitatea analizelor contin datele de identificare precisa a acestora

(caracteristici, specificatii, standard, certificari necesare sau certificarea sistemului calitatii furnizorului.
Caietele de sarcini si comenzile sunt verificate si aprobate inainte de emitere.

4.6.4. Furnizorii se selecteaza de regula prin licitatii sau concurs de oferte, in baza caietelor de sarcini sau specificatiilor tehnice emise de specialistii laboratorului
Rezultatele acestor evaluari si lista furnizorilor se mentin ca inregistrari ale calitatii.

4.7. Servicii catre client

4.7.1. Laboratorul accepta cooperarea cu beneficiarul incercarilor sau cu reprezentantul sau pentru a-i permite acestuia sa clarifice cerintele specificate sau sa monitorizeze/verifice prestatia laboratorului referitor la lucrarea efectuata sau pentru ridicarea unor obiecte necesare beneficiarului pentru alte determinari.
In aceste situatii laboratorul ia masuri de asigurarea confidentialitatii datelor si informatiilor referitoare la alte lucrari.
Accesul beneficiarilor in zonele cu activitate ale laboratorului se face cu respectarea conditiilor de acces controlat si, de regula, insotiti de personalul desemnat al laboratorului.

4.7.2. Laboratorul comunica cu solicitantul lucrarilor privind problemele tehnice ce pot apare, comunicarea unor opinii sau interpretari bazate pe rezultate si a unor eventuale intarzieri justificate in finalizarea lucrarilor.
Laboratorul accepta informatii de feed-back de la clienti, atat pozitive cat si negative (concluzii ale supravegherii, analiza continutului raportului, omisiuni constatate, completari solicitate, etc).
Informatiile de feed-back sunt analizate si utilizate pentru imbunatatirea sistemului de management, a activitatilor de analize/incercari si a serviciilor catre client, in general.

4.8. Tratarea reclamatiilor

4.8.1. Politica

Laboratoarele Nationale de Referinta au politica de rezolvare a oricaror reclamatii primite de la clienti sau de la alte parti in scopul imbunatatirii sistemului de management a activitatilor si serviciilor catre clienti.
Politica se realizeaza prin stabilirea si mentinerea unei proceduri de tratare a reclamatiilor PGL -4.8.

4.8.2. Tratarea reclamatiilor

Laboratorul primeste reclamatiile sub forma scrisa, prin Secretariatul ANPM sau direct (registru intrari/iesiri).

Seful de laborator inregistreaza reclamatia in Registrul de evidenta reclamatii al laboratorului si dispune analiza acestora sau le analizeaza personal pentru a se lamuri cauzele si actiunile corective urmand a fi inteprinse.

Seful de laborator formuleaza raspunsul la reclamatie, il prezinta spre aprobare Directorului DLNR si il transmite prin registratura de la Serviciul Coordonare al ANPM la reclamant.

Daca analiza reclamatiei demostreaza ca exista cauze care ar permite repetarea neconformitatilor sesizate in reclamatie Seful de laborator deschide o fisa de actiuni corective conform procedurii PGL-4.11. 'Actiuni corective'.

Reclamatia, rezultatele investigatiei, raspunsul la reclamatie si actiunile corective inteprinse sunt pastrate ca inregistrari si se impun analizei efectuate de management (PGL-4.15.).

4.9. Controlul lucrarilor de incercari neconforme

4.9.1. Laboratorul are o politica de tinere sub control a aspectelor neconforme la lucrarile efectuate pentru evaluarea si corectia acestor aspecte, pentru rezolvarea in relatia cu clientul a efectelor neconformitatilor si pentru inteprinderea de actiuni in vederea eliminarii sau evitarii unor astfel de abateri.

4.9.2. Procedura de controlul lucrarilor neconforme (PGL-4.9.) asigura:

- desemnarea responsabilitatilor pentru tratarea lucrarilor neconforme si inteprinderea de actiuni de corectie
- evaluarea impactului neconformitatii asupra rezultatelor
- actiunile necesare pentru corectarea abaterilor
- eventuala oprire a lucrarii si anuntarea clientului
- autorizarea reluarii lucrarii, dupa eliminarea cauzelor

4.9.3. Daca analiza lucrarii neconforme arata ca activitatea neconforma se poate repeta sau sunt dubii privind conformitatea functionarii laboratorului fata de politica si procedurile proprii, seful de laborator dispune sau initiaza aplicarea procedurii de actiuni corective PGL-4.11 sau a procedurii de actiuni preventive (PGL-4.12), dupa caz. Detalii ale activitatilor de controlul lucrarilor neconforme se prezinta in procedura PGL-4.9.

4.10. Imbunatatire

4.10.1. Politica

Laboratorul se preocupa de imbunatatirea continua a eficacitatii sistemului de management prin folosirea:

- politicii privind calitatea
- obiectivelor calitatii

- rezultatelor auditurilor interne
- rezultatelor analizei de date
- actiunilor corective si preventive
- masurilor de imbunatire stabilite de analiza efectuata de management

4.10.2. Modul de realizare a imbunatatirii eficacitatii sistemului de management pe caile mentionate mai sus se regaseste in procedurile documentate pentru activitatile respective.

4.11. Actiuni corective

4.11.1. Politica

Laboratorul aplica o politica de implementare de actiuni corective atunci cand se identifica lucrari neconforme sau abateri de la politici si proceduri in sistemul de management sau de la activitati tehnice pentru eliminarea cauzelor acestor neconformitati sau abateri si prevenirea reaparitiei lor.

4.11.2. Aplicarea acestei politici se realizeaza prin mentinerea unei proceduri de actiuni corective PGL-4. 11.
Procedura de actiuni corective prezinta activitatile si responsabilitatile pentru:

a) analiza cauzelor primare a problemelor identificate
b) selectarea si implementarea actiunilor corective adecvate dintre actiunile potentiale pentru eliminarea cauzelor si prevenirea reaparitiei problemelor
c) documentarea si implementarea modificarilor rezultate din investigarea actiunilor corective
d) monitorizarea rezultatelor si eficientei actiunilor corective, inteprinse
e) pastrarea de inregistrari ale actiunilor corective inteprinse

4.11.3. Atunci cand identificarea neconformitatilor si abaterilor conduce la indoieli privind conformitatea laboratorului cu politicile si procedurile sale sau cu cerintele ISO 17025, seful de laborator sau RC poate solicita un audit intern al zonei cu probleme. Audituri interne suplimentare se mai organizeaza pentru verificarea realizarii unor actiuni corective, pentru neconformitati numeroase sau vizand aspecte critice sau cu risc pentru rezultatele din zona respectiva.

4.12. Actiuni preventive

4.12.1. Politica

Laboratoarele Nationale de Referinta au stabilit o politica privind identificarea potentialelor surse de neconformitati, fie tehnice, fie referitoare la sistemul de management si de dezvoltare, implementare si monitorizare a unor planuri de actiuni

preventive pentru reducerea probabilitatii de aparitie a acestor neconformitati si pentru oportunitatile de imbunatatire. Aceasta politica se aplica prin mentinerea unei proceduri PGL-4.12 'Actiuni preventive'.

4.12.2. Implementarea de actiuni preventive

Procedura PGL-4.12 'Actiuni preventive' prevede initierea unor actiuni pentru:

a) identificarea surselor potentiale de neconformitati si a imbunatatirilor necesare fie tehnice fie in sistemul de management
b) dezvoltarea, implementarea si monitorizarea de planuri de actiuni pentru reducerea probabilitatii de aparitie a neconformitatilor potentiale si pentru realizarea oportunitatilor din imbunatatire
c) verificarea daca actiunile preventive inteprinse au fost eficace
d) mentinerea de inregistrari privind actiunile preventive si rezultatele acestora.

Detalii privind actiunile preventive si responsabilitatile implicate sunt prezentate in procedura PGL-4.12.

4.13 Controlul inregistrarilor 記録の管理

4.13.1. Conditii generale

a) Laboratorul a stabilit si mentin o procedura pentru identificare, colectare, indexare, acces, clasare, depozitare, pastrare si eliminare a inregistrarilor calitatii si inregistrarilor tehnice (PGL-4.13 'Controlul inregistrarilor').

Toate inregistrarile sunt identificate si pastrate astfel incat sa fie lizibile si usor regasite pe durata stabilita de pastrare.

Inregistrarile sunt pastrate in dosare, bibliorafturi si dulapuri inchise: protectia fizica, securitatea si confidentialitatea lor.

De regula nu se opereaza modificari in inregistrare.

Eventualele greseli se corecteaza astfel incat sa fie clara modificarea (fara stergere sau acoperire) inscriind valoarea corectata in mod clar.

b) Inregistrarile calitatii include: rapoartele auditurilor interne si ale analizelor de management, analizele de date, actiunile corective si preventive inclusiv programe de imbunatatire.

c) Inregistrarile tehnice cuprind: date si informatii referitoare la competenta tehnica, observatiile si rezultatele incercarilor/analizelor, ale etalonarilor, factorilor de mediu sau de incertitudine, personalul implicat astfel incat sa permita repetarea analizei/incercarii in conditii cat mai apropiate de cele initiale.

d) Laboratoarele protejeaza salvarea inregistrarilor editate si stocate electronic. Accesul la inregistrarile stocate electronic este strict controlat (parola, acces) pentru evitarea pierderii sau modificarii acestora.

4.14. Audituri interne

4.14.1. Laboratorul aplica o procedura de audit intern PGL-4.14 prin care realizeaza:
a) programarea anuala a auditurilor
b) planificarea si desfasurarea auditurilor
c) calificarea si competenta auditorilor interni si asigurarea independentei acestora
d) cuprinderea in domeniul auditului atat a elementelor sistemului de management cat si activitatile de incercare/analize
e) raportarea constatarilor auditului intern pe zonele auditate

4.14.2.Atunci cand sunt identificate neconformitati ca urmare a auditului intern, laboratoarele inteprind actiuni corective si notifica in scris clientilor daca analiza neconformitatilor demostreaza ca au fost afectate lucrarile acestora.
Actiunile corective si rezultatele acestora se inregistreaza pefisele de neconformitati, Actiuni corrective/preventive..

4.14.3. La auditul urmator sau in situatii justificate la un audit de urmarire se verifica eficacitatea actiunilor corective inteprinse.

4.15. Analize efectuate de management

4.15.1. Directorul DLNR organizeaza annual o reuniune de analiza a sistemului de management al calitatii pentru a se asigura de continua adecvare si eficacitate a acestuia si pentru a aduce modificarile sau imbunatatirile necesare.

4.15.2. Activitatile desfasurate la reuniunea de analiza, aspectele analizate si actiunile inteprinse urmare a analizei de management sunt prezentate in procedura PGL-4.15 ‘Analiza efectuata de management’.

4.15.3. Conducerea laboratorului asigura realizarea actiunilor si masurilor de imbunatatire stabilite la analiza efectuata de management printr-un ‘Program de imbunatatire’.

SECTIUNEA III
CERINTE PENTRU COMPETENTA TEHNICA

5. CERINTE TEHNICE ALE LABORATOARELOR NATIONALE DE REFERINTA

5.1. Conditii generale

Această secțiune descrie cerințele pe care trebuie să le îndeplinească Laboratoarele Nationale de Referinta pentru a demonstra că sunt competente tehnic pentru efectuarea incercerilor sau tipurilor de incercare pentru care solicită acreditarea.

Competența tehnică a Laboratoarelor Nationale de Referinta au în vedere în principal corectitudinea şi fiabilitatea rezultatelor obținute la incercarile sau tipurile de incercari pe care le execută.

Elementele de competență tehnică se referă la următoarele aspecte de bază :

- competența resurselor umane;
- spații şi condiții de mediu adecvate;
- metode de încercări;
- echipamente adcvate;
- trasabilitatea măsurării;
- prelevarea, manipularea şi păstrarea probelor;
- asigurarea calității rezultatelor încercărilor;
- modul de raportare al rezultatelor.

5.2. Personalul

5.2.1. Politica

ANPM aplică o politică adecvată pentru asigurarea laboratorului cu personal competent, având studiile şi pregătirea necesară efectuării analizelor din domeniul specific de activitate.

In anexa 3 la MCL se prezinta lista cu personalul din laborator.

Obiectivele instruirii personalului sunt relevante pentru activitatile prezente si pentru cele de perspectiva. Laboratorul are formulate cerinte specifice privind competenta, calificarea, responsabilitatile si sarcinile personalului de baza in fisele posturilor.

Cerintele specifice de competenta pentru efectuarea anumitor tipuri de încercări pot sa fie identificate dupa caz, in fisele posturilor sau in procedurile specifice de incercare. Laboratorul pastreaza inregistrari disponibile cuprinzand date din care sa rezulte nivelul de calificare, instruire si experienta a personalului tehnic.

5.2.2. Laboratoarele Nationale de Referinta utilizeaza numai personal angajat permanent care nu are permisiunea de a mai desfasura activitati similare in alte organizatii.

5.2.3. Conducerea ANPM a asigurat cu personal competent laboratoarul pentru toate lucrarile cu echipamente specifice, efectuarea incercarilor din programul tehnic si pentru elaborarea documentelor/rapoartelor de incercari.
5.2.4. Conducerea Laboratoarelor Nationale de Referinta formuleaza anual obiective si programe de instruire a personalului laboratorului. Identificarea necesarului de instruire rezulta din sarcinile curente si anticipate ale laboratorului.
Eficacitatea actiunilor de instruire este evaluata prin testare si audit intern si cu ocazia analizei efectuate de management.

5.2.5. Laboratoarele Nationale de Referinta mentin fisele posturilor pentru tot personalul managerial, tehnic si de specialitate implicat in activitatile de incercari. Formatul si continutul fisei postului este prezentat in anexa la procedura PGL-5.2. 'Instruirea personalului'.

5.2.6. Conducerea ANPM autorizeaza in mod specific personalul pentru :
- efectuarea anumitor tipuri de incercari/analize
- lucru cu anumite tipuri de echipamente
- emiterea rapoartelor de incercari/analize
- formularea interpretarilor rezultatelor analizelor/incercarilor

5.2.7 Laboratoarele Nationale de Referinta mentin inregistrari referitoare la autorizarile relevante, competenta, studiile si calificarile profesionale, instruirea specifica, experienta si abilitatile intregului personal tehnic.
Aceste informatii sunt disponibile in compartimentul Managementul Resurselor Umane si mentioneaza data la care ele au fost confirmate/actualizate.

5.3. Locatii si conditii de mediu

5.3.1. Facilitatile laboratorului de incercari : incaperile, sursele de energie, iluminat si conditiile de mediu sunt amenajate si asigurate pentru a permite efectuarea corecta a activitatilor specifice de analize si incercari.
In nici un caz nu se permite afectarea negativa sau invalidarea rezultatelor datorita conditiilor de mediu.
In anexele nr…… se prezinta dispunerea incaperilor laboratorului cu mentionarea scopului, dimensiunilor, dispunerii pincipalelor echipamente si conditiilor de mediu asigurate.
Conditiile tehnice pentru locatii (incaperi si utilaje) si conditiile de mediu, atunci cand acestea ar putea influenta rezultatele analizelor/incercarilor, sunt documentate in fiecare

procedura specifica de incercare. Pe anexele nr……..sunt specificate incaperile cu cerintele specifice de mediu.
5.3.1.a) Atunci cand prelevarea sau chiar incercarile se efectueaza in alte spatii sau locatii (la locul faptei, etc) se iau toate masurile necesare (surse de iluminat, alimentare a aparatelor, protectie impotriva picaturilor de ploaie sau zapada, etc) pentru ca aceste activitati sa nu influenteze negativ sau sa invalideze rezultatele.
In aceste situatii Responsabilul de lucrare nu executa sau nu permite inceperea executarii prelevarii, masuratorilor sau altor investigatii pana nu au fost realizate conditiile necesare bunei desfasurari a acestora (conform procedurilor).

5.3.2. Laboratoarele Nationale de Referinta este dotat cu instalatii de climatizare sau efectueaza operatii de monitorizare si masurare, tinere sub control si dupa caz, inregistrarea conditiilor de mediu atunci cand specificatiile, relevanta metodele de lucru si echipamentele sau procedurile impun anumite conditii de mediu sau cand acestea pot influenta rezultatele rezultatelor.
Cerintele specifice si conditiile de mediu ce ar putea influenta rezultatele sunt precizate explicit in procedurile specifice de analiza/incercare, cu precizarea masurilor pentru a se evita aceasta influenta.
Responsabilul de incercare sau seful de laborator opreste sau nu incepe lucrarea atunci cand conditiile de mediu pericliteaza corectitudinea rezultatelor.

5.3.3. Laboratorul aplica masuri pentru separarea eficienta a zonelor cu activitati specifice astfel incat sa nu se produca perturbatii, influente reciproce sau contaminari incrucisate.
Zonele vecine cu activitati incompatibile reciproc sunt separate ferm si efectele prin plasarea in camere distincte sau prin usi care de regula, in timpul activitatii, sunt inchise.

5.3.4. Accesul in incintele laboratorului este controlat pe doua etape :
- accesul de la intrarea generala a ANPM de unde persoanele straine sunt insotite de personalul laboratorului ;
- accesul in incinta laboratorului controlat prin reguli scrise si afisate pe intrare in incaperile cu activitati specifice.

Functie de natura activitatilor, nivelul de pericole sau cerintele de confidentialitate, accesul in unele zone sau incaperi este strict controlat si afisat corespunzator.

5.3.5. Laboratoarele au stabilit si afisat programul de curatenie in spatiile de lucru si auxiliare.
Laboratoarele avand cerinte specifice privind modul de efectuare a curateniei au stabilit, documentat si afisat instructiuni speciale de curatenie.

5.4. Metode de incercare si validarea metodelor

5.4.1. Generalitati

Laboratoarele Nationale de Referinta utilizeaza in activitatea proprie metode si proceduri adecvate pentru toate incercarile efectuate, respectiv : prelevare, depozitare, manipulare, esantionare si pregatirea probelor, efectuarea incercarilor si dupa caz, pentru estimarea incertitudinii sau tratarea statistica a datelor si rezultatelor.

Laboratoarele Nationale de Referinta au instructiuni de lucru si carti tehnice pentru lucrul cu echipamentele specifice si de manipulare si de pregatire a obiectelor de incercat, pentru toate activitatile la care lipsa unor instructiuni ar putea afecta rezultatele. Toate instructiunile, standardele, manualele si datele de referinta relevante pentru activitatile laboratoarelor sunt actualizate si pastrate in laborator la locatiile sau responsabilii de activitati si sunt disponibile personalului care trebuie sa le utilizeze.

Intreg personalul are obligatia efectuarii lucrarilor conform metodelor stabilite. Orice abatere de la documentatia stabilita trebuie in prealabil documentata, justificata tehnic, aprobata si daca este cazul, acceptata de beneficiar.

Procedurile si instructiunile pentru metodele standardizate nu copiaza continutul standardelor dar contin activitatile de management specifice si referiri concrete la standardele de metoda aplicat.

5.4.2 Selectarea metodelor

Laboratorul utilizeaza metode de prelevare, esantionare si incercare care satisfac cerintele beneficiarilor si care sunt adecvate pentru situatiile specifice ale acestor incercari.

Metodele utilizate sunt metode standardizate la nivel national si european sau sunt publicate in documente oficiale sau altcumva recunoscute.
De preferinta sunt utilizate metodele standardizate.

Laboratoarul se asigura de utilizarea ultimei editii a standardelor de metoda. Atunci cand beneficiarul nu specifica metodele care trebuie sa fie utilizate, decizia o ia laboratorul urmarind ca aceasta sa fie o metoda publicata in standarde sau de organizatii tehnice reputabile sau in reviste stiintifice relevante, sau o metoda a producatorilor echipamentelor de analiza/incercare.

Laboratoarele nu dezvolta metode proprii si deci nu desfasoara activitati de validare de metode.

Atunci cand utilizeaza pentru prima data o metoda de incercare, chiar standardizate, laboratorul verifica si confirma ca aceste metode se aplica in mod corect. Aceasta confirmare se reface la modificarea metodei sau standardului de metoda.

Laboratorul informeaza beneficiarul daca metoda solicitata de acesta este neadecvata sau depasita si ii recomanda metoda adecvata.

5.4.3. Metode nestandardizate

Laboratorul nu utilizeaza metode nestandardizate.

5.4.4. Validarea metodelor

Laboratorul nu dezvolta metode proprii de incercare si nu desfasoara o activitate propriu-zisa de validare a metodelor.

Se utilizeaza totusi tehnici de determinare a performantelor sau confirmare a metodelor atunci cand se aplica pentru prima oara sau se produc schimbari in metodele de operare sau de personal.

Metoda cea mai frecvent utilizata este etalonarea folosind materiale de referinta.

5.4.5. Estimarea incertitudinii de masurare

De regula incertitudinea de masurare este stabilita de catre laboratorul metrologic autorizat, la etalonarea aparatelor de masurare supuse controlului metrologic al statului si se inscrie in certificate de etalonare eliberat.

Daca solicitantul incercarii, legislatia aplicabila sau limitele foarte stranse ale criteriilor de acceptare cer estimarea incertitudinii de masurare, laboratorul aplica o procedura de estimare a incertitudinii care se mentioneaza in raportul de incercare.

La estimarea incertitudinii de masurare se iau in consideratie toate componentele importante sau semnificative pentru situatia data.

Atunci cand incertitudinea de masurare nu se poate determina cu mare precizie se identifica componentele sau expresia estimarii rezonabile a acesteia (repetabilitate, abatere medie patratica).

5.4.7. Controlul datelor

Seful de laborator si dupa caz responsabilul de incercare verifica fiecare calculul si transferul de date rezultate din aceste activitati.

Echipamentele inzestrate cu calculator, softul de operare este instalat de producator si validat de acesta in aplicatia cu care sunt livrate.
Personalul laboratorului nu poate interveni in softul instalat pe aceste echipamente.
In astfel de situatii sunt asigurate urmatoarele masuri :

a) protectia datelor prin salvare, inregistrare si confidentialitate
b) asigurarea conditiilor corespunzatoare de operare si de mediu pentru mentinerea integritatii datelor.

5.5. Echipamente 機材

5.5.1. Laboratorul este dotat cu toate echipamentele de esantionare, masurare si incercare necesare executarii corecte a tuturor activitatilor, incluzand prelevarea, esantionarea, pregatirea, prelucrarea si analiza datelor/incercarilor.

Lista echipamentelor utilizate de laborator este intocmita si actualizata anual (Formular FL 5.5.- 01) de catre seful de laborator.

5.5.2. Echipamentele si programele soft utilizate pentru esantionare si incercare, realizeaza cerintele de exactitate necesare si corespund cu specificatiile pentru incercarile efectuate.

Pentru parametrii sau valorile echipamentelor avand un efect semnificativ asupra rezultatelor se intocmesc programme de etalonare (Formular FL-5.5. – 02).

Echipamentele de esantionare si incercare sunt etalonate sau verificate inainte de punerea in functiune sau de utilizare pentru a se demonstra ca indeplinesc cerintele laboratorului si sunt conform cu specificatiile relevante ale standardelor sau daca se realizeaza trasabilitatea masurarii. (cap.5.6.)

5.5.3. Echipamentele sunt deservite de personal autorizat.

Lista personalului autorizat pentru lucrul pe diferite echipamente este intocmita si actualizata de catre Seful de laborator si aprobata de catre Directorul DLNR (Formular FL-5.5.- 03).

Personalul utilizator are la dispozitie instructiuni actualizate de utilizare si mentenanta pentru echipamente (inclusiv carti tehnice ale producatorului echipamentului).

5.5.4. Fiecare echipament si componenta semnificativa de hard sau soft sunt, atunci cand este practic posibil, identificate unic prin serie si numar de inventar.

5.5.5. Pentru fiecare echipament si componenta semnificative pentru incercarile efectuate sunt mentinute inregistrari sub forma de Fisa de echipament (Formular FL-5.5.-04) care curpinde doua parti :

a) Starea tehnica
- denumire
- producator, tip, serie, nr. de inventar
- caracteristici principale
- locul de utilizare
- referire la instructiunile de utilizare
- intretinerile, reparatiile (defectiunile constatate)
- programul de mentenanta

b) Starea metrologica
- verificarile etalonarilor efectuate : data, buletin, etalonare
- data urmatoarei verificari/etalonari

O copie a buletinelor de verificare sau certificatelor de etalonare se anexeaza la Fisa de echipament.

5.5.6. Laboratorul aplica o procedeura generala PGL-5.5. pentru identificarea, gestionarea, verificarea, manipularea, depozitarea, utilizarea in conditii de securitate si planificarea mentenantei echipamentelor.

Pentru situatiile cand laboratorul utilizeaza echipamentele in exteriorul incintei se aplica o procedura suplimentara pentru transport, verificare, manipulare si utilizare

(PGL-5.5.-01).

5.5.7. Laboratorul are proceduri (PGL-5.5.) si inteprinde actiuni de identificare si scoatere din serviciu a echipamentelor care au fost suprasolicitate, manevrate gresit, s-a constatat ca sunt defecte, care ies din limitele specificate sau dau rezultate suspecte.

Aceste echipamente sunt marcate cu o eticheta rosie cu mentiunea : defect sau scos din serviciu, sunt depozitate (cu exceptia celor in montaj fix) separat pana cand sunt reparate, reverificate si repuse in functiune.

Aceasta situatie este inregistrata in Fisa de echipament.

In aceste situatii se examineaza efectul, deficienta asupra masurarilor sau determinarilor deja efectuate si aplica procedura PGL-4.9.'Controlul lucrarii neconforme'.

5.5.8. Echipamentele supuse controlului metrologic (Formular 5.5.-02) sunt marcate cu etichete indicand situatia verificarii/etalonarii, data verificarii/etalonarii si data expirarii verificarii/etalonarii cand aceasta trenuie refacuta (eticheta model Formular 5.5.-05).

5.5.9. Echipamentele care sunt utilizate in afara laboratorului sunt reverificate atunci cand revin in serviciu si trebuie sa fie conform cu cerintele specificate in Fisa de echipament.
Aceasta verificare se inscrie in Fisa de echipament.

5.5.10. Etalonarile intermediare de lucru se efectueaza conform procedurii PL-5.6.-01 si se inregistreaza in caietul responsabilului de incercare, cu toate datele primare si rezultatul obtinut.

5.5.11. Eventualii coeficienti de corectie, de etalonare sunt inregistrati si se aplica rezultatelor sau se introduc in softul de operare. Seful de laborator verifica utilizarea corecta a acestor coeficienti la masurari (PL-5.6.-01).

5.5.12. Dupa verificare sau etalonare aparatele sunt sigilate, iar softul este parolat pentru a impiedica reglajele ce ar putea invalida rezultatele masurarilor.

5.6. Trasabilitatea masurarii

5.6.1. Generalitati

Toate echipamentele de masurare si incercare care au un efect semnificativ asupra exactitatii sau validitatii rezultatelor incercarilor/etalonarilor sau esantionarii sunt etalonate inainte de punerea in functiune si periodic dupa un program aprobat anual (F-5.6.-01).

In programul anual sunt identificate echipamentele etalonate extern (BRML) sau intern.

Pentru echipamentele etalonate extern se aplica procedura PGL-5.6. iar pentru cele etalonate intern, procedura PO-5.6.-01.

Seful de laborator este responsabil de respectarea programului anual de etalonare.

5.6.2. Cerinte specifice

Pentru echipamentele de masurare si echipamentele de incercare cu functie de masurare se aplica un program de etalonare ce asigura trasabilitatea la unitatile SI sau la materiale de referinta certificate, pentru a asigura ca echipamentele realizeaza incertitudinea de masurare necesara.

Se intocmesc si aproba anual programme de etalonare (F-5.6.-01) interne.
Se intocmesc programe de intercalibrari externe la solicitarea unor Laboratoare similare internationale si la solicitarea unor laboratoare similare din cadrul sistemului APM din tara.

-Seful de laborator urmareste realizarea acestor programe

- Laboratoarele externe (BRML) emit certificate de etalonare declarand incertitudinea de masurare a echipamentului respectiv

- Etalonarile interne declara conformitatea cu un material de referinta la o incertitudine de masurare identificata prin procedura de etalonare (PL-5.6.-01) si calculata pentru fiecare etalonare.

Materialele de referinta utilizate sunt: materiale de referinta certificate sau trasabile la materiale certificate.

Materialele de referinta si reactivii sunt tinute sub control prin inregistrare, depozitare, urmarirea manipularii sau consumului /utilizarii pentru a se preveni deteriorarea/degradarea sau contaminarea acestora. In acest scop se aplica procedura PO-5.6.-02 ‘Gestiunea materialelor de referinta si reactivilor‘.

5.7. Esantionare

5.7.1. Laboratorul aplica proceduri si planuri de prelevare si esantionare atunci cand preleveaza si esantioneaza substante, materiale si obiecte pentru incercari ulterioare
Procedurile si planurile de esantionare sunt disponibile celor care efectueaza aceste activitati si atunci cand este practic, in locatiile unde le efectueaza.
Planul de esantionare are in vedere factorii care sa asigure validitatea rezultatului incercarii in scopul urmarit.
Procedurile de esantionare descriu: selectarea, planul de prelevare, modul de prelevare si inregistrarile necesare pentru a obtine informatiile cerute.

5.7.2. Abaterile sau modificarile in aplicarea procedurilor de esantionare, la cererea Beneficiarului sau datorate circumstantelor speciale trebuie sa fie specificate in scris in planul de esantionare si sa fie comunicate personalului implicat in activitate si regasite in documentele si inregistrarile rezultatelor.

5.7.3. Laboratorul realizeaza si pastreaza inregistrari ale datelor si activitatilor relevante pentru esantionari formand o parte a incercarii efectuate.
Inregistrarile trebuie sa mentioneze :

- procedura de prelevare/esantionare utilizata
- identitatea prelevatorului
- conditiile de mediu sau alte conditii externe relevante
- scheme ale locatiei de prelevare

5.8. Manipularea obiectelor de incercare/analiza

5.8.1. Laboratoarele Nationale de Referinta aplica proceduri pentru : transportul, receptia, manipularea, protejarea, depozitarea, pastrare si/sau restituirea obiectelor de incercare, inclusiv pentru toate masurile de protejare a integritatii obiectelor de incercare si protectia intereselor beneficiarilor si laboratorului.

5.8.2. Laboratoarele Nationale de Referinta au un sistem de identificare unic printr-un cod numeric a probelor.
Acest cod este pastrat pe toata durata circulatiei in laborator a probelor astfel incat sa nu se produca o confuzie fizica sau scriptica a acestora.
5.8.3. La receptia probelor se inregistreaza orice abatere de la conditiile specificate sau de
la cele normale pentru proba respectiva.
Daca incercarea solicitata nu este suficient de clara laboratorul se va adresa solicitantului pentru lamuriri in caiete de executie a lucrarii.
Aceste comunicari se fac in scris.

5.8.4. Laboratorul are proceduri si spatii corespunzatoare pentru evitarea deteriorarii, pierderii sau distrugerii obiectelor de incercat pe timpul depozitarii, manipularii sau pregatirii.
Cand se cere sau se impune pastrarea obiectelor de incercare in conditii de mediu specificate, aceste conditii se realizeaza, se monitorizeaza si se inregistreaza.
Cand se impune ca un obiect sau o parte si acesta sa fie pastrat in siguranta laboratorul asigura conditii de depozitare si securitate adecvate.
Probele pastrate ca martor sau pentru repetarea ulterioara a analizelor sunt inregistrate si gestionate la nivelul laboratorului.
Atunci cand analizele solicitate sau necesare sunt distructive pentru obiect, solicitantul este informat si i se cere acordul pentru efectuarea analizelor in aceste conditii.

5.9. Asigurarea calitatii rezultatelor/ incercarilor

5.9.1. Laboratorul aplica proceduri de controlul calitatii pentru monitorizarea validitatii

incercarilor efectuate.
Metodele de monitorizare sunt planificate si includ :

a) utilizarea de materiale de referinta certificate si controlul intern al calitatii utilizand materiale de referinta
b) participarea la comparatii interlaboratoare si programe de incercari de capabilitate (cand este practicabil)
c) repetarea incercarilor prin aceeasi metoda sau metode diferite
d) corelarea rezultatelor pentru anumite caracteristici ale aceluiasi obiect

Datele rezultate din aceste metode sunt inregistrate si prelucrate (inclusiv statistic atunci cand e posibil) pentru a detecta eventualele abateri.

5. 9.2. Atunci cand analiza datelor acestor metode demostreaza abateri de la criteriile definite se inteprind actiuni planificate pentru eliminarea cauzelor si prevenirea raportarii de rezultate incorecte (PGL-4.9 ; PGL-4.11.).

5.10. Raportarea rezultatelor

5.10.1. Generalitati

Rezultatele fiecarei incercari efectuate de laborator sunt raportate precis, clar, neambiguu si obiectiv conform unor instructiuni specifice din metoda utilizata. Rezultatele sunt cuprinse intr-un Raport de incercare si cuprind rezultatele cerute de beneficiar sau necesare pentru interpretarea rezultatelor incercarii.
In afara de rezultatele furnizate clientului laboratorul pastreaza toate celelalte date si rezultate obtinute.

5.10.2. Rapoarte de incercare

Cu exceptia situatiilor in care Beneficiarul intern sau extern solicita o anumita forma de raportare a rezultatelor incercarilor/analizelor, continutul Raportului de incercare/analiza curpinde :

a) titlul si identificarea unica (raport de incercare/numarul/pagina/nr. pagini)
b) denumirea si adresa laboratorului (sectiei)
c) denumirea si adresa beneficiarului
d) identificarea metodei utilizate
e) descrierea /identificarea neambigua a obiectului incercat
f) data primirii obeictului
g) data efectuarii probei
h) referire la procedura/planul de prelevare (laborator, alte organisme)
i) rezultatele incercarii
j) numele/functiile si semnaturile persoanelor ce autorizeaza eliberarea raportului
k) o declaratie ca rezultatele se refera numai la obiectul incercat/analizat, daca este relevant in situatia data

5.10.3. Raportari suplimentare

5.10.3.1. Suplimentar daca se cere sau este necesar raportul de incercare mai poate cuprinde :

a) modificari ale metodei de incercare (suplimentari, excluderi si specificarea conditiilor de mediu)

b) cand este relevant o declaratie de conformitate sau neconformitate cu cerinte sau specificatii

c) o declarare a incertitudinii de masurare estimata la cerere sau cand este necesar pentru validarea rezultatelor

d) opinii si interpretari cand se solicita sau este necesar

e) alte informatii cerute de specificul metodei sau de clienti.

5.10.3.2. Atunci cand Raportul de incercare se refera si la esantionare, mai poate cuprinde :

a) data prelevarii/esantionarii
b) identificare neambigua a substantei, materiei sau produsului esantionat (cu nume de producator, persoana, destinatie obiect)
c) locatia prelevarii cu schite sau fotografii
d) referire la planul si procedura de esantionare

5.10.4. Opinii si interpretari

Laboratorul include/nu include in raport de regula opinii si interpretari.

Atunci cand se cer sau sunt necesare opiniile si interpretarile trebuie :

- sa aiba o baza in care se fac
- sa fie clar marcate in text
- sa se refere la utilizarea rezultatelor
- sa se refere la conformitatea cu cerintele

5.10.5. Atunci cand laboratorul subcontracteaza incercari, se ataseaza si raportul de incercari al subcontractantului si se identifica in mod clar in raportul propriu rezultatele incercarilor efectuate prin subcontractare.

5.10.6. Transmiterea electronica a rezultatelor

Laboratoarele Nationale de Referinta transmit/ nu transmit rezultatele electronic decat in cazuri rare si numai intern cu masuri de asigurarea confidentialitatii si securitatii informatiilor.

In cazul transmiterii electronice a rezultatelor se va intocmi o procedura pentru asigurarea integritatea,si confidentialitatea datelor.

5.10.7. Formatul rapoartelor

Formatul rapoartelor este de regula standardizat.

Formularul utilizat cod F- 5.10 se prezinta in Anexa nr. la manual.

Acest formular este conceput sa acopere toate tipurile de analize/incercari si sa evite orice interpretare sau utilizare neadecvata.

Rezultatele sunt prezentate clar pentru beneficiar si pentru scopul in care au fost efectuate analizele/incercarile.

5.10.8. Amendamente la rapoartele de incercare

Orice amendament/modificare la un raport de analize/incercari deja emis se face sub forma unui nou raport cu mentiunea ‘Supliment la raportul nr…….’

Atunci cand se reemite un raport nou complet acesta este identificat unic (denumire, numar, data) si face referire la Raportul original pe care il inlocuieste.

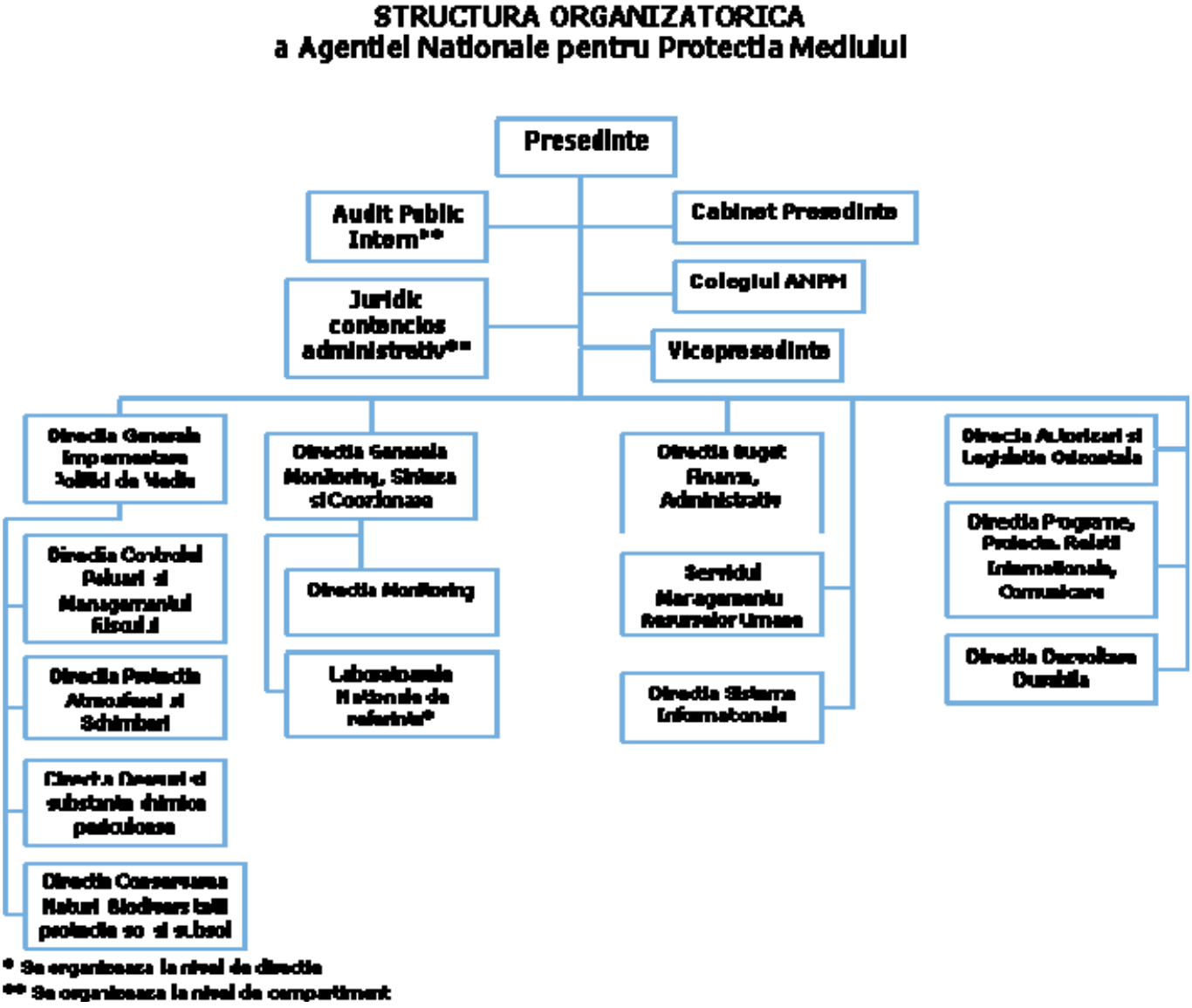
Lista persoanelor din Laboratoarele Nationale de Referinta

Numele si Prenumele	Functia
Hotoiu Crina	Director DLNR
Serviciul Laborator Aer	
Neacsu Iuliana	Sef serviciu Laborator Aer
Popescu Luminita	Consilier superior (Responsabil de incercare Gaz cromatografie)
Cristea Corina	Consilier superior (Responsabil Baza de date)
Muresan Rodica	Consilier superior (Responsabil QA/QC)
Balaceanu Violeta	Consilier superior (Responsabil calibrare)
Calin Mihaela	Consilier principal
Serban Mioara	Consilier principal (Responsabil de incercare Absorbtie atomica)
Ilie Alina	Consilier principal (Responsabil de incercare Ion Cromatografie)
Tigaridis Elena	Debutant
Serviciul Laborator Deseuri	
Orlescu Alexandra	Consilier superior
Mitea Cristina	Consilier superior
David Daniela	Asistent
Radu Mihaela	Consilier principal
Stancu Veronica	Debutant
Giurgiu Violeta	Debutant
Firicioiu Nicole	Consilier principal
Birou zgomot -vibratii	
Petrescu Anca	Consilier principal
Feraru Serban	Consilier superior (Responsabil de incercare zgomot -vibratii)
Feraru Mihaela	Consilier principal

CV-ul Sefului de Laborator

CV-ul responsabilului calitate

ORGANIGRAMA ANPM



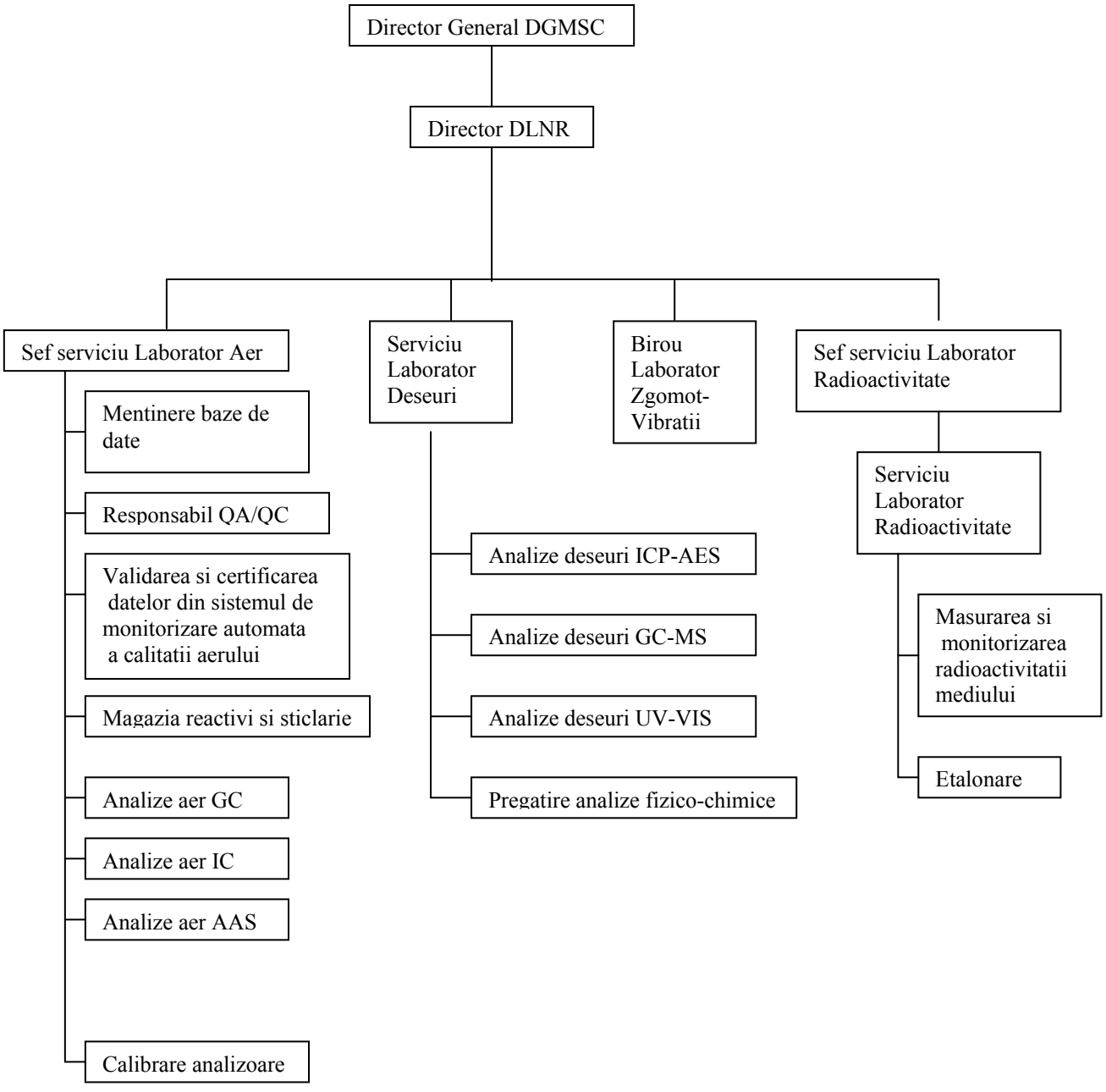
ANEXA NR._____

Aprobat,

Director general DGMSC: Director DLNR

Corina Lupu Crina Hotoiu

ORGANIGRAMA DIRECTIEI LABORATOARE NATIONALE DE REFERINTA



ANEXE

SERVICIUL LABORATOR AER

Lista echipamentelor de incercări şi/sau măsurare

cod FL-5.5-01

Situatia mijloacelor de masurare controlate Serviciul Laborator Aer

Operator economic	Denumire mijloc de masurare	Date de identificare			Modalitatea de introducere pe piata si punere in functiune		Nr. BV/data expirarii
		Tip	Serie	An fabricatie	Nr. AM valabilitate	Marcaj CE/CS	
1	2	3	4	5	6	7	8
ANPM – Laborator Natinal de Referinta -Aer	Incinta climatizare balanta ACTIVA CLIMATIC CABINET- Orion	K5004	552	2005		CE	
-“-	Balanta analitica METTLER - TOLEDO	AX205 Versiune IT	1126120218	2005		CE	21.10.2006
-“-	Modul de prelevare gravimetric SENTINEL PM		522/2002	2005		CE	28.10.2006
-“-	Pompa absorbtie FOX		187	2005		CE	28.10.2006
-“-	Spectrometru de absorbtie atomica THERMO ELECTRON CORPORATION	SOLAAR S4 AASYSTEM	GE 711537	2005	232/15.11.1996	Anglia CE	13.10.2006
-“-	Cuptor de grafit si autosampler THERMO ELECTRON CORPORATION	GFS 97 Furnace Autosampler	GE 720253	2005	232/15.11.1996	Anglia CE	13.10.2006
-“-	Racitor apa	MERLIN – M33	105087014	2005	232/15.11.1996	USA	13.10.2006
-“-	Autosampler flacara CETAC	ASX-520	030583A520	2005	232/15.11.1996	USA	13.10.2006
-“-	Compresor	PMF 0438-035	1675142	2005	232/15.11.1996	CE	13.10.2006
-“-	Dilutor	SOLAAR ID100	942347003201	2005	232/15.11.1996	CE	13.10.2006
-“-	Purificator apa	TWF	78954-1	2005		Germania CE	18.10.2006
-“-	Purificator apa	TWF	78954-2	2005		Germania CE	18.10.2006
-“-	Baie cu ultrasunete D78224 Singer/Htw ELMA	TipTI-H-5	000054065	2005		CE	
-“-	Digestor Milestone	ETHOS D	127327	2005		CE	13.10.2006
-“-	Gascromatograf AGILENT TECHNOLOGIES	6890N GC G 1530 N	DE 10447039	2005		Germania CE	13.10.2006

Operator economic	Denumire mijloc de masurare	Date de identificare			Modalitatea de introducere pe piata si punere in functiune		Nr. BV/data expirarii
		Tip	Serie	An fabricatie	Nr. AM valabilitate	Marcaj CE/CS	
1	2	3	4	5	6	7	8
ANPM – Laborator Natinal de Referinta -Aer	Unitate termondesorbtie UNITY MARKES International Ldt.		GB 00U10518	2005		CE	13.10.2006
-“-	Autosampler ULTRA TD MARKES International Ldt.		GB 00M10295	2005		CE	13.10.2006
-“-	Generator hidrogen CLAIND	HG 2200	13218	2005		CE	13.10.2006
-“-	Generator azot CLAIND	ANG 2381	13408	2005		CE	13.10.2006
-“-	Ion Cromatograf METROHM	761 Compact IC	19182	2005		CE	2006
-“-	Autosampler METROHM	813 Compact	18130010/02109	2005		CE	2007
-“-	Pompa TCR TECORA Bravo Plus	AA99-ROM BRAVO M/PLUS	535/144	2005		CE	2007
-“-	Compresor	LFXØ7-10 TROL 230/1/50	WCF 601341	2005		CE	
-“-	Pompa vid	Model No 617CD22-AOI	DT/SR 030500000217	2005		CE	
-“-	Generator aer zero	Model FP-108BS1		2005		CE	
-“-	Reductor protoxid de azot	FMD 30014BCF6	B0184862	2005			
-“-	Reductor de argon	RS3602011006	205051684	2005			
-“-	Reductor de acetilena		178494	2005			

ANEXA Nr. _____

Componenta salilor de laborator

Sala Nr. 14 destinată analizelor cu aparatul de absorbție atomică AAS prevăzută cu calculator şi imprimantă

Aparatura pentru efectuarea analizelor:

Aparat de absorbție atomică (spectrometru)
Răcitor de aer cu recirculare 115Vac.50-60 Hz
Compresor aer (220V, 50Hz, <3A)
Autosampler pentru cuptor
Calculator (min. pentium4)
Imprimanta (color deskjet)A4
Butelii (3 Buc. din care 1 pt. Argon, 1 pt.Acetilenă si 1 pt. Protoxid de azot)

Echipamente şi elemente suport pentru condițiile din laborator:

Instalație de climatizare (pt.menținerea condițiilor de lucru menținute la 20 grade C).
Instalație de încalzire a sălii
Instalație de încalzire a apei pentru uz în Laborator (ex. cu boiler)
Chiuvetă
Sistem de protecție parasolar , draperii, etc.
Sistem de iluminat general în laborator (corpuri de neon ce pot fi dispuse la nivelul tavanului , nu necesită iluminat local).
Sistem de exhaustare (tubulatură de captare si nişă)
Sistem de alimentare electrică (prize: minim 1 priză 3kW, 1 priză 8 kW) la200-230V,50-60 Hz la prizele pentru aparate şi 1 priză la 220 V si 50 Hz pentru calculator.
Stabilizator de tensiune
Prelungitor cablu electric
Racorduri la butelii (3 buc).
Masa fixă de laborator rezistentă la acțiune corozivă pentru spectrometru, calculator şi imprimantă; dimensiuni minime (Lxlxh in m): 4,0x 0.80x 0.80
Masă mobilă rezistentă la acțiune corozivă pentru autosampler care se pozitionează in fața mesei aparatului pentru facilitarea manipularii aparatului. Dimensiuni(1,0x 1.0x 0.80m). Racitorul şi compresorul se pot monta sub masă nu necesită suport special).

Elementele constructive ale sălii laboratorului :

Spațiu laborator: conform schemei de amplasare: ___22_ m^2.
Conditiile de amplasare si amenajare a laboratorului sunt cele din Normativul de protecție a muncii pentru laboratoare si amplasarea mobilierului conform cerintelor SR EN 14056/2004.
Pardoseala laboratorului este din gresie antiacidă

Peretele este faianțat si prevăzut cu prize la nivelul de 1 m de la pardoseală (deasupra mesei, cu acces facil).
Camera (sau boxa cu ventilație separata înafara laboratorului pentru butelii) şi uşa de deschidere in exterior,. Conform prescripțiilor ISCIR.

Sala Nr. 27 destinată analizelor cu sistemul de dezagregare cu microunde şi nisă

Dotarea sălii:
Aparatura pentru dezagregarea probelor:
Sistem de dezagregare cu microunde compact (Digestor)
Terminal electronic conectat la digestor
Nişa de lucru

Echipamente si elemente suport pentru condițiile din laborator:
Instalație de climatizare (pentru menținerea condițiilor de lucru la 20 grade C).
Instalație de încalzire sală
Instalație de încalzire a apei pentru uz în Laborator (ex. cu boiler)
Chiuvetă
Sistem de protecție parasolar , draperii, etc.
Sistem de iluminat general în laborator (corpuri de neon ce pot fi dispuse la nivelul tavanului, nu necesită iluminat local).
Sistem de exhaustare (tubulatură de captare şi nişa)
Sistem de alimentare electrică (prize):(minim 1 priză la 240V, 16 A,50-60 Hz
Masa fixă de laborator rezistentă la acțiune corozivă; dimensiuni minime (Lxlxh in m): 1,0x 0.80x 0.80

Elementele constructive ale sălii laboratorului :
Spațiu laborator: _22_ m^2.
Conditiile de amplasare si amenajare a laboratorului sunt cele din Normativul de protecție a muncii pentru laboratoare si amplasarea mobilierului conform cerintelor SR EN 14056/2004.
Pardoseala laboratorului este din gresie antiacidă
Peretele este faianțat al laboratorului prevăzut cu prize la nivelul de 1 m de la pardoseală (deasupra mesei, cu acces facil).
Poate fi amplasat cu alte aparate de laborator in aceeasi sală cu pastrarea distanței între acestea.

Sala Nr. 25 destinata balantei
Aparatura:
Balanța cu instalație de climatizare

Echipamente si elemente suport necesare pentru condițiile din laborator:

Instalație de climatizare (pt.menținerea condițiilor de lucru menținute la 20 grade C)
Instalație de încalzire sală
Instalație de incalzire a apei de uz în Laborator (ex. cu boiler)
Sistem de protecție parasolar , draperii, etc.
Sistem de iluminat general în laborator (corpuri de neon ce pot fi dispuse la nivelul tavanului , nu necesita iluminat local).
Adaptor electric pentru balantă 12 V, 27 W
Sistem de alimentare electrică, (prize: minim 1 priza ,220V, 50 Hz)
Masa fixă de laborator rezistentă la acțiune corozivă; dimensiuni de gabarit pentru balanță şi sistemul de climatizare (Lxlxh in m): 0,75x 0.75x1.50

Elemente constructive ale sălii laboratorului
Pardoseala laboratorului este din gresie antiacidă
Perete faianțat al laboratorului prevăzut cu prize la nivelul de 1 m de la pardoseala (deasupra mesei, cu acces facil). Uşa termopan cu perie pentru reținerea prafului la intrare.

Condiții generale pentru toate salile de laborator:
Mobilierul de lucru corespunde cu cerintele EN 14056 si EN 13150 (Standard in lucru SR EN 14056/2004).
Spatiul de efectuare a analizelor este astfel aranjat incat:
-Daca lucreaza mai mult de un operator/laborant in laborator să fie spatiul amenajat conform SR EN 14056/2004.
Sala balanței este un spațiu izolat , utilizat doar pentru balanță in care nu exista surse de apă, iar temperatura să fie de 20 grade Celsius în mod constant.

Sala Nr.27 destinată sistemului de producere a apei dublu distilate

Aparatura necesară:
Sistem de generare a apei dublu distilate.

Echipamente si elemente suport pentru condițiile din laborator:
Instalație de climatizare (pentru menținerea condițiilor de lucru la 20 grade C).
Instalație de încalzire sală
Instalație de încalzire a apei pentru uz în Laborator (ex. cu boiler)
Chiuvetă
Sistem de protecție la geamuri cu parasolar , draperii, etc.
Sistem de iluminat general în laborator (corpuri de neon ce pot fi dispuse la nivelul tavanului, nu necesită iluminat local).
Sistem de exhaustare (tubulatură de captare şi nişa)
Sistem de alimentare electrică (prize):(minim 1 priză la 240V, 16 A,50-60 Hz

Masa fixă de laborator rezistentă la acțiune corozivă; dimensiuni (Lxlxh in m): 1,0x 0.80x 0.80

Circuit de apa separat pentru legarea sistemului de producere a apei dublu distilate.

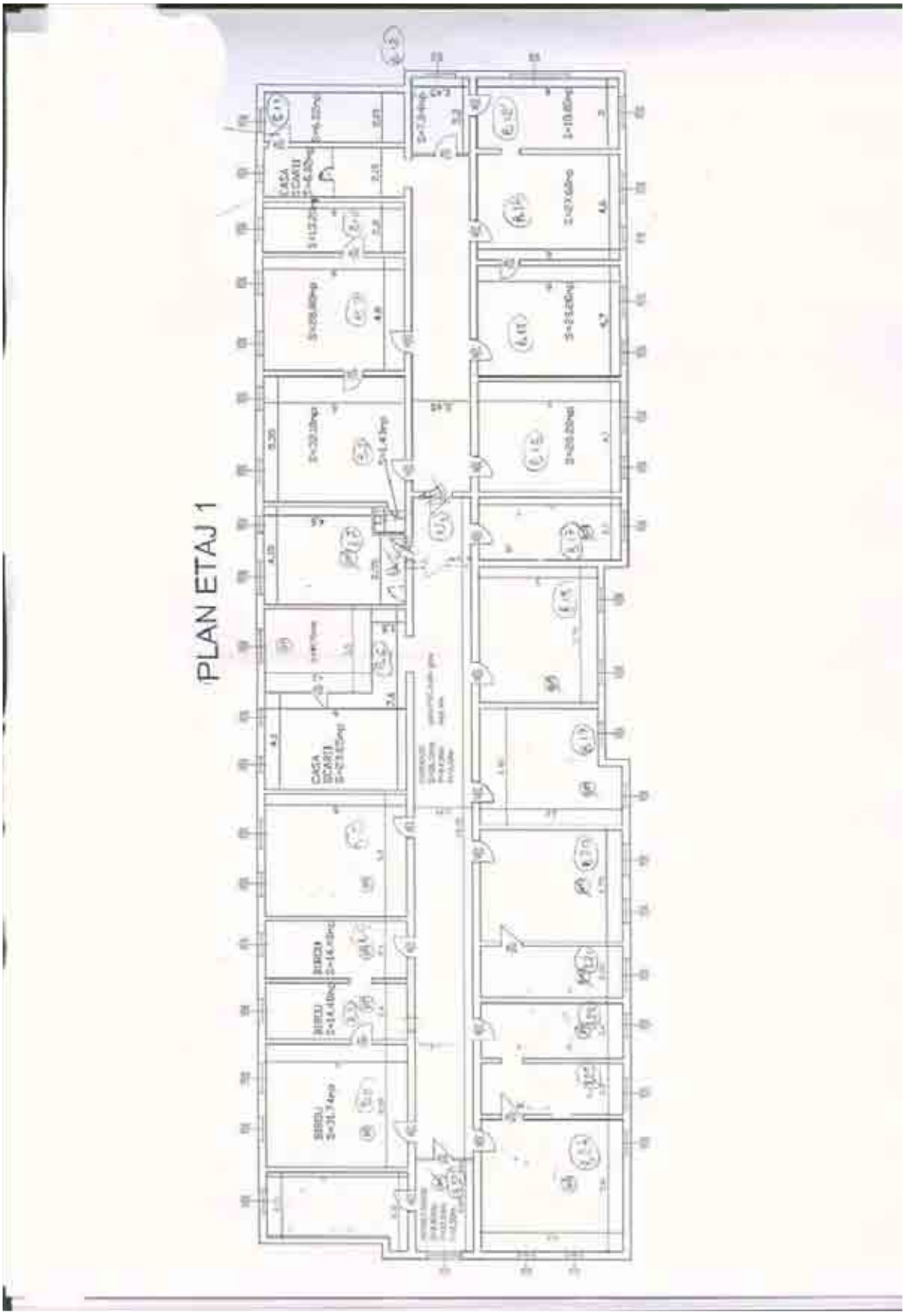
Situatia mijloacelor de masurare controlate
Serviciul Laborator Deseuri cod FL-5.5-01

Operator economic	Denumire mijloc de masurare	Date de identificare			Modalitatea de introducere pe piata si punere in functiune		Nr. BV/data expirarii
		Tip	Serie	An fabricatie	Nr. AM valabilitate	Marcaj CE/CS	
1	2	3	4	5	6	7	8
ANPM – Laborator Natinal de Referinta Deseuri	ICP AES Spectrometru de emisie atomica cu plasma cuplata inductiv						
-“-	Gaz cromatograf cuplat cu spectrometru de masa cu ECD						
-“-	AAS Spectrometru cu absorbtie atomica						
-“-	UV-VIS spectrometru						
-“-	Analizor TOC						
-“-	Calorimetru						
-“-	Digestor cu microunde						
-“-	Balanta analitica						
-“-	Balanta microanalitica						
-“-	Aparat de apa deionizata						
-“-	Aparat de apa distilata						
-“-	Pompa de vid						
-“-	Moara cu bile						
-“-	Stereomicroscop						
-“-	Rotavapor						
-“-	Etuva						
-“-	Cuptor de calcinare						
-“-	Incubator CBO5						

Operator economic	Denumire mijloc de masurare	Date de identificare			Modalitatea de introducere pe piata si punere in functiune		Nr. BV/data expirarii
		Tip	Serie	An fabricatie	Nr. AM valabilitate	Marcaj CE/CS	
1	2	3	4	5	6	7	8
-“-	pH metro de laborator						
-“-	Conductometru de laborator						
-“-	Plita						
-“-	Aparat de test percolare						
-“-	Balanta tehnica de mare capacitate						
-“-	Echipament de extractie Soxhlet						
-“-	pH metru de teren						
-“-	Conductometru de teren						
-“-	Analizor pentru marimea particulelor						
-“-	Oxigenometru portabil						
-“-	Analizor Draeger pentru gaze						
-“-	Analizor de metan						
-“-	CCO Crom						

Situatia mijloacelor de masurare controlate
Biroul Zgomot si vibratii

Operator economic	Denumire mijloc de masurare	Date de identificare			Modalitatea de introducere pe piata si punere in functiune		Nr. BV/data expirarii
		Tip	Serie	An fabricatie	Nr. AM valabilitate	Marcaj CE/CS	
1	2	3	4	5	6	7	8
ANPM – Laborator Natinal de Referinta Birou zgomot si vibratii							


PLAN ETAJ 1

LISTĂ DE DEFINIRE A ÎNCERCĂRILOR

Nr. Crt	Domeniu de incercare/Denumirea incercarii	Domeniul la care se refera incercarea	Documente de referinta dupa care se executa incercarea	Echipament utilizat /cod CPSA si seria de inventar	Persoana -care executa , -care supravegheaza, -care valideaza incercarea NUME SI PRENUME	Observatii
1	**Determinarea .....**	**Aer .....**				

Sef serviciu Laborator aer
Iulia Neacşu

Cod: RL-4.3-01
Ediția 1/ Data:
Revizia 0/ Data:

Anexa

Documente externe

H.G. 495/2005 privind reorganizarea şi funcţionarea Agenţiei Naţionale pentru Protecţia Mediului.

HG. 439/12.05.2005 Privind trecerea laboratoarelor nationale de referinta din structura organizatorica si din administratia ICIM Bucuresti in structura organizatorica si administrarea ANPM.

Pentru serviciul Laborator Aer:

Directiva 96/62/CEE a Consiliului privind evaluarea şi managementul calităţii aerului înconjurător

Transpunere şi implementare

- H.G. nr. 731/2004 privind adoptarea Strategiei Naţionale privind Protecţia Atmosferei;
- H.G. nr. 738/2004 privind adoptarea Planului Naţional de Acţiune pentru Protecţia Atmosferei;
- H.G. nr. 543/2004 privind elaborarea şi punerea în aplicare a planurilor şi programelor de gestionare a calităţii aerului;
- H.G. nr. 586/2004 privind înfiinţarea şi organizarea Sistemului naţional de evaluare şi gestionare integrată a calităţii aerului;
- O.M. 524/1999 privind elaborarea inventarelor de emisii ale poluanţilor atmosferici;
- Legea nr. 655/2001 pentru aprobarea O.U.G nr. 243/2000 privind protecţia atmosferei;
- Legea nr. 265/2006 pentru aprobarea O.U.G nr. 195/2005 privind protecţia mediului;

Directiva 99/30/CE a Consiliului privind valorile limită ale dioxidului de sulf, dioxidului şi oxizilor de azot, particulelor în suspensie şi plumbului din aer *(modificată de Decizia 2001/744/CE)*

Transpunere şi implementare

- O.M nr. 592/2002 pentru aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limită, a valorilor de prag şi a criteriilor şi metodelor de evaluare a dioxidului de sulf,

dioxidului de azot şi oxizilor de azot, pulberilor în suspensie (PM_{10} şi $PM_{2,5}$), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător;

- O.M. nr. 745/2002 privind stabilirea aglomerărilor şi clasificarea aglomerărilor şi zonelor pentru evaluarea calităţii aerului în România;
- Legea nr. 655/2001 pentru aprobarea O.U.G nr. 243/2000 privind protecţia atmosferei;
- HG nr. 543/2004 privind elaborarea şi punerea în aplicare a planurilor şi programelor de gestionare a calităţii aerului în vederea atingerii valorilor limită într-o anumită perioadă de timp;
- H.G. nr. 586/2004 privind înfiinţarea şi organizarea Sistemului Naţional de Evaluare şi Gestionare Integrată a Calităţii Aerului.

Directiva 2000/69/CE a Parlamentului European şi a Consiliului privind valorile limită pentru benzen şi monoxidul de carbon în aerul înconjurător

Transpunere şi implementare

- O.M nr. 592/2002 pentru aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limită, a valorilor de prag şi a criteriilor şi metodelor de evaluare a dioxidului de sulf, dioxidului de azot şi oxizilor de azot, pulberilor în suspensie (PM_{10} şi $PM_{2,5}$), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător;
- O.M. nr. 745/2002 privind stabilirea aglomerărilor şi clasificarea aglomerărilor şi zonelor pentru evaluarea calităţii aerului în România.

Directiva 2002/3/CE a Parlamentului European şi a Consiliului privind ozonul în aerul înconjurător

Transpunere şi implementare

- O.M nr. 592/2002 pentru aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limită, a valorilor de prag şi a criteriilor şi metodelor de evaluare a dioxidului de sulf, dioxidului de azot şi oxizilor de azot, pulberilor în suspensie (PM_{10} şi $PM_{2,5}$), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător;
- O.M. nr. 745/2002 privind stabilirea aglomerărilor şi clasificarea aglomerărilor şi zonelor pentru evaluarea calităţii aerului în România.

Directiva 2004/107/CE a Parlamentului European şi a Consiliului privind arseniu, cadmiu, nichel şi hidrocarburi aromatice policiclice în mediul ambiant

- *Netranspusă*

Decizia Comisiei Europene 2004/461/EC privind chestionarele care vor utilizate pentru raportarea anuală privind calitatea aerului înconjurător evaluat sub

Directivele Consiliului 96/62/EC şi 1999/30/CE şi sub Directivele 2000/69/CE şi 2002/3/CE ale Parlamentului European şi ale Consiliului

Transpunere şi implementare

- nr. 592/2002 pentru aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limită, a valorilor de prag şi a criteriilor şi metodelor de evaluare a dioxidului de sulf, dioxidului de azot şi oxizilor de azot, pulberilor în suspensie (PM_{10} şi $PM_{2,5}$), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător
- O.M. nr. 745/2002 privind stabilirea aglomerărilor şi clasificarea aglomerărilor şi zonelor pentru evaluarea calității aerului în România.

Pentru serviciul Laborator Deseuri:

Directiva Cadru privind deşeurile nr. 75/442/EEC, amendată de Directiva nr. 91/156/EEC şi Directiva nr. 91/689/EEC privind deşeurile periculoase

Transpunere şi implementare

- Legea nr. 426/2001 (MO 411/25.07.2001) pentru aprobarea Ordonanței de Urgență a Guvernului nr. 78/2000 (MO nr. 283/22.06.2000) privind regimul deşeurilor;
- Hotărârea de Guvern nr. 1470/2004 (MO nr. 954bis/18.10.2004) privind aprobarea Strategiei naționale de gestionare a deşeurilor şi a Planului național de gestionare a deşeurilor;

Directiva Parlamentului European şi Consiliului 2000/76/CE privind incinerarea deşeurilor

Transpunere şi implementare

- Hotărârea de Guvern nr.128/2002 (MO nr. 160/ 06.03.2002) privind incinerarea deşeurilor, completată şi modificată de Hotărârea de Guvern nr. 268/2005 (MO nr. 332/20.04.2005)
- Ordinul Ministrului Mediului şi Gospodăririi Apelor nr.756/2004 (MO nr. 86 bis/26.01.2005) pentru aprobarea Normativului tehnic privind incinerarea deşeurilor

Decizia Consiliului 2003/33/CE privind stabilirea criteriilor şi procedurilor pentru acceptarea deşeurilor la depozite ca urmare a art. 16 si anexei II la Directiva 1999/31/CE

Transpunere şi implementare

- Hotărârea de Guvern nr. 349/ 2005 (MO nr. 394/2005) privind depozitarea deşeurilor;

- Ordinul Ministrului Mediului şi Gospodăririi Apelor nr. 95/2005 (MO nr. 194 bis/08.03.2005) privind stabilirea criteriilor de acceptare şi procedurilor preliminare de acceptare a deşeurilor în fiecare clasă de depozit.
- Ordinul ministrului mediului şi gospodăririi apelor nr.757/ 2004, (MO nr.86 bis/ 26.01.2005) pentru aprobarea Normativului tehnic privind depozitarea deşeurilor

Decizia Comisiei 2000/532/CE (modificată de Decizia 2001/118/CE, Decizia 2001/119/CE şi Decizia 2001/573/CE) de înlocuire a Deciziei 94/3/CE de stabilire a unei liste de deşeuri în conformitate cu art. 1 lit. a) din Directiva 75/442/CEE şi a Deciziei 94/904/CE de stabilire a unei liste de deşeuri periculoase în conformitate cu art. 1 alin. (4) din Directiva Consiliului 91/689/CEE privind deşeurile periculoase

Transpunere şi implementare

- Legea nr. 426/2001 (MO 411/25.07.2001) pentru aprobarea Ordonanței de Urgență a Guvernului nr. 78/2000 (MO nr. 283/22.06.2000) privind regimul deşeurilor;
- Hotărârea de Guvern nr. 856/ 2002 (MO nr. 659/05.09.2002) privind evidența gestiunii deşeurilor şi aprobarea listei cuprinzând deşeurile, inclusiv deşeurile periculoase.

Directiva Consiliului 91/689/CEE privind deşeurile periculoase *(modificată prin Directiva Consiliului 94/31/CE)*

Transpunere şi implementare

- Legea nr. 426/2001 (MO 411/25.07.2001) pentru aprobarea Ordonanței de Urgență a Guvernului nr. 78/2000 (MO nr. 283/22.06.2000) privind regimul deşeurilor

Directiva Consiliului 96/59/CE privind eliminarea bifenililor şi trifenililor policloruraţi (PCB si PCT)

Transpunere şi implementare

- Hotărârea de Guvern nr.173/ 2000 (MO nr. 131/28.03.2000) pentru reglementarea regimului special privind gestiunea şi controlul bifenililor policloruraţi şi a altor compuşi similari, amendată prin Hotărârea de Guvern nr. 291/ 2005 (MO nr. 330/19.04.2005)

Directiva Consiliului 86/278/CEE privind protecția mediului şi în particular a solurilor când se utilizează nămoluri provenite din epurare în agricultură

Transpunere şi implementare

- Ordin comun nr. 344/708/2004 (MO nr. 959/19.10.2004) al ministrului mediului şi gospodăririi apelor şi al ministrului agriculturii, pădurilor şi dezvoltării rurale pentru aprobarea normelor tehnice privind protecția mediului în special a solurilor, când se utilizează nămoluri de epurare în agricultură

Directiva Consiliului 87/217/CEE privind prevenirea şi reducerea poluării mediului cauzată de azbest

Transpunere şi implementare

- Hotărârea de Guvern 124/2003 (MO nr. 109/20.02.2003) privind prevenirea, reducerea şi controlul poluării mediului cu azbest
- Ordinul Ministrului Mediului şi Gospodăririi Apelor nr. 108/2005 (MO nr. 217/15.03.2005) privind metodele de prelevare a probelor şi de determinare a cantităților de azbest în mediu

<u>Pentru biroul Laborator Zgomot si Vibratii:</u>

Directiva 2002/49/CE privind evaluarea şi managementul zgomotului ambiental

Transpunere şi implementare

- HG 321/14.04.2005 – privind evaluarea şi managementul zgomotului ambiental (Directiva 2002/49/CE)

O.M.S. 536 /1997 Normativ pentru aprobarea valorilor limita corespunzatoare indicatorilor Lzsn si Lnoapte pentru zgomotul produs de traficul rutier , feroviar , aerian din vecinatatea aeroporturilorsi pentru zgomotul produs in zonele de activitati industriale.

Alte acte normative

- Legea nr. 265/2006, pentru aprobarea O.U.G nr. 195/2005 privind protecţia mediului;
- H.G.nr. 439/2005 privind trecerea Laboratoarelor naţionale de referinţă din structura organizatorică şi din administrarea Institutului Naţional de Cercetare-Dezvoltare pentru Protecţia Mediului – ICIM Bucureşti, în structura organizatorică şi în administrarea Agenţiei Naţionale pentru Protecţia Mediului;
- Ordinul Ministrului Mediului si Gospodaririi Apelor nr. 370/2003;
- Ordinul ministrului mediului nr.338 din 16 aprilie 2002 pentru aprobarea Regulamentului de organizare şi funcţionare al Reţelei naţionale de supraveghere a radioactivitatii mediului;
- Planul naţional de Intervenţie în caz de urgenţă în afara amplasamentului CNE Prod Cernavodă;
- Protocoale de colaborare între: MApN si MMGA, MI şi MMGA, MIR şi MMGA.

3.2. Equipment
機材の維持管理

１．　試験・測定機材の検査 一般手順書 (PGL 5.5)

２．　ラボラトリー機材リスト

３．　計量検査を要するラボラトリー機材リスト

４．　標準物質リスト

５．　保守活動記録

MINISTERUL MEDIULUI ŞI GOSPODĂRIRII APELOR
AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Bucureşti, Aleea Lacul Morii nr. 151, sector 6, cod 060841
Tel: 021-493.4350; 0746-22.66.55; fax: 021-493.4350
e-mail: office@anpm.ro ; www.anpm.ro

LABORATOARELE NATIONALE DE REFERINTA

PROCEDURA GENERALA
CONTROLUL ECHIPAMENTELOR DE INCERCARE SI/SAU MASURARE
1.試験・測定機材の検査 一般手順書

COD PGL - 5.5

目次

１．目的／　２．適用範囲／　３．.参考文書／　４．定義
５．活動内容
5.1　一般
5.2　測定･試験機材の管理
5.3　個体識別
5.4　試験･測定機材の使用
5.5　試験･測定機材の校正
5.6　試験･測定機材の保守
5.7　新規機材の管理
5.8　認証標準物質の管理
5.9　NRL 外での機材の使用
６．責任／　７．記録／　８．付属書

MINISTERUL MEDIULUI ŞI GOSPODĂRIRII APELOR
AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Bucureşti, Aleea Lacul Morii nr. 151, sector 6, cod 060841
Tel: 021-493.4350; 0746-22.66.55; fax: 021-493.4350
e-mail: office@anpm.ro ; www.anpm.ro

LABORATOARELE NATIONALE DE REFERINTA

PROCEDURA GENERALA
CONTROLUL ECHIPAMENTELOR DE INCERCARE SI/SAU MASURARE

COD PGL - 5.5

EDIȚIA: 1
REVIZIA: 0

DATA:

STANDAR DE REFERINȚĂ: SR EN ISO /CEI 17025:2005
DIFUZAT IN REGIM CONTROLAT: EXEMPLAR NR.
INFORMATIV:
Destinatar: .....

APROBAT:
Crina Hotoiu, Director DLNR
(semnatura)…….

Corina Lupu , Director general DGMSC
(semnatura)…….

ELABORAT:
Rodica Muresan, Responsabil QA/QC
(semnatura)…….

VERIFICAT:
Iulia Neacsu, sef serviciu Laborator
(semnatura)…….

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de față este proprietatea Laboratoarelor Nationale de Referinta aparținând ANPM
Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul societății.
Copiile sunt numerotate şi controlate.

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed. 1 Rev. 0	Elaborat P.G.L. 5.5 in editia 1 revizia 0			

1. SCOP

Prezenta procedura descrie activitatile desfasurate pentru tinerea sub control a activitatii de identificare, gestionare, manipulare, depozitare, verificare, etalonare, mentenanta si reparatii a echipamentelor de incercare si/sau masurare din laborator.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura se aplica de catre personalul din Laboratoarelor Nationale de Referinta in activitatea de utilizare si verificare a echipamentelor de incercare si/sau masurare..

3. DOCUMENTE DE REFERINTA

3.1.MANUALUL CALITATII , Cod: MCL – IC-01, Editia 1, revizia 0.

3.2. SR EN ISO 17025 /2005 - Cerințe generale pentru competenta laboratoarelor de incercări si etalonări

3.3. SR EN ISO 9000/2001 - Sisteme de management al calitatii. Principii fundamentale si vocabular.

3.4.SR EN-ISO 9001/2001 - Sisteme de management al calitatii. Cerinte.

4. DEFINITII SI PRESCURTARI

4.1. Definitii :

Mijloace de masurare = aparatele, dispozitivele, instalatiile precum si mostrele de materiale si substante care materializeaza si conserva unitatea de masurare si furnizeaza informatii de masura.

Echipamente de masurare = toate aparatele de masurare, etalonare, materiale de referinta, operatii auxiliare si software-ul, necesare pentru executarea unei masurari.
Acest termen cuprinde echipamentele de masurare folosite pentru incercare si control precum si pentru etalonari.

Aparat de masurare. Echipament de masurare = dispozitiv destinat sa faca o masurare singur sau impreuna cu echipamente conexe.

Documente (materiale) de referinta = material sau substanta cu una sau mai multe proprietati, suficient de bine definite pentru a-l utiliza la etalonarea unui aparat, la evaluarea unei metode de masurare sau la atribuirea de valori materiale.

Masurare = ansamblul de operatii care au ca scop determinarea valorii unei marimi.

Masurand = marime supusa observarii.
Observatie : masurandul poate fi :
- marimea de masurare (marimea care urmeaza a fi supusa masurarii), sau
- marimea masurata (marimea ce a fost supusa masurarii).

Confirmare metrologica = operație care determină dacă mijlocul de măsurare se încadrează în limitele de precizie admise prin standarde de stat, instrucțiunile sau norme tehnice de metrologie. e eliberează buletin de verificare consemnând admiterea sau respingerea mijloacelor de măsurare pentru utilizare.
Observatie : confirmarea metrologica cuprinde, in mod normal, etalonarea, precum si protectia si aplicarea de etichete.

Trasabilitate = proprietate a reprezentantului unei masurari astfel incat sa poata fi racordat la etaloanele corespunzatoare, in general internationale, sau nationale, prin intermediul unui lant neintrerupt de comparari.

Observatii : - lantul neintrerupt de comparari este numit "lant de racordare la etaloane" sau "lant de etalonare".
- modul in care se efectueaza legatura la etaloane este numit "racordare la etaloane."

Etalonare = ansamblul de operatii prin care se stabileste, in conditii specificate, rotatia dintre valorile indicate de un aparat de masurare sau de catre un sistem de masurare, sau valorile prezentate de catre un etalon de referinta.

Observatie : rezultatul etalonarii permite estimarea erorilor de indicatie ale aparatului de masurare sau ale masurii materializate sau atribuirea de valori unor repere de scari arbitrare.
Observatie : rezultatul etalonarii poate fi inscris intr-un document numit "Certificat de etalonare"

Observatie : rezultatul unei etalonari poate fi exprimat si sub forma unei corectii "testari de etalonare" sau "curbe de etalonare".

Etalon national = etalon recunoscut printr-o decizie nationala, pentru a servi intr-o tara drept baza pentru atribuirea de valori altor etaloane ale marimii considerate.

Etalon = mijloc de masurare care este destinat sa defineasca, sa realizeze, sa conserva sau sa reproduca o unitate ori una sau mai multe valori ale unei marimi pentru a servi ca referinta.

4.2. Prescurtari : nu este cazul.

5. DESCRIEREA ACTIVITATII

5.1. Generalitati

Laboratorul este dotat cu toate echipamentele de esantionare, masurare si incercare necesare executarii corecte a tuturor activitatilor, incluzand prelevarea, esantionarea, pregatirea, efectuarea corecta a incercarilor ,prelucrarea si analiza datelor/incercarilor.
Laboratorul nu utilizeaza echipamente care nu sunt sub controlul sau permanent.

5.2. Evidența echipamentelor de măsurare şi/sau încercare

5.2.1 Echipamentele de masurare si/sau incercare si programele soft utilizate de laborator realizeaza cerintele de exactitate necesare si corespund cu specificatiile pentru incercarile efectuate.
Exactitatea se verifica periodic prin etalonare.
5.2.2 Lista echipamentelor de incercari si/sau masurare din dotarea laboratorului impreuna cu principalele caracteristici ale acestora sunt prezentate in Anexa 1, formular cod FL-5.5-01.
Lista echipamentelor utilizate de laborator este intocmita si actualizata anual si ori de cate ori este necesar.

5.3. Identificare individuală

Fiecare echipament si componenta semnificativa de hard sau soft sunt identificate unic prin serie si numar de inventar.
5.3.1 Pentru fiecare echipament si componenta semnificative pentru incercarile efectuate sunt mentinute inregistrari sub forma de Fişa echipamentului, formular cod.FL –5.5-04 prezentat in Anexa nr.4 ,intocmita de catre RC.
În prima parte a fişei se prezintă date privind echipamentul:
- denumire si identificarea componentelorechipamentelor
- firma producătoare;
- tipul aparatului;

- seria şi anul de fabricaţie;
- data punerii în funcţiune;
- locul de amplasare.
- caracteristici principale
- referire la instructiunile de utilizare
- intretinerile, reparatiile (defectiunile constatate)
- programul de mentenanta
- verificări şi etalonări în urma reparaţii;

În partea a doua a fişei se înregistrează toate verificările metrologice şi etalonările în ordine cronologică :
- verificarile etalonarilor efectuate : data, buletin etalonare
- data urmatoarei verificari/etalonari

O copie a buletinelor de verificare sau certificatelor de etalonare se anexeaza la Fisa echipamentuluui.

5.4. Utilizarea echipamentelor de incercari si/sau masurare

5.4.1 Echipamentele sunt deservite de personal autorizat.
Lista personalului autorizat pentru lucrul pe diferite echipamente este intocmita si actualizata de catre Seful de laborator si aprobata de catre Directorul ….(Formular cod 5.5.- 03).
Personalul utilizator are la dispozitie instructiuni actualizate de utilizare si mentenanta pentru echipamente (inclusiv carti tehnice ale producatorului echipamentului),instructiuni privind manipularea si depozitarea acestora ,astfel incat aptitudinile echipamentelor de incercare si/sau masurare sa nu fie afectate.
5.4.2 Echipamentele de măsurare şi încercare sunt urmările în exploatare de către personalul care le utilizează. În cazurile în care datorită suprasolicitării sau manipularii gresite apar dereglări sau rezultate suspecte, se scoate echipamentul din funcţiune se anunţă responsabilul cu activitatea de metrologie şi personalul de întreţinere.
Aceste echipamente sunt marcate cu o eticheta rosie cu mentiunea : defect sau scos din serviciu, sunt depozitate (cu exceptia celor in montaj fix) separat pana cand sunt reparate, reverificate si repuse in functiune prin grija sefilor de laboratoare.
5.4.3 După reparaţie se demonstrează prin încercare sau etalonare că echipamentul îşi îndeplineşte funcţia în mod corect şi numai atunci sunt utilizate din nou. Se analizează efectul defectării asupra încercărilor executate. Dacă se constată că rezultatele au fost influenţate se anunţă beneficiarii pentru refacerea încercărilor şi se iniţiază procedura de tratare a activităţilor neconforme ,PGL-4.9.
Aceasta activitate este inregistrata in Fisa de echipament.

5.5. Etalonarea echipamentelor de încercări şi/sau măsurare

5.5.1 Personalul care execută încercări, înainte de începerea activităţii verifică starea de funcţionare a echipamentelor. Pentru fiecare echipament există instrucţiuni de lucru lângă echipament. Echipamentele sunt protejate de deteriorări, suprasolicitări şi întreţinute regulat pentru a asigura buna lor funcţionare.
Toate echipamentele din dotarea laboratorului tinute sub control si care necesita etalonare sunt identificate prin etichetare prin care se indica situatia verificarii/etalonarii, data verificarii/etalonarii si data expirarii verificarii/etalonarii cand aceasta trebuie refacut (eticheta model Formular 5.5.-05).
Echipamentele supuse controlului metrologic sunt prezentate in Anexa 6, formularul codFL- 5.5.-06.

5.5.2 Seful de laborator întocmeste la inceput de an un program de etalonare al echipamentelor cod formular FL-5.5-02 (Anexa 2). Echipamentele care se etalonează conform planificării au mentenanţa planificată odată cu etalonarea. Pentru celelalte echipamente mentenanţa se execută conform programului in garantie din partea producatorului.
5.5.3 Repararea echipamentelor se face contractual de către personal specializat din exteriorul instituţiei.
5.5.4. Echipamentele de masurare sunt etalonate cu periodicitatea stabilita prin normele metrologice, sau prin cartile tehnice, conform listei din Anexa 2 la prezenta procedura.

5.5.5 Etalonarile sunt efectuate de laboratoare autorizate din cadrul Institutului Naţional de Metrologie.Situatia etalonării echipamentelor reiese din certificatele de etalonare primite si din etichetele aplicate pe aparate, etichete care precizeaza data etalonarii si durata valabilitatii etalonării. Etichetele utilizeaza si codul culorilor , dupa cum urmeaza :
* verde - in stare de etalonare
* galben - in asteptare
* rosu – defect sau necorespunzator la verificari

5.5.6 La preluarea certificatelor de etalonare se va controla de catre seful de laborator dacă certificatul conţine următoarele date:
- norma tehnică de verificare;
- etaloanele utilizate;
- numărul certificatului de etalonare al etalonului;
- numele, prenumele şi marca celui care a efectuat etalonarea;

5.5.7 Etalonarile efectuate sunt inscrise si in fisa echipamentului.

5.5.8 Etalonările realizeaza trasabilitatea masurarii prin identificarea in certificatele de etalonare a etaloanelor utilizate, procedurii si persoanei care a efectuat lucrarea.

5.5.9.Etalonarile intermediare de lucru se efectueaza conform procedurii PL-5.5.-01 si se inregistreaza in caietul responsabilului de incercare, cu toate datele primare si rezultatul obtinut.
5.5.10. Eventualii coeficienti de corectie, de etalonare sunt inregistrati si se aplica rezultatelor sau se introduc in softul de operare. Seful de laborator verifica utilizarea corecta a acestor coeficienti la masurari .

5.5.11. Dupa verificare sau etalonare aparatele sunt sigilate, iar softul este parolat pentru a impiedica reglajele ce ar putea invalida rezultatele masurarilor.

5.6. Mentenanta echipamentelor de incercare si/sau masurare

5.6.1 Cu ocazia etalonării şi verificărilor periodice, conform cartilor tehnice, pentru echipamentele de incercare, se efectueaza lucrarile de mentenanta necesare; aceste lucrari se efectueaza de catre personalul calificat al unor firme specializate. Lucrarile de mentenanta efectuate, se inscriu in fisa de echipament.
5.6.2 Şeful de laborator întocmeste la începutul fiecărui an, planul de mentenanță , formular cod FL-5.5-07, dat în anexa 7.
In perioada de garantie planul de mentenanta se intocmeste de catre firma care asigura service-ul in garantie.
.

5.7. Controlul echipamentelor noi

5.7.1 Pentru echipamentele noi achiziționate se verifică la recepție dacă echipamentul este însoțit de certificat de etalonare sau buletin de verificare metrologică, aprobare de model, declarație de conformitate. În cazul în care aceste documente însoțitoare lipsesc se anunță furnizorul şi se refuză achitarea facturii.
5.7.2 Echipamentele noi se achizitioneaza conform procedurii PGL- 4.6.
Inainte de punerea in functiune, echipamentele de masurare sunt verificate metrologic sau validate de catre furnizor, utilizand materiale de referinta sau etaloane, conform procedurii PGL- 5.6.
Personalul utilizator este instruit privind conditiile de lucru cu echipamentele noi.

5.8. Controlul materialelor de referinta

5.8.1 Materialele de referinta utilizate pentru verificarea si etalonarea echipamentelor de lucru sunt prezentate in Anexa 8 la prezenta procedura, formular cod FL-5.5-08
5.8.2 Materialele de referinta utilizate in laborator sunt tratate ca etaloane, respectiv identificate, verificate, inregistrate, gestionate si eliminate daca se constata abateri de la caracteristica de baza.

5.8.3 Trasabilitatea verificarilor si etalonarilor efectuate cu materiale de referinta, este realizata prin utilizarea de materiale de referinta livrate cu Buletin de Analiza de catre firme, intr-un sistem de asigurare a calitatii certificat.
Inregistrarile privind incercarile efectuate cu materialele de referinta sunt efectuate in caietul de lucru , permitandu-se demonstrarea realizarii trasabilitatii.

5.9. Utilizarea echipamentelor in afara Laboratoarelor Nationale de Referinta

Pentru situatiile cand laboratorul utilizeaza echipamentele in exteriorul incintei se aplica o procedura suplimentara pentru transport, verificare, manipulare si utilizare (PL-5.5.-02).
Echipamentele care sunt utilizate in afara laboratorului sau sunt imprumutate la alt laborator sunt reverificate atunci cand revin in serviciu pentru a verifica ca sunt conforme cu cerintele specificate in Fisa de echipament.
Aceasta verificare se inscrie in Fisa de echipament.

6. RESPONSABILITATI

6.1. Seful de Laborator

- intocmeste si actualizeaza lista echipamentelor din laborator si lista echipamentelor supuse verificarii
- intocmeste necesarul pentru aprovizionarea cu echipamente si substante de referinta;
- instruieste personalul privind utilizarea echipamentelor si materialelor de referinta .
- gestioneaza cartile tehnice ale echipamentelor din laborator;
- urmareste existenta etichetelor de identificare a situatiei etalonărilor pe echipamentele de masurare.
- initiaza Fisa de echipament, cod FL-5.5-04.
- intocmeste programul anual de etalonări

6.2. Responsabilul de incercari

- urmareste realizarea programului de etalonări si reparatiile de echipamente;
- inscrie in fisa de echipament, etalonările, mentenanta sau reparatiile efectuate;
- gestionează certificatele de etalonare;
- se preocupă de transportul echipamentelor de etalonat şi de returnarea acestora;
- prezintă echipamentele la etalonări conform panului anual de etalonări sau în cazuri accidentale dupa reparații;
- prezintă aparatele la reparații;
- aplică etichetele de identificare a situației etalonărilor pe aparate
- execută încercări conform instrucțiunilor de lucru ale echipamentelor.
- verifică starea de functionare a echipamenteleor înainte de utilizare;

7. INREGISTRARI

Nr.crt.	Denumirea inregistrarii	Suport.	Destinația documentului	Timp de păstrare	Loc de păstrare
1	Lista echipamentelor de incercări si/sau masurare	Formular cod FL-5.5-01	Seful de laborator	4ani	Laborator
2	Lista echipamentelor de incercare si/sau masurare supuse controlului metrologic	Formular cod FL-5.5-06	Seful de laborator	4 ani	Laborator
3	Lista personalului autorizat pentru lucrul pe diferite echipamente	Formular cod FL-5.5-03	Seful de laborator	4 ani	Laborator
4	Fisa de echipa-ment	Formular cod FL-5.5-04	Seful de laborator/res-ponsabil metrologie	4 ani	Laborator
5	Eticheta privind etalonarea echipamentelor	Formular cod FL-5.5-05	Responsabil metrologie	4ani	Laborator
6	Program de etalonare al echipamentelor	Formular cod FL-5.5-02	Seful de laborator	4ani	Laborator
7	Plan de mentenanță	Formular cod FL-5.5-07	Seful de laborator	4ani	Laborator
8	Lista cu materiale de referință	Formular cod FL-5.5-08	Seful de laborator	4ani	Laborator
9	Certificate de etalonare	Hartie 1/ aparat		4 ani	Laborator
10	Certificate materiale de referință	Hartie 1/ etalon		4 ani	Laborator
11	Fișa de magazie		Gestionar	4ani	Laborator

8. ANEXE

8.1. Anexa 1. Lista echipamentelor de incercare si/sau masurare, cod FL-5.5-01
8.2. Anexa 2. Model formular program de etalonare al echipamentelor, cod FL-5.5-02
8.3 Anexa 3. Lista personalului autorizat pentru lucrul pe diferite echipamente, cod FL-5.5-03.
8.4. Anexa 4. Model formular fisa de echipament, cod FL-5.5-04
8.5. Anexa 5. Model eticheta privind etalonarea echipamentelor, cod FL- 5.5.-05.
8.6. Anexa 6 . Lista echipamentelor de incercare si/sau masurare supuse controlului metrologic , cod FL-5.5-06.
8.7. Anexa 7. Model formular Plan de mentenanta,,cod FL-5.5-07
8.8. Anexa 8. Lista cu materiale referinta, cod FL-5.5-08

Anexa 1

LISTA ECHIPAMENTELOR DE ÎNCERCĂRI ŞI/SAU MĂSURARE DIN LABORATOR

Operator economic	Denumire mijloc de masurare	Date de identificare			Modalitatea de introducere pe piata si punere in functiune		Nr. BV/data expirarii
		Tip	Serie	An fabricatie	Nr. AM valabilitate	Marcaj CE/CS	

Data: **Elaborat.**
Sef laborator

Anexa 2

MODEL FORMULAR PROGRAM DE ETALONARE A ECHIPAMENTELOR

Nr. crt	Denumirea echipamentului	Tip ,serie, numar inventar	Planificarea pentru etalonare	Realizată verificarea	Nr.buletinului de etalonare

Data :

Elaborat,
Şef laborator

Anexa 3

Aprobat,
DirectorDLNR

LISTA PERSONALULUI AUTORIZAT PENTRU LUCRUL PE DIFERITE ECHIPAMENTE,

Nr.crt.	Nume, prenume personal autorizat	Denumirea incercarii	Denumire echipament utilizat	observatii

Data:

Elaborat,
Sef de laborator

Anexa 4

MODEL FIŞĂ DE ECHIPAMENT

Responsabil aparat: NUME functia Laboratorul	Nr. Fişei 1
	Nr. identificare internă cod CPSA:

Caracteristicile aparatului	
1. Denumirea aparatului	
2. Număr serie şi anul fabricaţiei	
3. Firma constructoare	
4. Tipul	
5. Clasa de precizie	
6. Interval de măsurare	
7. Data înregistrării în Laborator	
8. Domeniul	Masurare mase

Perioada de verificare			
De către BRML-la locul utilizarii (la interval de 12 luni)	Internă Test de control Inaintea utilizarii	Externa La instalare In garantie La reparare	Scoatere din uz

Locul de utilizare	Data		Starea
	Intrării	Ieşirii	
ANPM –DLNR – Laborator aer , Et. 1, sala 25 conditii ambientale: (toluen, xilen, ketone) Temperatura: 21,8ºC, presiune aer: 1022hPa, umiditate relativa: 50,3%	05 / 02/ 2005	-	Functional Calibrat Nefunctional Scos din uz

Componente aparat

Denumirea accesoriilor	Nr buc	Caracteristici	Nr. de fabricaţie

Verificări efectuate			
ale BRML şi altele externe şi interne*			
Data	Unitatea verificatoare	Rezultatul	Nr de buletin

Anexa 5

MODEL ETICHETA PRIVIND ETALONAREA ECHIPAMENTELOR

Echipament etalonat **Inainte de inceperea incercarii**

Anexa 6

LISTA ECHIPAMENTELOR DE ÎNCERCĂRI ŞI/SAU MĂSURARE SUPUSE CONTROLULUI METROLOGIC

Nr. crt.	Denumire echipament	Seria	Nr. inventar	Periodicitatea etalonării	Observatii

Elaborat,
Data: **Sef de laborator**

Anexa 7

MODEL FORMULAR PLAN DE MENTENANȚĂ

Nr. crt	Denumirea echipamentului	Tip, Serie, numar inventar	Planificare mentenanță,	Realizată mentenanța

Data:

Elaborat,
Şef laborator

Anexa 8

LISTA CU MATERIALE DE REFERINȚĂ / ETALOANE

Materiale de referinta			
Nr. crt.	Denumire material de referință/etalon	Firmă/țară producătoare	Caracteristici de referință certificate Certificat Nr.

Data:

Elaborat,
Şef laborator

LISTA ECHIPAMENTELOR DIN LABORATOR

Nr. Crt.	Denumire aparatura	Firma producatoare	Nr. de bucati	Anul achiziției	Starea functionala	Observatii
1.	Incinta climatizare balanta	Aquaria, Model Activa Climatic	1	2005	f. bună	**Primite in cadrul proiectului PHARE RO 2002/000-586.04.12.03**
2.	Balanta analitica	Mettler Toledo, Tip AX205, versiune IT	1	2005	f. bună	Idem
3.	Pompa de absorbție FOX	TCR TECORA	2	2005	f. bună	Idem
4.	Ion cromatograf	Metrohm, Model 761 Compact IC	1	2005	f. bună	Idem
5.	Autosampler pt ion cromatograf	Metrohm 813 Compact	1	2005	f. bună	Idem
6.	Modul de prelevare gravimetric	SENTINEL PM	2	2005	f. bună	Idem
7.	Spectrofotometru cu absorbtie atomica	Thermo Electron, Model Solaar S4	1	2005	f. bună	Idem
8.	Cuptor de grafit si autosampler	Thermo Electron, Model GFS 97	1	2005	f. bună	Idem
9.	Racitor apa	MERLIN –M33	1	2005	f. bună	Idem
10.	Autosampler flacara	CETAC, Model ASX-520	1	2005	f. bună	Idem
11.	Compresor	PMF 0438-035	1	2005	f. bună	Idem
12.	Dilutor	SOLAAR ID100	1	2005	f. bună	Idem
13.	Purificator apa	TWF, 78954-1	1	2005	f. bună	Idem
14.	Purificator apa	TWF, 78954-2	1	2005	f. bună	Idem
15.	Baie cu ultrasunete	Elma, TipTI-H-5	1	2005	f. bună	Idem
16.	Digestor	Milestone, ETHOS D	1	2005	f. bună	Idem
17.	Gaz cromatograf	Agilent Technologies, 6890 N	1	2005	f. bună	Idem
18.	Unitate termodesorbtie	MARKES International	1	2005	f. bună	Idem
19.	Autosampler pt. gaz cromatograf	MARKES International, Tip UltrA TD	1	2005	f. bună	Idem
20.	Generator hidrogen	CLAIND, Tip HG 2200	1	2005	f. bună	Idem
21.	Generator azot	CLAIND, Tip ANG 2381	1	2005	f. bună	Idem

22.	Autosampler	Agilent, Tip ALS 7683 B	1	2005	f. bună	Idem
23.	Unitate separata pentru conditionarea tuburilor	Watlow, series 942	1	2005	f. bună	Idem
24.	Pompa prelevare BTEX	TCR Tecora, model Delta	1	2007	f. bună	Idem
25.	Compresor	Atlas Copco, LFXØ7-10	1	2005	f. bună	Idem
26.	Generator aer zero	Orion, Model Air 2000	1	2005	f. bună	Idem
27.	Rack de calibrare	Orion	1	2005	f. bună	Idem
28.	Calibrator presiune/temperatura	Delta Ohm, model HD 2304.0	2	2005	f. bună	Idem
29.	Calibrator portabil ozon	Orion, Model OGD-2000	1	2005	f. bună	Idem
30.	Calibrator primar pt. verificarea debitelor	Bios, Tip DryCal DC-Lite	1	2005	f. bună	Idem
31.	Etuvă laborator.	Memmert, tip UFE	1	2007	f. bună	**Primite de la JICA în cadrul proiectului de colaborare**
32.	pH-metru/conductometru	WTW, Tip Inolab 720	1	2007	f. bună	Idem
33.	Plita cu agitator magnetic	Velp Scientifica, Arex	1	2007	f. bună	Idem
34.	Vortex Mixer	Velp Scientifica	1	2007	f. bună	Idem
35.	Pompa de prelevare poluanti gazosi	Desaga GS 312	1	2007	f. bună	Idem
36.	Calibrator primar de debit	Bios, DryCal ML 500	1	2007	f. bună	Idem
37.	Plita electrica		1	2007	f. bună	Idem
38.	Generator de hidruri	Thermo Scientific VP 100-Vapour system EC 90 –Vapour furnance	1	2008	f. bună	Idem
39.	Pompa de prelevare BTX pe tuburi	NPL, Marea Britanie	1	2007	f. bună	Idem
40.	Injector pentru prepararea tuburilor etalon pt. analiza GC	Supelco	1	2008	f. bună	Idem
41.	Balanta analitica	Kern EW	1	2007	f. bună	Idem
42.	Balanta tehnica	Kern ABJ	1	2007	f. bună	Idem

43.	Etuvă laborator	Caloris, Model EC 256	1	2006	f. bună	**Achiziționate din fonduri proprii**
44.	Nişă chimica cu accesorii	Asalair, Model Carbo 1800 Combi	1	2006	f. bună	Idem
45.	Spectofotometru UV-VIS	Thermo Electron Tip Nicolet Evolution 100	1	2006	f. bună	Idem
46.	Masina de spalat	Smeg, model GW 4050C	1	2007	f. bună	Idem
47.	Rotaevaporator	Heidolph, model Laborota 4010 digital	1	2007	f. bună	Idem
48.	Aparat Soxhlet	Barnstead Lab Line	1	2007	f. bună	Idem

ABREVIERI: Nu este cazul

3. 計量検査を要するラボラトリー機材リスト

LISTA ECHIPAMENTELOR SUPUSE CONTROLULUI METROLOGIC in anul 2008

Nr. Crt.	Aparatura	Tip, serie, nr. inventar	Nr. de bucati	Planificat pentru etalonare in perioada:	Observatii
1.	Balanță analitică Mettler Toledo	Mettler Toledo, Tip AX205	1	August-octombrie	
2.	Balanță analitică Kern	EW	1	August-octombrie	
3.	Balanță tehnica Kern	ABJ	1	August-octombrie	
4.	Spectrofotometru cu absorbtie atomica Thermo	Solaar S4	1	Iunie-iulie	
5.	Gaz cromatograf Agilent	6890 N	1	Iunie-iulie	
6.	Spectrofotometru UV-Vis Thermo	Nicolet Evolution 100	1	Iulie-septembrie	

ABREVIERI: Nu este cazul

LIST OF REFERENCE MATERIALS

ANPM Bucuresti DLNR Laboratorul Național de Referință Aer	LISTA MATERIALELOR DE REFERINȚĂ COD: FL 5.5 -08	FL 5.5 -08 Ediția 1/ Revizia 0/ Pagina: 1 / 2

LISTA MATERIALELOR DE REFERINȚĂ : perioada – *ANUL 2008*

Nr. Crt.	Denumire material de referință /Etalon	Firma /Țara producătoare	Caracteristici de referință certificate/ Certificat Nr.	Aparatul și analiza la care se folosesc
1	Material de referință cerificat pentru hidrocarburi aromatice/Praf urban	NIST/U.S.A	cod NIST1649/a; nr.lot mai 2006	Gaz cromatograf/determinare benzen, toluen, m-xilen
2	Material de referință cerificat pentru hidrocarburi aromatice	IRMM/Belgia	cod BCR 112; nr 537	Gaz cromatograf/determinare benzen, toluen, m-xilen
3	Material de referință certificat - benzen/metanol	NIST/U.S.A	certificat de analiză/3000	Gaz cromatograf/determinare benzen
4	Material de referință certificat - toluen/metanol	NIST/U.S.A	certificat de analiză/3001	Gaz cromatograf/determinare toluen
5	Material de referință certificat PRIMUS (F^-,Cl^-, Br^-, NO_3^-, SO_4^{2-})10mg/kg±0,2%	FLUKA/Elveția		Ion cromatograf/determinare anioni
6	Soluție standard stoc 1000 mg/l NO_2^-	MERCK/Germania	nr.lot HC760056	Ion cromatograf/determinare NO_2^-
7	Soluție standard stoc 1000 mg/l SO_4^{2-}	MERCK/Germania	nr.lot HC782087	Ion cromatograf/determinare SO_4^{2-}
8	Soluție standard stoc 1000 mg/l NO_3^-	MERCK/Germania	nr.lot HC754533	Ion cromatograf/determinare NO_3^-
9	Soluție standard stoc multianion I (F^-, PO_4^{3-}, Br^-),1000 mg/l	MERCK/Germania	nr.lot HC760185	Ion cromatograf/determinare
10	Soluție standard stoc multianion II (Cl^-, NO_3^-, SO_4^{2-}) 1000 mg/l	MERCK/Germania	nr.lot HC745005	Ion cromatograf/determinare
11	Soluție standard stoc As c=1000 mg/l	SCHARLAU/Spania	nr. lot 85264	AAS/determinare As
12	Soluție standard stoc Hg c=1000 mg/l	SCHARLAU/Spania	nr. lot 76005	AAS/determinare Hg
13	Soluție standard stoc Cd c=1000 mg/l	SCHARLAU/Spania	nr. lot 85022	AAS/determinare Cd
14	Soluție standard stoc Ni c=1000 mg/l	SCHARLAU/Spania	nr. lot 81707	AAS/determinare Ni
15	Soluție standard stoc Pb c=1000 mg/l	SCHARLAU/Spania	nr. lot 76789	AAS/determinare Pb

Document valid incepand cu data de:	ELABORAT: Responsabil incercare (Nume /Prenume):	VERIFICAT: RC (Nume /Prenume):	APROBAT: ȘL (Nume /Prenume):
(Data):	(Semnatura/Data):	(Semnatura/Data):	(Semnatura/Data):

ACTIVITĂȚI DE MENTENANȚĂ

5. 保守活動記録(GC)

Data /ora	Echipament/ component echipament	Defecțiuni localizate şi descrise	Intervenții pt. întreținere	Intervenții pt. reparații	Firma/ Persoana/ Semnătura	Responsabil/ semnătura
08.02.2006/ 08/14 ore	GC_Unity_Ultra		-S-a instalat filtru de gaz pe linia de N2 -S-a condi'ionat sistemul trapa-coloana -Teste pe tuburi blank CRS Mi 033732		Sc Agilrom SRL Ing. service Tudor Oita	Iulia Neacsu Popescu Luminita
20.03.2006 /10/4.5 ore	Generator ANG 2381 CLAIND/S/N34 08	Nitrogen CMS Pressurization failed Defect Air filter cartrige cod 710040013		Inlocuit cartusul	Sc Agilrom SRL Ing service Dumitrache Ion	Iulia Neacsu Popescu Luminita
30.05.2006/ 08/5 ore	Generator ANG 2381 CLAIND/S/N34 08	Filtru de separare al apei (drain filter) blocat Membrana piston rupta		Schimbarea cu unul nou Drain filter kit Cod 710.04.0028	Sc Agilrom SRL Ing. service Ing. service Tudor Oita	Iulia Neacsu Popescu Luminita
15.06.2006/ 08/4.5ore	GC 6890 +TDS Markes	Nu exista autosamplerul cu TDS	S-au verificat traseele de gaze S-au modificat setarile in soft		Sc Agilrom SRL Ing service Dumitrache Ion	Iulia Neacsu Popescu Luminita
07.06.2007/ 07/8 ore	Gc 6890 Generator aer/azot	EPC defect Cartele microcontrol defecte		S-a inlocuit EPC-ul S-au verificat debitele si presiunile S-au inlocuit cele dou[carte cu microcontrole rul si memoria EPROM	Sc Agilrom SRL Ing service Radulescu Marius	Popescu Luminita
15.06.2007/ 08/2 ore	Generator azot	Imposibilitate a opririi alarmei sonore		S-a deconectat alarma si s-a corectat softul	Sc Agilrom SRL Ing service Dumitrache Ion	Popescu Luminita
26.06.2007/ 07/8 ore	Ultra TD	„O" ringuri defecte Size 006 Size 010 Size 3mm		S-au inlocuit „O" ringuri defecte	Sc Agilrom SRL Ing service Radulescu Marius	Popescu Luminita

20.07.2007	GC 6890	Nu se realizeaza nici o cromatograma Lipsa semnal in PC dela GC	S-a schimbat coloana cu DB1 ms Fixat un nou conector de cuart Curat detectorul si efectuat probe		Sc Agilrom SRL Ing service Radulescu Marius	Popescu Luminita
24.07.2007/ 08/8ore	GC 6890 Sistem conditionare Watlow		S-a rearanjat metoda S-au facut conditionari cu metoda de conditionare		Sc Agilrom SRL Ing service Radulescu Marius	Popescu Luminita
23.08.2007/ 08/8ore	Generator azot/aer	-Cadere de tensiune 18-19 aug -Cartele comanda defecte		-Cartele inexistente -S-au inlocuit cu butelii de gaz - S-a predat genearatorul aer/azot firmei Sc Agilrom SRL	Sc Agilrom SRL Ing service Radulescu Marius	Popescu Luminita
4.09.2007/0 08/13 ore	GC 6890		-Instalare AUX EPC -S-a reconfigurat sistemul pentru debite si presiuni cu noul EPC si butelii de gaz		Sc Agilrom SRL Ing service Radulescu Marius	Popescu Luminita
11.01.2008/ 08/16 ore	GC_Unity_Ultra	Leak test failed Tuburi leaked Garnituri Ultra uzate		S-au inlocuit garniturile uzat S-au facut probe pentru tuburi pentru a nu mai pierde tuburile	Sc Agilrom SRL Ing service Radu Moglean	Popescu Luminita
21.01.2008/ 08/16 ore	GC_Unity_Ultra		S-au refacut parametrii GC S-a remontat si verificat coloana si s-a setat debitul in coloana S-a facut o noua metoda si s-a rulat pe solventi puri		JICA- Maeda Naomi SLA – Popescu Luminita	Popescu Luminita
21.03.2008/ 08/3 ore	GC_Unity_Ultra	Tr si arii nereproductibi le pentru picul de benzen	Verificarea TD si a EPC		Sc Agilrom SRL Ing service Radu Moglean si Elena Tatar	Popescu Luminita

		le pentru picul de benzen	,a gazelor auxiliare		Ing service Elena Tatar	
28.03.2008/ 08/4 ore	GC_Unity_Ultra	Tr si arii nereproductibi le pentru picul de benzen	S-a schimbat butelia de azot si ridicat presiunea de la 30 psi la 60 psi care va ramine presiune de lucru S-au facut probe pt verificarea TR pe compus pur		Sc Agilrom SRL Ing service Elena Tatar	Popescu Luminita
19.05.2008/ 08/2 ore	Monitor si PC defect	PC imposibil de deschis /Monitor fara imagine		S-a transportat Pc la firma de service	Serviciul deservire Calculatoare	Popescu Luminita
11.06.2008/ 08/8 ore	TD	Faza ne depasita Echilibrating –Prepurge – Echilibrating		-S-a adus generatorul aer/azot - S-a montat si analiza nu se poate efectua - S-a revenit si s-a remontat 0 butelie de azot plina S-a montat un nou reductor	Sc Agilrom SRL Ing service Radu Moglean si Elena Tatar	Popescu Luminita
28.10.2008	GC-Unity-Ultra	Curbe de calibrare		S-au facut cc	SC Farcas	Popescu L

ACTIVITĂŢI DE MENTENANŢĂ

Data /ora	Echipament/ component echipament	Defecţiuni localizate şi descrise	Intervenţii pt. întreţinere	Intervenţii pt. reparaţii	Firma/ Persoana/ Semnătura	Responsabil/ semnătura
20.01.07 30 minute	Cuvetă cuptor AAS		Schimbat cuvetă		Cristina Negulescu	Cristina Negulescu
25.02.07 30 minute	Cuptor AAS		Curăţare ferestre		Mioara Şerban	Mioara Şerban
15.04.07 30 minute	Cuptor AAS		Curăţare ferestre		Mioara Şerban	Mioara Şerban
15.06.07 30 minute	Cuptor		Curăţare ferestre		Mioara Şerban	Mioara Şerban
17.08.07 30 minute	Cuptor		Curăţare		Mioara Şerban	Mioara Şerban
26.10.07 30 minute	Cuptor		Schimbat cuvetă		Cristian Căpitănescu	Cristian Căpitănescu
15.01.08 30 minute	Cuptor		Curăţat ferestre		Cristian Căpitănescu	Cristian Căpitănescu
29.02.08 30 minute	Cuptor		Curăţat ferestre		Cristian Căpitănescu	Cristian Căpitănescu
08.05.08 30 minute	Cuptor		Curăţat		Cristian Căpitănescu	Cristian Căpitănescu
17.07.08 30 minute	Cuptor		Curaţat ferestre		Cristian Căpitănescu	Cristian Căpitănescu
25.09.08 16 ore	Cuptor AAS		Schimbat cuvetă Verificare		S.C RONEXPRIM Mihai Balaş	Cristian Căpitănescu

ACTIVITĂȚI DE MENTENANȚĂ

ION CROMATOGRAF/ MODEL 761 COMPACT IC

Data /ora	Echipament/ component echipament	Defecțiuni localizate și descrise	Intervenții pt. întreținere	Intervenții pt. reparații	Firma/ Persoana/ Semnătura	Responsabil/ semnătura
28.01.2008 (4 h)	IC/AS/ 176 10020 19182	PRESIUNE CRESCUTĂ	SCHIMBAT FILTRE, PURTUNE	ÎNLOCUIT PRECOLOANA	DONAU LAB	[signature]
19.06.2008 (1 h)	IC/AS/ 176 10020 19182	—	REVIZIE TEHNICĂ	—	DONAU LAB	[signature]

ACTIVITĂȚI DE MENTENANȚĂ

SPECTROFOTOMETRUL UV-VIS – model Nicolet Evolution 100

Data /ora	Echipament/ component echipament	Defecțiuni localizate și descrise	Intervenții pt. întreținere	Intervenții pt. reparații	Firma/ Persoana/ Semnătura	Responsabil/ semnătura
17.07.08 4h	UV-VIS	—	-VERIFICARE SST. OPTIC -VERIFICARE STABILITATE -VERIFICARE LAMPI	—	ROMEXPRIM Rodica Nemo	ANIMALIE [signature]

3.3. Spare Parts

修理用部品

3.4. Chemical Reagents

試薬類

1. 測定・試験用機材、試薬、サービス、材料の調達 一般手順 (PGL 4.6)
2. 購買業者リスト (FL 4.6-03)
3. 在庫管理台帳
4. 試薬台帳 (FL 4.6-01)
5. 試薬使用記録簿 (RL 4.6-01)

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
LABORATORUL NAȚIONAL DE REFERINȚĂ AER

PROCEDURA GENERALA

APROVIZIONAREA CU ECHIPAMENTE, REACTIVI, SERVICII, MATERIALE

1. 測定・試験用機材、試薬、サービス、材料の調達 一般手順書

COD P.G.L. 4.6

目次

１．目的／ ２．適用範囲／ ３．参考文書／ ４．定義と略号
５．調達プロセスのフロー図
６．活動内容
6.1 業者選択
6.2 見積書の要求と分析
6.3 契約書送付
6.4 機材受け取り
6.5 試薬、標準物質その他の保管
７．責任／ ８．記録／ 付属書類

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
LABORATORUL NAȚIONAL DE REFERINȚĂ AER

PROCEDURA GENERALA

APROVIZIONAREA CU ECHIPAMENTE, REACTIVI, SERVICII, MATERIALE

COD P.G.L. 4.6

EDIȚIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:

STANDARD DE REFERINȚĂ: SR EN ISO /CEI 17025:2005

DIFUZAT IN REGIM CONTROLAT: EXEMPLAR NR.
INFORMATIV:

Destinatar: .....

APROBAT:
Crina Hotoiu, Director DLNR
(semnatura)…….

Corina Lupu , Director general DGMSC
(semnatura)…….

ELABORAT:
Adriana Zlătan, Responsabil calitate
(semnatura)…….

VERIFICAT:
Iulia Neacsu, sef serviciu Laborator
(semnatura)…….....

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

DATA APROBARII/APLICĂRII:

Notă: Documentul de față este proprietatea Serviciului laborator aer aparținând ANPM . Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul laboratorului. Copiile sunt numerotate şi controlate.

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed. 1/ Rev. 0	Elaborat P.G.L. 4.6 in editia 1, revizia 0	Adriana Zlătan, Responsabil calitate	Iulia Neacsu, sef serviciu Laborator	Crina Hotoiu, Director DLNR

CUPRINS

1. **Scop**
2. **Domeniu de aplicare**
3. **Documente de referință şi conexe**
4. **Definiții şi abrevieri**
5. **Diagrama de flux a procesului**
6. **Descrierea activității**
7. **Responsabilități**
8. **Înregistrări**

ANEXE

1. SCOP

Prezenta procedura prezinta modalitatile pentru selectarea furnizorilor si aprovizionarea cu servicii si furnituri respectiv echipamente, sticlarie, reactivi si alte consumabile, care pot afecta calitatea analizelor, astfel incat laboratoarele sa se asigure ca acestea corespund cu cerintele specificate in standardele sau in metodele de analiza/incercare.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Prezenta procedura se aplica de catre personalul laboratorului implicat in activitea de selectie a furnizorilor, achizitionare, receptie si depozitare a echipamentelor de masurare si /sau incercari , a reactivilor si materialelor consumabile de laborator relevanti pentru analize, precum si de catre Sef Laborator si Director DLNR.

3. DOCUMENTE DE REFERINTA

3.1. Manualul calitatii
3.2. SR EN ISO/CEI 17025 /2005 - Cerințe generale pentru competenta laboratoarelor de incercări si etalonări
3.3. SR EN ISO 9000/2006 - Sisteme de management al calitatii. Principii fundamentale si vocabular.
3.4. OUG 121 din 2006 privind regimul juridic al precursorilor de droguri
3.5 OUG 34/2006 privind atribuirea contractelor de achizitie publica, a contractelor de concesiune de lucrari publice si a contractelor de concesiune de lucrari publice si a contractelor de concesiune de servicii
3.6 Hotararea 925/2006 pentru aplicarea prevederilor referitoare la atribuirea contractelor de achizitie publica din Ordonanta de Urgenta a Guvernului nr. 34 /2006 privind atribuirea contractelor de achizitie publica a contractelor de concesiune de lucrari publice si a contractelor de concesiune de lucrari publice si a contractelor de concesiune de servicii
3.7 OUG 94/2007 pentru modificarea şi completarea OUG 34/2006 privind atribuirea contractelor de achiziție publică

4. DEFINITII SI PRESCURTARI

4.1. Definitii

Achizitie publica – dobândirea, definitivă sau temporară, de catre o persoană juridică definită ca autoritate contractantă, a unor produse sau servicii, prin atribuirea unui contract de achizitie publica

Cerere de ofertă – cerere adresată în scris sau verbal de către organizație prin care solicită informații referitoare la produsele/serviciile fabricate/prestate de către furnizor.

Comandă de aprovizionare – cerere de execuție/livrare a unui produs sau serviciu adresată de către organizație furnizorului. Comanda este ocazională, repetitivă, scrisă (pe formular tipizat sau formulat liber) sau verbală.

Contract – condiții convenite între organizație şi furnizor, transmise prin orice mijloace. Contractul este ocazional (un produs - o livrare) sau contract cadru (un produs, mai multe produse – mai multe livrări).

Contract de achiziție publică – contract cu titlu oneros, incheiat in forma scrisă, între autoritatea contractantă şi contractant

Contract de furnizare – contract de achiziție publică care are ca obiect furnizarea unuia sau mai multor produse, asa cum sunt acestea cuprinse in clasificările statistice oficiale, pe baza cumpărarii, inclusiv in rate , a închirierii sau a leasingului cu sau fără optiuni de cumpărare

Echipament de masurare: Toate aparatele de masurare, etalonare, materiale de referintă, operatii auxiliare si software-ul necesare pentru efectuarea unei masurari. Acest termen cuprinde echipamentele de masurare folosite pentru incercari si control, precum si pentru etalonari.

Evaluare – apreciere, pe baza criteriilor prestabilite, cu scopul de a determina dacă un furnizor este în măsură sau nu să realizeze un produs/serviciu în conformitatea cu condițiile specificate precum şi să genereze dovezi care să susțină acest lucru.

Fonduri publice – sume alocate din bugetul de stat, ajutoare financiare externe acordate României sau instituțiilor publice si credite externe contractante sau garantate de autorități ale administrației publice

Furnizor – organizație sau persoană care furnizează un produs/serviciu.

Materiale – reactivi, sticlărie de laborator, materiale de referință utilizate în activitatea de încercări

Material de referinta- Material sau substanta cu una sau mai multe proprietati suficient de bine definite pentru a-l utiliza la etalonarea unui aparat, la evaluarea unei metode de masurare sau la atribuirea de valori materiale.

Produs aprovizionat – materii prime şi materiale necesare realizării încercărilorde laborator.

Specificație – documentație care prescrie condițiile tehnice pe care trebuie să le îndeplinească un produs, proces sau serviciu.

4.2. Prescurtari

DBFA – Direcția Buget, Finanțe, Administrativ
ANPM- Agenția Națională pentru Protecția Mediului
ŞL- Şef de laborator
RM – responsabilul de magazie
MRC
DGMSC
DLNR
RC

5. DIAGRAMA PROCESULUI APROVIZIONARE

Responsabilități	Graficul procesului	Document utilizat	Inregistrare
	START		
ŞL/RC	Evaluarea furnizorilor de materiale/ echipamente/servicii	--	FL-4.6-01 FL-4.6-01
ŞL/Director DLNR/ Director DGMSC/ DBFA/ Presedinte ANPM	**Stabilirea necesarului de aprovizionare**	--	Referat de necesitate
DBFA/ ŞL	Elaborarea cererilor de ofertă şi analiza ofertelor	--	cerere de ofertă ofertă
DBFA	Transmitere comandă / contract de aprovizionare	--	comandă/ contract
DBFA/ ŞL/RM	Recepția produsului / serviciului aprovizionat	Aviz de însoțire Factură ..	PV Bon de consum
ŞL/ RM	Depozitarea produsului aprovizionat		Caiet evidență reactivi Caiet evidență substanțe toxice/precursori
	STOP		

6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚI

În conformitate cu prevederile standardului SR EN ISO / CEI 17025: 2005, laboratoarele de încercări trebuie să evalueze furnizorii de materiale, echipamente şi servicii şi să păstreze înregistrările aferente acestor evaluări.
Şeful de laborator are obligația de a face toate demersurile necesare pentru ca, împreună cu DBFA să asigure resursele materiale necesare desfăşurării activității în laborator: echipamente pentru analize, reactivi, sticlărie, materiale consumabile şi servicii. Această activitate o execută în mod planificat pentru a asigura la timp resursele necesare.

Asigurarea conformității produsului aprovizionat cu condițiile specificate necesită documentarea procesului de aprovizionare privind :

- evaluarea şi selectarea furnizorilor;
- stabilirea datelor de aprovizionare (definirea cerințelor pentru produsul aprovizionat);
- verificarea produsului aprovizionat
- stabilirea şi menținerea relațiilor de parteneriat şi de cooperare cu furnizorii.

Stabilirea necesarului de aprovizionat
La sfârsitul fiecarui an, seful de laborator intocmeste referatele de necesitate pentru aprovizionare cu echipamentele de masurare si/sau încercare, materiale, sticlarie de laborator, materiale de referinta si reactivi, formular necodificat. Necesarul pentru reactivi, materiale si sticlarie este stabilit pe baza stocului ramas si a estimarilor pentru anul urmator. ŞL motivează tehnic necesitatea achizițiilor solicitate.
Referatele sunt transmise spre analiză directorului DLNR. Întrucât în cadrul ANPM echipamentele, reactivii, MRC, sticlăria şi consumabilele de laborator se achiziționează **centralizat** se procedeaza astfel:

- Directorul DLNR intocmeste referate comun pentru toata directia pentru achizitia centralizata a sticlariei, materialelor, MRC; referatele sunt trimise apoi spre avizare Directorului general DGMSC si Directorului DBFA şi aprobare presedintelui ANPM.
- Directorul DLNR avizeaza referatele pentru achizitia echipamentelor; daca mai multe laboratoare doresc achizitia aceluiasi echipament, Directorul DLNR intocmeste un singur referat comun pentru achizitia acestuia si il transmite mai departe spre avizare Directorului DGMSC si DBFA si spre aprobare presedintelui ANPM

În referatele de necesitate pentru echipamente se specifică faptul ca acestea trebuie să fie însoțite de aprobarea de model şi de certificatul de etalonare
În referatele de necesitate pentru reactivi se specifică următoarele:

- puritatea solicitată, în cazul reactivilor;
- gramajul ambalajelor cu reactivi;
- necesitatea însoțirii acestora de buletine de analiză, de certificate de conformitate, de performanțe sau limita de sensibilitate
- termen de valabilitate (se va solicita ca perioada de incepere a termenului de valabilitate a reactivului sa fie cat mai apropiata de data livrarii catre ANPM)

Referatele de necesitate pentru reactivi, etaloane, materiale de referință, trebuie să fie detaliate cu toate caracteristicile specificate. Pentru etaloane şi materiale de referință se solicită buletine de etalonare care să precizeze etaloanele cu care s-au făcut etalonările şi numărul certificatelor de etalonare precum şi realizarea trasabilitatii acestora.

6.1. Selectarea furnizorilor

Furnizorii de materiale consumabile, echipamente, reactivi, sticlărie, servicii se aleg în condițiile legii (OUG 34/2006 cu completările ulterioare), adică prin:

- Licitație (peste 40 000 euro)
- cerere de ofertă (între 10 000 şi 40 000 euro)
- achiziție directă (sub 10 000 de euro).

Pentru că **licitația** şi **cererea de ofertă** sunt deschise tuturor furnizorilor şi întrucât caietul de sarcini se publică pe site-ul SEAP (sistemul electronic de achiziții publice), întocmirea listei potențialilor furnizori se referă şi este aplicabilă numai pentru procedura de **achiziție directă**.

6.1.1 Selectarea furnizorilor prin licitație şi cerere de ofertă

Pentru efectuarea procedurii de licitație sau cerere de ofertă, şeful de laborator (sau un alt specialist desemnat de şeful de laborator) întocmeşte partea tehnica de specificatii din caietul de sarcini. Specificațiile tehnice sunt avizate şi aprobate de către directorul DLNR şi directorul general DGMSC. Specificațiile stau la baza caietului de sarcini care este întocmit de DBFA, aprobat de preşedintele ANPM, moment în care devine document oficial. Caietul de sarcini este publicat apoi pe site-ul SEAP

Evaluarea ofertelor şi selectarea ofertei câştigătoare se face de către o comisie, în baza caietului de sarcini; din comisie fac parte cel puțin două persoane din laborator, propuse de către şeful de laborator, precum şi o persoană de la DBFA. Membrii comisiei şi preşedintele acesteia sunt numiți prin decizie oficială de către preşedintele ANPM.

La sfârşitul licitației/procedurii de cerere de ofertă comisia întocmeşte un raport de optiune pentru una dintre oferte. In baza procesului verbal, directorul DBFA încheie un contract cu firma câştigătoare. În contract se vor specifica absolut toate caracteristicile tehnice ale aparatului solicitate de laborator, inclusiv asistenta tehnica, instruire personal, garantie etc. Toate actele rezultate în urma acestor proceduri sunt documente oficiale şi sunt păstrate la DBFA.

6.1.2 Selectarea furnizorilor care vor participa la procedura de achiziție directă

În cazul în care achiziția se face **direct**, şeful de laborator transmite DBFA o listă a potențialilor furnizori pentru produsul/serviciul dorit. DBFA transmite apoi furnizorilor cererea de ofertă. Pe măsură ce vin ofertele de la furnizori, acestea sunt evaluate de către şeful de laborator împreună cu 1-2 persoane desemnate din laborator.

După desemnarea ofertelor care corespund atât din punct de vedere calitativ cât şi al prețului, şeful de laborator trimite lista cu firmele câştigătoare la DBFA. În cazul în care există nelămuriri legate de alegerile făcute, DBFA transmite întrebările şefului de laborator, care are obligația să răspundă la acestea. DBFA încheie în final contractele si transmite comenzile catre firmele câştigătoare.

Pentru a identifica şi selecta firmele care ar putea oferi produsul/serviciul dorit şi de la care ANPM poate cumpara direct, pentru laborator, produsul/serviciul dorit, este nevoie să se dețină nişte date referitoare la acestea. Responsabilul cu aprovizionarea adună, păstrează şi actualizează evidențe şi date referitoare la furnizori şi produsele oferite de aceştia; sursele de informare sunt:

- presă şi publicații periodice;
- cataloage, prospecte, liste de prețuri;
- vizionări de expoziții şi târguri;
- analiza ofertelor
- analiza înregistrărilor referitoare la produsele aprovizionate;

- analiza neconformităților produsului furnizat datorate produselor aprovizionate.

Întocmirea listei furnizorilor potențiali pentru materiale/echipamente/ servicii, cod FL-4.6-03 se efectuează pe baza următoarelor criterii:

Pentru evaluarea inițială :

- existența unui SMC certificat **conform ISO 9001** ;
- aprecierea pe baza unei fise de evaluare, cod FL-4.6-02
- conditii de livrare avantajoase (termene de livrare, transport etc.),
- evaluarea unor eşantioane de produs;
- conditii de plata avantajoase (pret, termen, facilitati etc.);
- prestigiul firmei (cifra de afaceri, service, reprezentanțe, mod de prezentare);

Pentru evaluare periodică pe lângă criteriile de evaluare inițială care se pot reverifica (ex. : existența certificatului ISO 9001) se mai evaluază (fără a fi însă restrictiv) :

- numărul şi structura neconformităților la recepție, în garanție şi în utilizare ;
- reacția de răspuns a furnizorului la reclamații şi la alte cerințe neincluse inițial în control ;
- respectarea termenelor de livrare (cantități la termenele stabilite) ;
- istoricul relației cu furnizorul.

ŞL/ RC evaluează furnizorii în baza unor criterii de evaluare; punctajul obținut se înregistrează în Fişa de evaluare a furnizorului cod FL-4.6-02. Rezultatele evaluărilor sunt documentate şi păstrate la Seful de laborator. Condițiile de acceptare a furnizorului evaluat sunt: punctajul pe fiecare criteriu să fie minim 3 şi punctajul total acordat să fie de minim **50%** din punctajul maxim posibil

Furnizorii acceptați sunt înscrişi de către RC în Lista furnizorilor acceptati pentru materiale/echipamente/ servicii de laborator cod FL-4.6-04

Un exemplar din Lista furnizorilor acceptați pentru materiale/echipamente/ servicii cod FL-4.6-04 se păstrează în Laboratorul de încercări şi al doilea exemplar la DBFA.

Actualizarea listei se face anual sau ori de câte ori este necesar (de preferință la sfârşitul fiecărui an calendaristic). Actualizarea listei se poate face prin includerea unor furnizori noi de produse/servicii sau prin excluderea unor furnizori mai vechi care nu corespund exigentelor societatii (care au livrat furnituri necorespunzatoare, nu au respectat termenul de livrare etc). Lista poate fi completata cu alti furnizori de produse/servicii care au fost evaluati in intervalul de timp scurs, conform prevederilor prezentei proceduri.

Lista este aprobată de către directorul DLNR. În cazul actualizării listei, aceasta se difuzează în toate locurile în care a fost difuzată şi versiunea anterioară, iar exemplarele perimate sunt retrase şi arhivate pe o perioada de 5 ani.

Cererile de ofertă pentru aprovizionarea cu materiale/reactivi/servicii/echipamente se transmit de către DBFA numai furnizorilor incluşi în "Lista furnizorilor acceptați", cod FL-4.6-04, conform anexei.

6.2 Elaborarea cererilor de ofertă şi analiza ofertelor

În cadrul procesului de aprovizionare se utilizează procedurile de achiziții conform legislatiei in vigoare. DBFA stabileşte procedura de achiziție funcție de valoarea produselor sau serviciilor solicitate.

Se transmite Cererea de ofertă pentru aprovizionarea cu materiale / echipamente /servicii cu o valoare mai mică de 10 000 EURO unui numar de cel putin 3-5 furnizori din Lista furnizorilor acceptati. Cererea de

ofertă conține cel puțin denumirea şi specificațiile tehnice ale produselor/ serviciilor solicitate. Cererea de ofertă este elaborată si trimisa potentialilor furnizori de catre DBFA, in baza referatelor de necesitate primite de la laborator.
Ofertele scrise (adresă/fax) primite sunt înregistrate la Secretariat şi difuzate în laborator .
Ofertele sunt analizate de către ŞL care se consultă, dacă este cazul, cu persoanele din laborator care au solicitat produsul/serviciul. Se înregistrează rezultatul analizei efectuate şi decizia luată pe un Proces Verbal.

6.3 Transmiterea comenzii / contractului de aprovizionare
Aprovizionarea cu materiale/echipamente/ servicii a Laboratorului de Aer se efectuaeaza pe bază de Comandă sau Contract, funcție de procedura de achiziție.
În cazul aprovizionării pe bază de comandă se transmite furnizorului o comandă scrisă care trebuie să conțină minim :

- date de identificare ale părților :
- denumirea materialului/ serviciului:
- specificațiile tehnice ale materialului/ serviciului , după caz ;
- cantitatea;
- valoarea, modalitățile de plată şi termen de livrare/prestare, după caz ;
- data emiterii comenzii.

Comanda este intocmita de DBFA in baza **Procesului Verbal de evaluare a ofertelor**. După aprobare de catre presedintele ANPM, se înregistrează în secretariat şi se transmite furnizorului.

6.4. Recepția echipamentelor şi materialelor
Materialele/echipamentele/ serviciile aprovizionate pentru LNR Aer sunt verificate de către Comisia de recepție, formată din reprezentanti ai DBFA si ai laboratoarelor (de preferat, sefii de laborator).
Se efectuează verificările ținând cont de:

- inventarul aparatelor/ echipamentelor şi starea la receptie - prin identificarea şi compararea cu lista componentelor din cartea tehnică a produsului aprovizionat;
- funcționarea corectă a echipamentului, după punerea în funcțiune, conform parametrilor înscrişi în cartea tehnică;
- efectuarea testărilor prevăzute în cartea tehnică a echipamentului;

De asemenea, la receptia echipamentelor se verifica existenta următoarelor documente:

- declaratia de conformitate;
- aprobarea de model;
- buletinul de etalonare;
- certificat de garantie;
- cartile tehnice.

Daca buletinul de etalonare lipseste, se contacteaza producatorul, solicitandu-i acestuia buletin de etalonare sau se etalonează aparatul sau echipamentul la un laborator autorizat inainte de punerea in functiune.
In momentul punerii in functiune, **echipamentul** se aseaza intr-un spatiu special amenajat unde se va lucra cu acestea. Se are in vedere, atunci cand sunt conditii de mediu si spatiu impuse, acestea sa fie indeplinite. La punerea in functiune a echipamentelor se elaboreaza Procesul verbal de recepție şi punere în funcțiune; tot atunci furnizorul efectuează instruirea specifica privind modul de utilizare a aparatului.

Materialele aprovizionate sunt cumparate centralizat pentru **toate** laboratoarele din ANPM; ele sunt verificate cantitativ de catre comisia de receptie (formata la nivelul ANPM), pe baza comenzii de aprovizionare şi pe baza Avizului de însoţire a mărfii şi/sau a Facturii fiscale, iar calitativ pe baza certificatului de conformitate/calitate emis de furnizor.
In comisia de receptie a **materialelor** sunt reprezentanti ai DBFA si ai laboratoarelor care au solicitat materialele; acestia verifica existenta :

- declaratiei de conformitate sau certificatului de calitate pentru reactivi
- buletinului de analiza pentru substantele de referinta si etaloane;
- existenta etichetelor cu inscrierea compozitiei si a termenului de valabilitate;
- pentru substantelor de referinta certificate si etalonare – certificate cu mentionarea trasabilitatii acestora;
- cantitatea solicitata.
- termen de valabilitate

Verificarea produselor aprovizionate este înregistrată de către Comisia de recepţie într-un proces verbal; PV se pastreaza la DBFA, care pune la dispozitia laboratoarelor cate o copie a acestuia. În cazul în care produsele aprovizionate corespund specificaţiilor si dupa impartirea materialelor pe fiecare laborator, (in functie de ceea ce au solicitat prin referatele de necesitate), RM le primeste în magazie, le depozitează şi le înregistrează în fişa de magazie.
În cazul în care produsele aprovizionate nu corespund calitativ, RM asigură depozitarea separată a acestora şi marcarea cu o etichetă având menţiunea: "NECONFORM" pană când se returnează furnizorului.
Serviciile aprovizionate (reparaţii, întreţinere, verificări metrologice/ etalonări etc.) sunt recepţionate de către persoanele care le-au solicitat prin verificarea corectitudinii executării acestora de către furnizor, conform specificaţiilor cuprinse în condiţiile prestabilite, conform comenzii / contractului.
În cazul în care serviciul este executat corespunzător persoanele care îl recepţionează îl acceptă prin semnarea Facturii fiscale.
Dacă s-au depistat neconformităţi la primirea produselor/serviciilor aprovizionate, se întocmeşte raport de neconformitate şi se propun acţiuni corective.

6.5. Depozitarea reactivilor, etaloanelor, materialelor de referinta si a celorlalte

Materialele consumabile, reactivii, substantele de referinta si etaloanele sunt manipulate si depozitate in magazia de reactivi si materiale consumabile, in conformitate cu normele de protectia muncii si normelor PSI si pentru asigurarea împotriva riscurilor de mediu. Accesul la dulapurile de reactivi se face numai de către gestionarul din laborator.

Depozitarea produselor aprovizionate se efectuează cu respectarea următoarelor precizări:

- produsele aprovizionate se depozitează pe rafturi, separat, în funcţie de natura produselor
- evidenţa produselor se menţine în baza Fişelor de magazie şi a NIR;
- anual se verifică stocurile şi integritatea produselor depozitate; stocurile se notifică în fişele de magazie. Inventarierea produselor deteriorate se efectuează în cadrul unui proces verbal, atunci când este cazul. Eliminarea produselor deteriorate (reactivi, solvenţi etc.) se realizează de către o firmă specializată în acest gen de activitate, cu care ANPM are încheiat un contract de prestări servicii.

Reguli de depozitare:

Pentru reactivii din clasa substantelor periculoase/precursori

- se vor păstra în ambalajele originale sau în vase etanşe inerte la reactivii pe care-i conţin (sticlă, metal, etc.);
- cantităţile mari se păstrează în magazie având ambalajul original;
- cantităţile mici se vor păstra în nişe ventilate corespunzător (vasele vor avea etichete de avertizare);

Pentru reactivii caustici şi corozivi

- cantităţile mari de reactivi caustici şi corozivi se păstrează în dulapuri de reactivi, în vase din metal sau sticlă. În laborator se păstrează numai cantităţile necesare pentru scopuri imediate, în flacoane depozitate în dulapuri metalice;
- acizii se păstrează în flacoane de sticlă cu dop rodat, iar hidroxizii în flacoane cu dop de cauciuc;

Pentru reactivii inflamabili

- în laborator se păstrează numai cantităţile strict necesare de lichide inflamabile pentru lucrările din ziua respectivă. Rezerva de lichide se păstrează într-o încăpere special amenajată;
- lichidele inflamabile se păstrează, de regulă, în flacoane de un litru;
- sticlele în care se păstrează lichide inflamabile nu trebuie umplute complet. Se va lăsa un spaţiu de dilatare de aproximativ 10 % din volumul sticlei;
- în apropierea aparatelor care lucrează cu gaze combustibile este interzisă păstrarea sticlelor şi a vaselor al căror conţinut ar putea de naştere la vapori inflamabili sau explozivi.

Evidenta materialelor consumabile, reactivilor, substantelor de referinta si etaloanelor se tine pe fise de magazie, model tipizat, care sunt operate de RM. Utilizarea se face în ordinea vechimii. La utilizare se deschide un singur ambalaj.
RM înregistrează reactivii, sticlaria si consumabilele aprovizionate în fişele de magazie si in Formularul de evidenţă substanţe chimice, cod FL-4.6-01, conform Anexei 5. RM face inventarul reactivilor şi actualizează lista trimestrial.
Reactivii ce afecteaza calitatea rezultatelor sunt verificati inainte de utilizare conform Procedurilor specifice de incercare.
Materialele de referinţă certificate şi etaloanele sunt depozitate intr-un dulap separat, cu cheie si gestionate în condiţiile prevăzute în instrucţiunile de depozitare şi utilizare ale acestora.

Materialele de referinta certificate, etaloanele si reactivii pentru care sunt prescrise anumite temperaturi de pastrare/conservare vor fi depozitate in frigidere, cu identificarea exacta a acestora, prin intocmirea unui document necodificat – Lista de MRC, etaloane, reactivi .
Lista va cuprinde: denumirea, conditiile speciale, dupa caz (ex.congelare) si timpul maxim de pastrare/conservare. Lista va fi afisata pe usa echipamentului frigorific. Inlocuirea acesteia nu se face prin distrugere, ci se va indosaria pe o perioada de 1 an.

Regimul de depozitare si traseul de consum al reactivilor cu regim de precursori in laborator este controlat, conform OUG 121/2006.
La nivelul DNRL este numit un responsabil cu gestionarea precursorilor. Evidenta consumului se tine in Registrul pentru evidenta miscarii zilnice a precursorilor la operatori cod RL-4.6-01.
Evidenţa consumului reactivilor se menţine în Caietele de reactivi în care se precizează:

-denumirea produsului/caracteristica
-cantitatea eliberată şi semnătura persoanei care primeşte reactivul

-analiza pentru care se foloseşte.

Cu evidența tuturor reactivilor din laborator răspunde RM care informează ŞL despre intrările/ieşirile/stocurile de substanțe, pe categorii.

7. RESPONSABILITATI

7.1 Directorul DLNR si Directorul general DGMSC

- aprobă notele cu necesarul de echipamente şi reactivi
- aproba referatele de necesitate;

7.2. Presedinte ANPM si Directorul DBFA

- aproba referatul de necesitate;
- aproba procesul verbal de optiune pentru oferte, pentru procedura de achizitie prin licitatie/cerere de oferte
- aproba comanda/contractul de aprovizionare
- aproba caietul de sarcini pentru derularea procedurilor de licitatie/cerere de oferta

7.3. Directia DBFA

- urmareste derularea comenzilor/contractelor de aprovizionare
- aproba comanda de aprovizionare si odirijeaza catre furnizor

7.4. Seful de laborator

- intocmeste necesarul pentru reactivi, materiale de referinta certificate, echipamente etc;
-trimite necesarul spre aprobare Directorului DLNR si Directorului DGMSC.
-evalueaza, impreuna cu responsabilii de incercare, furnizorii pe baza fisei de evaluare furnizori
-intocmeste lista furnizorilor acceptati la nivel de Laborator.
-intocmeste specificatiile tehnice minime din caietul de sarcini pentru procedura de achizitie prin cerere de oferta sau licitatie.
- participa la receptia echipamentului de masurare si/sau analiza;
- participa la receptia reactivilor, materialelor consumabile, substantelor de referinta si substante etalon
- coordonează depozitarea echipamentelor şi reactivilor cu respectarea tuturor reglementărilor sau legilor

7.5. Responsabil de magazie

-receptioneaza reactivii si inregistreaza in registrul eveidenta reactivi
-intocmeste fisa de magazie

7.6 Responsabilul cu evidenta precursorilor

- înregistrează şi depozitează precursorii analizele de verificare a calității reactivilor chimici
-tine evidenta consumului de precursori

8. INREGISTRARI

Nr. crt.	Denumirea inregistrarii	Suport	Completeaza	Timp de păstrare	Loc de păstrare
1.	Referat de necesitate pentru echipamente, aparatură,	Formular necodificat	ŞL	5 ani	Laborator aer, cam13

	reactivi, MRC, sticlarie, consumabile	Hârtie			
2.	Fişa de magazie	Tipizat	RM	5 ani	Laborator aer, magazie
3.	Formular pentru evidență substanțe chimice	Registru Cod FL-4.6-01	RM		Laborator aer, cam 14
4.	Registru pentru evidența mişcării zilnice a precursorilor	Registru Cod RL-4.6-01	RM	4 ani	Laborator aer, cam14
5.	Caiet de consum pe analiza	Caiet Cod CL-4.6-01	RM, RA	2 ani	Laborator aer, cam.27
6.	Caiet evidenta cantariri	Caiet CL-4.6-02	RM, RA	2 ani	Laborator aer, cam.25
7.	Fisa de evaluare a furnizorului	cod FL-4.6-02	ŞL	1 an	Laborator aer, cam13
8.	Lista potentialilor furnizori	FL-4.6-03	ŞL	1 an	Laborator aer, cam13
9.	Lista furnizorilor acceptati	Formular cod FL-4.6-04	ŞL, RC	1 an	Laborator aer, cam13

ANEXE

Anexa 1 - Formular pentru evidența reactivilor, cod FL-4.6-01
Anexa 2- Registru pentru evidența mişcării zilnice a precursorilor, cod RL-4.6-01
Anexa 3 – Model Fisa pentru evaluarea furnizorilor, cod FL-4.6-02
Anexa 4 – Lista furnizorilor acceptați, cod FL-4.6-04

ANEXA 1

MODEL FORMULAR DE EVIDENȚA SUBSTANȚE CHIMICE

Nr. crt.	Denumire / formula chimica	Firma producătoare	Cantitate per recipient	Buc. recip.	Nr.lot	Cantitate stoc la data de...	Data intrarii şi expirării	Etichetare

Cod FL-4.6-01
Ediția 1 /data
Revizia 0 / data

ANEXA 2

MODEL REGISTRUL PENTRU EVIDENTA MISCARII ZILNICE A PRECURSORILOR LA OPERATORI (OUG 121/2006 SI OM/2008)

Data	Denumire precursor	Numărul document de intrare (NIR)	Cantitatea (UM=g,l)			Persoana care ridica precursorul / semnatura	Analiza pt care este luat precursorul	Responsa-bil precursori/ Semnatura
			Intrari	Iesiri	Sold			

Cod RL-4.6-01
Ediția 1 /data
Revizia 0 / data

ANEXA 3

MODEL FIŞĂ PENTRU EVALUAREA FURNIZORILOR

Denumire firmă:	Adresa :		
	Tel.: Fax.:		
	E-mail:		
	Persoana de contact : Functia :		
Nr. crt.	Criterii de evaluare	Punctaj maxim	Punctaj obținut
1.	Existența unui sistem al calității certificat (ISO 9001, 17025 sau altul)	5	
2.	Existența documentelor care să ateste calitatea produselor livrate: ➢ Reactivii sunt însoțiți la livrare de certificat de calitate şi declarație de conformitate ➢ Sticlăria calibrată este însoțită la livrare de certificat de calibare sau de verificare metrologică ➢ Echipamentele/aparatele de laborator au aprobare de model şi verificare metrologică inițială	5	
3.	Conditii de livrare avantajoase (termene de livrare, transport etc.)	5	
4.	Conditii de plata avantajoase (pret, termen, facilitati etc.)	5	
5.	Prestigiul firmei (cifra de afaceri, service, reprezentanțe, mod de prezentare)	5	
6.	Evaluarea reacției de răspuns la reclamatii si la alte solicitari	5	
7.	Respectare termene de livrare (întârzieri în livrări)	5	
8.	Evaluarea numarului şi structurii neconformitatilor şi reclamațiilor la receptie si in utilizare	5	
9.	Total:	40	
10.	Gradul de satisfacție pentru produsele care au fost furnizate anterior de către firmă	5	

EVALUATOR : Nume: Functia: Semnatura: Data: Data urmatoarei evaluari :	CONCLUZIA : se accepta / nu se accepta Punctajul se va acorda de la 0 la 5 unde: 5 înseamnă excelent, 4 – peste medie, 3 – mediu, 2 – sub medie, 1 – slab, 0 – inacceptabil Conditie de acceptare: punctajul obtinut pentru **fiecare** criteriu (inclusiv 10, pentru firmele cu care s-a mai colaborat) avut in vedere sa fie mai mare sau egal cu "3" (valoarea medie a scalei utilizate), punctajul total să fie mai mare de 50% din punctajul total.

Cod FL-4.6-02
Ediția 1 /data
Revizia 0 / data

ANEXA 4

MODEL LISTA FURNIZORILOR ACCEPTAȚI

Nr. Crt.	Furnizor	Produsul/Serviciul furnizat
1.	E-Laborator S.R.L Bucuresti, P.L: Str. Energeticienilor nr.13-15, Sect. 3, fax : 021-346.45.31	Reactivi, sticlarie
2.	Chimexim S.A Bucuresti B-dul Regina Elisabeta 7-9, sector 3, Bucureşti, Tel./fax: 021-315.51.77, 310.02.11	Reactivi

Şef laborator,
Director DLNR

Cod FL-4.6-04
Ediția 1 /data
Revizia 0 / data

ANPM Bucuresti DLNR Laboratorul Național de Referință Aer	**LISTA FURNIZORILOR POTENȚIALI PENTRU MATERIALE/ECHIPAMENTE/ SERVICII**

2. 購買業者リスト

Nr. Crt.	Furnizor	Produsul/Serviciul furnizat
1.	E-Laborator S.R.L Bucuresti, P.L: Str. Energeticienilor nr.13-15, Sect. 3, fax : 021-346.45.31	Reactivi, sticlarie
2.	Chimexim S.A Bucuresti, B-dul Regina Elisabeta 7-9, sector 3, Bucureşti, Tel./fax: 021-315.51.77, 310.02.11	reactivi
3.	Multilab SRL, Str. Latina nr.18, sect.2, Bucuresti Fax: 021-323.33.31	Sticlarie, materiale, reactivi
4.	Dacchim SRL, Bd. Camil Ressu nr.1, sector 3, Bucuresti, Tel/fax: 021-344.06.06, 021-345.00.91	Reactivi, sticlarie, materiale
5.	EMSAR S.R.L., Sos Mihai Bravu Nr. 42-62, Bl. P8, SC2. Ap. 47, sect. 2, Bucuresti Tel/fax: 031-101.31.82, 031-101.31.84	Reactivi, sticlarie, materiale
6.	ABL&JASCO Romania, Cluj-Napoca, Str. Republicii 109 Tel/fax: 0264-594 286 PL Bucuresti: 021-220.14.03; www.ablelab.com	Reactivi, sticlărie si echipamente de laborator
7.	Euritmic Grup S.A Bucureşti Bd.Regiei nr.6D etaj 2 sect, 6 tel/fax: 021-3167.73.52, 021-316.62.79, www.euritmicgrup.ro	Mobilier de laborator, sticlarie, materiale, echipamente
8.	Analitic Laboratory S.R.L Bucureşti Sos. Pantelimon Nr. 223, Bl.200, Sc.A, Et.5, Ap. 11 Tel/fax: 021 250 10 70, www.analiticlaboratory.ro	Reactivi, sticlărie si echipamente de laborator
9.	WATT Laboratory Solutions, Craiova, str. Libertatii nr.14 Fax: 0251-598.508, www.watt.ro	Reactivi, sticlărie si echipamente de laborator
10	S.I.E.R.A S.R.L, Bucureşti, Bd. G-ral. Berthelot nr. 84, ap. 2, fax:021-316.46.76	reactivi
11	Tunic Prod Bucureşti Bucureşti, Calea Călăraşilor nr. 139, sectorul 3, fax: 021/322.56.72, 021/322.15.16	Reactivi, colectare, transport si neutralizare desuri si reziduuri chimice
12	Eurotrans Chem Services Calea Calarasilor nr.139, Bucuresti, sect.3, tel/fax: 021/3235333, 021/3221516	Colectare, transport si neutralizare deseuri si reziduuri chimice
13	S.C REDOXLAB S.R.L Bucureşti, str. Liviu Rebreanu nr. 9A, bl. 50A, et. 3, ap. 13, sectorul 3, FAX: 021-323.52.06	Sticlărie, reactivi
14	NITECH SRL, Bd. Bucurestii Noi nr.212A, sect.1, Bucuresti, fax: 021-668.69.30	Mobilier, aparatura, sticlarie
15	Novachim Trading Ltd, Bucuresti Av. Jean Texier, 18, Sector1, Tel. : 021-230.46.50	Reactivi, sticlărie si echipamente de laborator
16	Analytik Jena S.R.L Bucureşti Str. Aviator Vasile Fuica nr. 26,	Reactivi, sticlărie si echipamente de laborator
17	Chimopar SA, Bucuresti, bd. Theodor Pallady nr.50, sect.3, fax:021-345.22.90, 021-345.49.14, 021-345.10.37	reactivi

18	MERCK Romania, Calea Plevnei nr.53 Et.6, Bucuresti, sector 1 tel/0213198850, fax: 0213198848	Reactivi , materiale de referinta
19	Ronexprim S.R.L Bucureşti, Str. Cotiturii nr.5, Bucureşti, sect.1, fax:021-313.62.44, www.ronexprim.ro	Materiale de referinta, sticlărie si echipamente de laborator, service
20	Romtech S.R.L Bucureşti, B-dul Burebista nr.1, Bl. D15/28 Tel/Fax: 021 3272294, www.romtech.ro	Reactivi, sticlărie si echipamente de laborator
21	Sepadin S.R.L Bucureşti, Str.Badea Cartan nr.67 bloc 37 A etj.3 ap.12 sector 2 tel 212110795, www.sepadin.ro	Reactivi, sticlărie si echipamente de laborator
22	Biobit SRL, Bucuresti, Calea Victoriei 142-146, fax: 021- 307.94.44	Echipamente, materiale, service echipamente
23	Orion Europe SRL, Bucuresti, STR.Popa Lazar nr.6, fax: 021-252.28.78	Echipamente, servicii
24	Cromatec SRL, Bucuresti, Sos.Cotroceni nr.18, ap.4,sector 6, FAX: 021-3162876	Echipamente, materiale, servicii
25	AGILROM SRL, Bucuresti, sos. Pipera Tunari 1H, fax: 021-269.12.99, www.agilrom.ro	Echipamente, MRC, servicii
26	Viola S.R.L Bucureşti, Str. Sg. Boghiu Constantin, nr. 12B, Sect. 1, Tel/Fax: 021.233.23.39 /40 /41	Reactivi, sticlărie si echipamente de laborator
27	Donau Lab SRL, Bucuresti, Str.Turnu Magurele nr.270 D tel:213107564, Fax:021-3107563	Aparatura de laborator, service
28	TehnoInstrument IMPEX SRL, str.Laboratorului nr.31B Ploiesti, Tel/344401400, 3444014011	Aparatura de laborator
29	S.C Linde Gas Romania SRL	Butelii cu diferite gaze, MRC
30	SIAD, Str. Drumul Osiei, Nr. 75-79, sect. 6, Bucuresti, tel. 021/3103658, fax: 021/3149806	Butelii cu diferite gaze, MRC
31	Biroul Roman de Metrologie Legala Bucureşti Sos. Vitan Barzesti 11, Sector 4, 042122, Bucuresti, Romania 021 332 09 54	Verificari metrologice si etalonari
32	SC GIVAROLI IMPEX SRL, Bucuresti, str. Mehadia nr. 39, sect.6, fax:021-221.02.29	scheme de intercalibrare
33	RENAR, Bucureşti, str. Plugarilor nr. 18, Sector 4, cod poştal 040443, tel. 021/402.04.70, 021/402.04.71 021/402.04.89	Asociația de Acreditare din România
34	Prisma, Str Costache Veniamin, Nr. 4, Ploiesti, 0244/594645	Consultanta in vederea acreditarii

3. 在庫管理台帳（AAS機器関連）

Denumire echipament
AAS

Nr.crt	Piesa	Stoc	Data	Intocmit	Stoc	Data	Intocmit
1	RS 232 LOOP BACK	1 buc	11.07.2008	Serban			
2	REDUCING RING 9423 393 80071	1 buc	11.07.2008	Serban			
3	Fuses 1 A 2422 086 01114	1 buc	11.07.2008	Serban			
4	Fuses 32 A 4013 229 06281	1 buc	11.07.2008	Serban			
5	Filter Disc 4201 229 00071	1 buc	11.07.2008	Serban			
6	0 Ring 4201 229 00061	1 buc	11.07.2008	Serban			
7	0 Ring 4201 229 00051	1 buc	11.07.2008	Serban			
8	Plug Covers 4013 228 46281	2 buc	11.07.2008	Serban			
9	Nylon Tub 0822 108 15009	2 buc	11.07.2008	Serban			
10	Hose Briad GRN 0813 119 00017	1 buc	11.07.2008	Serban			
11	Hose Braid 0813 119 00016	1 buc	11.07.2008	Serban			
12	Tygon Tubing 1,6 mm 4205 228 00031	1 buc	11.07.2008	Serban			
13	Sample Uptake Tube 4205 228 00171	1 buc	11.07.2008	Serban			
14	Connnection Tubing 4205 228 00191	1 buc	11.07.2008	Serban			
15	GLS Top to Cell 4013 228 41611	1 buc	11.07.2008	Serban			
16	Membrane 9423 460 10021	1 plic	11.07.2008	Serban			
17	Fuse 20 mm, 8 A Antisurge	2 buc	11.07.2008	Serban			
18	Fuse 20 mm, 5 A Antisurge	1 buc	11.07.2008	Serban			
19	Fuse 1.25, 1 A	1buc	11.07.2008	Serban			
20	Membrane PE-LD 9423460/002	1 plic	11.07.2008	Serban			
21	ZPTFE-PVC Pump Tubes Set yellow 0.51	10 buc	11.07.2008	Serban			
22	zPTFE-PVC Pump Tubes Set Black 0.76	15 buc	11.07.2008	Serban			
23	ZPTFE-PVC-PUMP Tubes Set green 1.85	11 buc	11.07.2008	Serban			
24	ZPTFE-PVC-PUMP Tubes Set white 3.18	10 buc	11.07.2008	Serban			
25	Mercury Cell 9423168 05641	1 buc	11.07.2008	Serban			
26	Mount T Cell 4202 172 00501	1 buc	11.07.2008	Serban			
27	Hg Cell Holder 4202 172 00501	1 buc	11.07.2008	Serban			
28	T Cell 9423 390 60 101	1 buc	11.07.2008	Serban			
29	Lampa Pb	2 buc	11.07.2008	Serban			
30	Lampa Co	1 buc	11.07.2008	Serban			
31	Lampa Ca	1 buc	11.07.2008	Serban			
32	Lampa Na	1 buc	11.07.2008	Serban			
33	Lampa K	1 buc	11.07.2008	Serban			
34	Lampa Cd	1 buc	11.07.2008	Serban			
35	Lampa Mg	1 buc	11.07.2008	Serban			
36	Lampa Cr	1 buc	11.07.2008	Serban			
37	Lampa As	1 buc	11.07.2008	Serban			
38	Filtre quartz	15 buc	11.07.2008	Serban			
39	ASX-520 BAG 4	1 buc	11.07.2008	Serban			
40	PE Tube 0.38 ID 0813 011 98107	1 buc	11.07.2008	Serban			
41	PE Tube 0.50 ID 0813 011 98104	1buc	11.07.2008	Serban			
42	Fitting for 1.6 mm OD tubing	1 buc	11.07.2008	Serban			
43	Tubing 0.5 mm IDX1.5MM OD	1 buc	11.07.2008	Serban			
44	TubingPTFE 1.6mmIDX3.2MM OD	2 buc	11.07.2008	Serban			
45	Nut Finger 10-32	2 buc	11.07.2008	Serban			
46	Hose Clip 15-19 2513 706 13606	1 buc	11.07.2008	Serban			
47	House clip 10-14	1 buc	11.07.2008	Serban			
48	Stop End 4013 228 36581	1 buc	11.07.2008	Serban			
49	Stop End-oxidant 4013 228 36581	1 buc	11.07.2008	Serban			
50	Alumina Disc 4013 164 13841	1 buc	11.07.2008	Serban			

Nr.crt	Piesa	Stoc	Data	Intocmit	Stoc	Data	Intocmit
51	Graphit Cuvettes	5 cutii	11.07.2008	Serban			
52	Con cu cheie	1 buc	11.07.2008	Serban			
53	Accesoriu pt fereastra	1 buc	11.07.2008	Serban			
54	Oglinda reglabila	1 buc	11.07.2008	Serban			
55	Betisoare de sters praful	1 buc	11.07.2008	Serban			
56	Placa din plastic cu betisor reglare cuptor	1 buc	11.07.2008	Serban			
57	Chei negre pt reglaj in interiorul cuptorului	2 buc	11.07.2008	Serban			
58	Penseta din plastic	1 buc	11.07.2008	Serban			
59	Cheie neagra - inbus cu miner	1 buc	11.07.2008	Serban			
60	Oglinda	1 buc	11.07.2008	Serban			
61	Ace pt desfundat capilarul	1 cutie	11.07.2008	Serban			
62	Etichete avertizoare pt aparat	1 plic	11.07.2008	Serban			

3. 在庫管理台帳(GC機器関連)

Denumire echipament

Nr.cr	Piesa		Stoc	Data	Intocmit	Cutie	Stoc	Data	Intocmit
	Denumirea	Cod piesa							
1	Cap1/4and PTFE ferrule ,brass pk20	C-CF020	4 cutii	11.07.2008	Popescu	1			
2	pk10 St difflock caps with silcosteel	C-DLS10	6		Popescu	1			
3	Pk 10 St 3 Tubes 3 bed universal sorbent	C-UN010	2		Popescu	1			
4	Blue screw caps PTFE/red silicone septa	5185-5820	1		Popescu				
5	Screw cap vial ,clear 100/Pk	5182-0714	5 /stativ		Popescu				
6	3M PEEk tubing 1/16	Z-0108	1		Popescu	2			
7	Replacement Tube Oven Cover	UTD-1155	1		Popescu	2			
8	O ring size 007 10 pk	Z-0537	1/8 buc		Popescu	2			
9	Cold Trap General Purpose Graph	U-T11GPC	1		Popescu	2			
10	FRLE-GRP/VSP tube 1/16 *4m	178509	1		Popescu	2			
11	FRLE-SS1/16 TUBE	112433	1		Popescu	2			
12	O ring PID LAMP	231084	1		Popescu	2			
13	.5a fuse	115469	1		Popescu	2			
14	FRLE -GRP 1/8 *1/16 TUBE	165929	1		Popescu	2			
15	SCR M4 * *MM	169963	1		Popescu	2			
16	Ty -rap	114430	1		Popescu	2			
17	FRLE GRP/VSP 1/16 5mm TUBE	0l178491	1		Popescu	2			
18	FTNG-NUT SS	169640	1		Popescu	2			
19	KIT-Start-UP 4430HP6890	252304	1		Popescu	2			
20	Sieve	UTD-5093	1		Popescu	2			
21	FRLE GRP/VSP 1/16 8M	178483	1		Popescu	2			
22	Ferrule 1/16 Graph Ves	2xZ-0283	1		Popescu	2			
23	Ferrule 1/18 Graph Vesp	Z-0402	1		Popescu	2			
24	Disc Sintered PTFE 5.1mm (10pk)	2xUTD-1050	1/ 1.buc		Popescu	2			
25	O ring size 010	Z-0539	1/6buc		Popescu	2			
26	Flame Ionization Detector Sample	18710-60170	1		Popescu	3			
27	Colum adaptor	189225-01	1		Popescu	3			
28	Drain Filter Kit MW	710040028	1		Popescu	3			
29	Picioare NPL	53495	1/4 buc		Popescu	3			
30	Extreme 10 PCl Peripheral Controller	2S-1P Ei0-2S1P	1		Popescu	3			
31	Big universal Trap 1/8 fttg Hydrogen	RMSHY-2	1		Popescu				
32	Big universal Trap 1/8 fttg Nitogen	RMSN-2	1		Popescu				
33	Modul Sirius	RM051663/R	1		Popescu				
34	Washer 1/4 "x2"	1xZ-0449	1		Popescu	3			
35	Main cable	Z-0024			Popescu				
36	FID flow measuring insert	19301-60660	1		Popescu				
37	Cablu Internet	8121-0940	1		Popescu				
38	Cablu USB		1		Popescu				
39	Ferrule 0.5 mm ID Graphite 10pk	5080-8853	1		Popescu				
40	1/8" x1/4 brass tubing connector	0100-0118	1		Popescu				
41	Furtun		1.30 m		Popescu				
42	Screw cap vials, clear 100 pk	5182-0714	24-Jan		Popescu				
43	Turret ,High Density G2913A	G2913-60630	1		Popescu	3			
44	Sample pack -Autosampler vials caps	5182-0862	1		Popescu				
45	vial Kit	07673-80090	2 fiole		Popescu				
46	Mercury Thermometer 0-400 degree		1		Popescu				
47	Thermometer case		1		Popescu				
48	Teflon pipe 6 mm		2		Popescu				
49	Teflon pipe 1/8 inch		8		Popescu				
50	Seal tape 10 m		5		Popescu				
51	Copper tubing 2.5 m		1		Popescu				
52	Reducer		1		Popescu				
53	Union		2		Popescu				
54	Nut 1/8		7		Popescu				
55	Back front ferrule 1/8		20		Popescu				
56	Ball valve		1		Popescu				
57	Mini tube cutter		1		Popescu				

58	Tube cutter blade		1		Popescu				
59	Open end spanner 1/2 and 9/16		1		Popescu				
60	Open end spanner 7/16 and 1/2		1		Popescu				
61	Monkey wrench		1		Popescu				
62	Hex rod wrench		1		Popescu				
63	NPT 1/4-1/8 connector	B-200-1-4	1		Popescu				
64	Ferrule 1/4 inch nylon	NY-400-SET	3		Popescu				
65	Plug 1/8	B-200-P	2		Popescu				
66	Ferrule 1/8 inch nylon	NY-200-SET	3		Popescu				
67	6 mm ferrule set Brass	B-6MO-SET	3		Popescu				
68	Union Torr Elbow 1/4 inch	SS-4-UT-9	1		Popescu				
69	0 ring 1/4 inch	VT-7-OR-010	10		Popescu				
70	Union T 1/8 inch	B-200-3	2		Popescu				
71	Ceramic wafer colum cutter 4/pk		4		Popescu				
72	Capillary Column Graphite Ferrule 10pk		10		Popescu				
73	Quarts deactivated colum connector 5/pk		5		Popescu				
74	Colum nut 2/pk		2		Popescu				
75	FID cleanning kit		1		Popescu				
76	Flow meter 0.5-500 ml/min		1		Popescu				
77	Syringe 15 ul fixed needle autoinjector, teflon		1		Popescu				
78	Syringe 10 ul fixed needle autoinjector, teflon		2		Popescu				
79	Gas Tight Syringe 1 ul fixed needle , teflon -tipped plunjer		1		Popescu				
80	Gas Tight Syringe 10 ul fixed needle , teflon -tipped plunjer		4		Popescu				
81	Gas Tight Syringe 100 ul fixed needle , teflon -tipped plunjer		3		Popescu				
82	Gas Tight Syringe 500 ul fixed needle , teflon -tipped plunje		1		Popescu				
83	General laboratory tool kit		1		Popescu				
84	DB 35 ms		1		Popescu				
85	DB 5 ms		2		Popescu				
86	DB1ms		2		Popescu				
87	GC-GASPRO	113-4332	1		Popescu				

3. 在庫管理台帳(IC機器関連)

Denumire echipament ION - CROMATOGRAF

RESPONSABIL - Alina ILIE

Nr.crt	Piesa	Stoc (BUC)	Data	Intocmit	Stoc	Data	Intocmit
1	6.1006.430 - COLOANA	2(1-JICA)	11.07.08	Alina ILIE			
2	6.1006.500 - PRECOLOANA	1	11.07.08	Alina ILIE			
3	6.1834.010 - TUB ASPIRARE	1	11.07.08	Alina ILIE			
4	6.2134.100 - CLEME	3	11.07.08	Alina ILIE			
5	6.2821110 - FILTRE PENTRU SISTEM PEEK	20	11.07.08	Alina ILIE			
6	6.2821.090 - FILTRE ASPIRARE	12	11.07.08	Alina ILIE			
7	6.2617.010 - SISTEM DESURUBARE	1	11.07.08	Alina ILIE			
8	6.2621.100 - CHEIE	1	11.07.08	Alina ILIE			
9	6.2621.060 - CHEIE	1	11.07.08	Alina ILIE			
10	6.2621.030 CHEIE	1	11.07.08	Alina ILIE			
11	6.2744.010 - CONECTOR PEEAK	8	11.07.08	Alina ILIE			
12	6.2821.130 - FILTRE PEEK	23	11.07.08	Alina ILIE			
13	6.2744.020 - CONECTORI	1	11.07.08	Alina ILIE			
14	6.1826040 - TUBURI TYGON0 0.8 MM (POMPA AS)	11	11.07.08	Alina ILIE			
15	6.1602.160 - CAPAC	1	11.07.08	Alina ILIE			
16	6.2621.000 - CHEIE	1	11.07.08	Alina ILIE			

ECHIPAMENTE RADIELLO (MAGAZIE)

Nr.crt	Echipament	Stoc	Data	Intocmit	Stoc	Data	Intocmit
1	CORP DE DIFUZIE COD - 120	+140(JICA) B	11.07.08	Alina ILIE			
2	SUPORTURI TUB COD - 121	500 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
3	CLEME PENTRU SUPORTURI	500 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
4	CARTUS ADSORBANT COD - 166	20 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
5	FILTRE NYLON 0.45µm	450 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
6	SERINGI 5 ML	90 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
7	PANOURI ADAPOST	56 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
8	CURELE ADAPOST	41 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
9	BARE DE SUSTINERE ROTUNDE	32 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
10	BARE DE SUSTINERE DREPTUNGHIULARE	40 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
11	DOPURI PENTRU VIAL-URI	9 PUNGI	11.07.08	Alina ILIE			
12	VIAL-URI	12 PUNGI	11.07.08	Alina ILIE			

ECHIPAMENTE RADIELLO (SALA 27)

Nr.crt	Echipament	Stoc	Data	Intocmit	Stoc	Data	Intocmit
1	FILTRE NYLON 0.45µm	179 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
2	SERINGI 5 ML	39 BUC	11.07.08	Alina ILIE			
3	VIAL-URI	4 PUNGI	11.07.08	Alina ILIE			

Laborator calibrare analizoare

3. 在庫管理台帳（校正器関連）

Nr.crt	Piesa	Stoc	Data	Intocmit	Stoc	Data	Intocmit
1.	Filtre din fibra de sticla	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
2.	Rezistenta pt CO 98300061c	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
3.	Rezistenta pt NO_X	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
4.	Lampa pentru UNITEC LS-PM_{10}	2	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
5.	O-rings pentru probe LS-PM_{10}	4	1.08.2008	V.Balaceanu	4	1.10.2008	V.Balaceanu
6.	Filtre KG 1 pentru LS-PM_{10}	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
7.	Cap de aspiratie LS-PM_{10}	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
8.	Kituri pompa FOX LS-PM_{10}	3	1.08.2008	V.Balaceanu	3	1.10.2008	V.Balaceanu
9.	Kituri pompa BTEX	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
10.	Filtre optice pentru NO_X 98410012	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
11.	O-rings pentru filtre sinterizate pentru O_3-NO_X	26	1.08.2008	V.Balaceanu	26	1.10.2008	V.Balaceanu
12.	Racorduri pentru NO_x	40	1.08.2008	V.Balaceanu	40	1.10.2008	V.Balaceanu
13.	Pompa de vacuum Thomas pentru NO_X-SO_2-CO-O_3	7	1.08.2008	V.Balaceanu	7	1.10.2008	V.Balaceanu
14.	Reductor de presiune SIAD pentru amestecul de azot	18	1.08.2008	V.Balaceanu	18	1.10.2008	V.Balaceanu
15.	Filtre din fibre de cuart MILLIPORE pentru TCR TECORA (PM_{10})	1900	1.08.2008	V.Balaceanu	1900	1.10.2008	V.Balaceanu
16.	Ventilator pentru probe	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
17.	Ventilator pentru statie	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
18.	Termoregulator pentru statie	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
19.	Rezistenta pentru probe	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
20.	Siguranta automata de 20 A	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
21.	Convertor NO_2-NO_X	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
22.	Deumidificator	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
23.	Rezistenta pentru SO_2 98500039C	3	1.08.2008	V.Balaceanu	3	1.10.2008	V.Balaceanu
24.	Kit pentru pompa Thomas	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
25.	Lampa UV 90-0069-05 pentru SO_2	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
26.	Electrovalva pentru BTEX model 6014	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
27.	Electrovalva pentru BTEX model 6013	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
28.	Relee input 230 Vac output 5V/+-1.5 Vac	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
29.	Senzor pentru umiditate	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
30.	Sursa IR pentru CO	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
31.	Lampa PID pentru BTEX	1	1.08.2008	V.Balaceanu	0	1.10.2008	V.Balaceanu
32.	Tub cu TENAX pentru BTEX	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
33.	Termocuplu pentru generator de aer zero NTC	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
34.	Convertor pentru generator de aer zero	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
35.	Rezistenta pentru generator de aer zero	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
36.	Termocuplu pentru generator de aer zero NOK 151-237	4	1.08.2008	V.Balaceanu	4	1.10.2008	V.Balaceanu
37.	Placa cu circuite integrate pentru pentru generator de aer zero	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
38.	Placa lamp driver pentru NO_x	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
39.	Neon	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
40.	Silicagel pentru PMT	20	1.08.2008	V.Balaceanu	20	1.10.2008	V.Balaceanu
41.	Moto chopper pentru CO	1	1.08.2008	V.Balaceanu	1	1.10.2008	V.Balaceanu
42.	Scrubber convertor pentru CO	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
43.	Scrubber O_3	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
44.	O-rings pentru O_3	5	1.08.2008	V.Balaceanu	5	1.10.2008	V.Balaceanu
45.	Lampa UV pentru O_3	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu
46.	Valva manifold pentru monitoare	2	1.08.2008	V.Balaceanu	2	1.10.2008	V.Balaceanu

ANPM Bucuresti DLNR Laboratorul Național de Referință Aer	**EVIDENȚĂ SUBSTANȚE CHIMICE** **4. 試薬台帳**

Nr. crt.	Denumire / formula chimica	Firma producătoare	Cantitate per recipient	Buc. recip.	Nr.lot	Cantitate stoc 17.03	Data intrarii şi expirării	Etichetare
1.	Fosfat acid de potasiu K_2HPO_4	Merck Germania	1 Kg	1		1Kg	21/03/2006	R - S -
2.	Fosfat acid de sodiu Na_2HPO_4	Merck	500g	1		500g	21/03/2006 31.08.2010	R – S -
3.	Hidroxid de calciu si sodiu fulgi cu indicator	Merck	1Kg	1		1Kg	21/03/2006	Simbol;Xi R34 S26-36/37/39-45
4.	Hidroxid de sodiu NaOH	Merck	1Kg	1		1Kg	21/03/2006 31.12.2008	Simbol;C R 35 S26-37/39-45
5.	Sulfit de sodiu Na_2SO_3	Merck	500g	1		500g	21/03/2006	R - S -
6.	Sulfat de sodiu Na_2SO_4	Merck Acros org Fisher Scientific	500g 1 Kg 1 Kg	1 1 1		2500g	21/03/2006 30.06.2010	R – S -
7.	Carbonat de sodiu Na_2CO_3	Merck	500g	1		300g	21/03/2006 31.08.2010	Simbol;Xi R 36 S 22-26
8.	Azotat de sodiu $NaNO_3$	Merck	500g	1		500g	21/03/2006	Simbol; O Xn R 8-22-36 S22-24-41
9.	Azotat de amoniu NH_4NO_3	Merck	500g	1		500g	21/03/2006	Simbol;O R 8-9 S15-16-41
10.	Azotat de magneziu $Mg(NO_3)_2\,6H_20$	Merck	500g	1		450g	21/03/2006	Simbol;O R 8 S 24/25

11.	Clorură de sodiu NaCl	Merck	1Kg	1		1Kg	15/06/2006	R – S -
12.	Bromură de sodiu $NaBrO_3$	Merck	250g	1		250g	21-03-2006	Simbol;O,Xn R9-22-36/38 S22-26
13.	Matrice de azotat de paladiu in acid azotic	Merck	50ml 50 ml	1		90ml	15-06-2006	Simbol;C R34 S26-36/37/39-45
14.	Alcool metilic CH_3OH	Merck	2,5l	1		2,450l	21.03.2006 30.11.2008	SimbolF,T R11-23/24/25-39/23/24/25 S7-16-36/37-45
15.	Alcool etilic C_2H_5OH	S.C.Chimopar SA	1l	1		0,750l	28.02.2006 25.01.2009	Simbol;F R11 S7-16
16.	Bicromat de potasiu $K_2Cr_2O_7$	S.C.Chimopar SA	1Kg	1		0,995Kg	28.02.2006 24.08.2008	Simbol; T,N R49-46-21-25-26-37/38-41-43-50/53
17.	Acid clorhidric HCl	Merck	1l	1		0,750l	24.02.2006 28.02.2011	Simbol; C R 34-37 S 26-36/37/39-45
18.	Aldehidă formică CH_2O_2	Merck Scharlau	1l 1l	1		1,990l	27.03.2006	Simbol C,T R 23/24/25,34,43
19.	Benzen C_6H_6	Merck	1l	2		1,700l	21.03.2006	Simbol T,F R 45-46-11-36/38-48/23/24/25-65 S 53-45
20.	Apă oxigenată 30%	Merck	1l	4		3,500l	21.03.2006 28.02.2011	Simbol Xn R22-41 S 26-39
21.	Toluen $C_6H_5CH_3$	Merck Roth	1l 2,5	1 1		3,400l	21.03.2006 31.01.2009	Simbol F,Xn R 11-38-48/20-63-

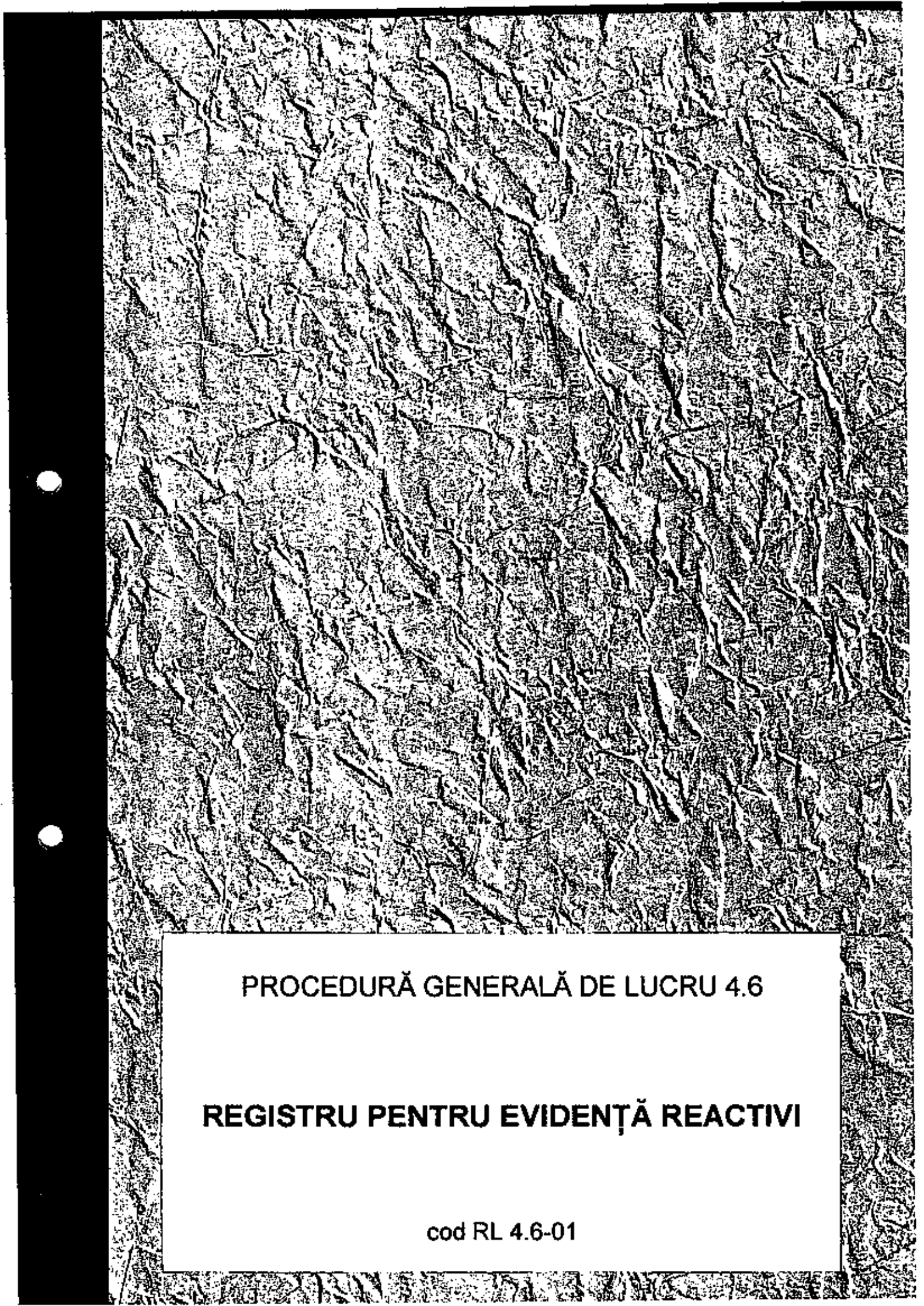
								65 S36/37-62-46
22.	Acid azotic HNO_3	Merck	1l	2		0,500l	21.03.2006	Simbol C R 35 S 23-26-36/37/39-45
23.	Acid sulfuric H_2SO_4	Merck	1l	2		1,700l	21.03.2006 31.12.2010	Simbol C R 35 S 26-30-45
24.	Acetonă C_3H_6O	Merck Scharlau	1l 2l	1 1		2,800l	21.03.2006 31.01.2009	Simbol F,Xi R 11-36-66-67 S 9-16-23-33
25.	Hipoclorit de sodiu cu clor activ 4-16%	Merck	2,5l			2,5l		Simbol C R 31-34 S 26-28-36/37/39-45-50
26.	Starch 1% indicator soluție de amidon în apă	Roth	500 ml	1 flacon		500ml	09.10.2007	
27.	Eter de petrol 30-50 extra pure,	Roth	1l	1		1l	09.10.2007	Simbol F+ R 11 S 9-16-29-33
28.	Acid cromotropic $C_{10}H_6Na_2S_2.2H_2O\cdot$	Scharlau	25 g	1 flacon		12g		
29.	Iodură de potasiu KI	Chimopar	1Kg	2		2Kg		R – S -
30.	Clorură de calciu $CaCl_2$	Chimopar	1Kg	4		3,200Kg		Simbol Xi R 36 S 22,24
31.	Fenol		0,250 Kg	1		0,250Kg		Simbol FCN R 11-20-34-43-

								50/53 S 16-26-29-33- 36/37/39-45-60-61
32.	Tiosulfat de sodiu $Na_2S_2O3+5H_2O$	Chimopar 1 fiola pt 1l	1Kg 1	1		0,975Kg 1 fiola		Simbol Xi R 36/38 S 26
33.	Clorură de amoniu NH_4Cl	Chimopar	1Kg	1		0,990Kg		Simbol Xn R 22-36 S 22
34.	Fenolftaleină Solutie hidroalcoolica	Chimopar	1L	1		1L		Simbol F,Xn R 11-40 S 7-16
35.	Iod Iodură de potasiu Solutie volumetrica 0,1N	Chimopar	1L	1		1L		R 36/37/38-42/43 S23-36/37-45
36.	Acetonitril CH_3CN	Scharlau	1L	1		0,500L		Simbol F,Xn R 11-20/21/22-36 S 16-36/37-46
37.	Acid ortofosforic85% H_3PO_4	Scharlau	1L	1		1L		Simbol C R 34 S 23,2-51-26- 36/37/39-45
38.	Sulfat de cadmiu $CdSO_4$	Acros Organics	100g	1		100g		Simbol T+,N R 45-46-60-61-25- 26-48/23/25-50/53 S 53-45-60-61
39.	Sulfat de sodiu Na_2SO_4	Fisher Scientific	1Kg	1		1Kg		R – S -
40.	Florisil MgO_3Si	Acros Organics	500g	1		500g		R – S 24/25
41.	Acid sulfamic 99+%	Acros Organics	100g	1		100g		Simbol Xi

	H_3NO_3S							R 36/38/-52/53 S 26-28A-61
42.	4 Piridin-carboxaldehidă,98%	Acros Organics	25g	1		25g		Simbol C R 20-34-43 S 26-36/37/39-45
43.	Borohidrura de sodiu		0,1Kg	1		0,1Kg		Simbol F,T R 24/25-35 S 14-26-36/37/39-45
44.	Soluție standard de mercur	Scharlau	100ml	1		100ml		Simbol C R 20/21/22-33-34 S 26-36/37/39-45
45.	Soluție standard de arsen 1000mg/l for AA	Scharlau	100ml	1		100ml		Simbol T,N R 45-36/38-50/53 S 53-26-37-45-61
46.	Soluție standard de nickel 1000mg/l for AA	Scharlau	100ml	1		100ml		Simbol Xi R 36/38-52/53 S 26-37-61
47.	Soluție standard de plumb 1000mg/l for AA	Scharlau	100ml	1		100ml		Simbol Xi R 36/38 S 26-37
48.	Soluție standard de cadmiu 1000mg/l for AA	Scharlau	100ml	1		100ml		Simbol Xn R 20/21/22-36/38-52 S 26-36/37-46
49.	Sulfură de sodiu $Na_2S\cdot\times H_2O$	Scharlau	500g	1		500g		Simbol C,N R 31-34-50 S 26-45-61
50.	Clorură ferică $FeCl_3\cdot 6H_2O$	Scharlau	500g	1		500g		Simbol Xn R 22-38-41 S 26-39-46

51.	Nitroanilină		50gl			50g		Simbol T R 23/24/25-52/53 S 36/37-45
52.	Propanol C_3H_8O	Scharlau	1l	1		1l		Simbol F,Xi R 11-36-67 S7-16-24/25-26
53.	Nitroprusiat de sodiu		25g	1		25g		Simbol T R 25 S 45
54.	Dimetil fenilen diamină		100g	1		100g		Simbol T R23/24/25 S45
55.	Carbonat acid de sodiu $NaHCO_3$	Merck	1 Kg	1		1 Kg	15.06.2006 31.08.2010	-
56.	Acid acetic CH_3COOH	Merck	1 l	1		1 l	21.03.2006 31.12.2010	R;10 S; 23-26-45
55.	Acid salicilic	Chimopar	1Kg	1		1Kg		Simbol Xn R 22-41 S 26-39

Întocmit,
Mioara Şerban



PROCEDURĂ GENERALĂ DE LUCRU 4.6

REGISTRU PENTRU EVIDENȚĂ REACTIVI

cod RL 4.6-01

HIDROXID de CALCIU si SODIU cu INDICATOR

Data [illegible]	PRODUCATOR	CANTITATE	VALABILITATE	NR LOT	ETICHETARE	Semnu
1 21.03.06	[illegible]	[illegible] kg			[illegible] 526-36/37/39 -45	

A5

CAIET SPIRA

PROCEDURĂ GENERALĂ DE LUCRU 4.6

CAIET CONSUM PE ANALIZĂ

cod CL 4.6-01

Producator:
PERPIGNA
Bucuresti, sector 6, B-dul. Timisoara Nr. 84
Tel.: [illegible]

6420387155201
ITALIAN · STYLE

8. 28.02.2008.
5 gr. - MBTH } UV-Vis
12 ml - H_2SO_4

9. 29.02.2008.
12 ml - H_2SO_4 - UV-Vis

10. 04.03.2008
0,2 gr. Acid cromotropic } UV-Vis
12 ml - H_2SO_4

11. 05.03.2008
√ 1,90728 gr. Na_2CO_3 } ic
√ 1,42810 gr $NaHCO_3$
12 ml H_2SO_4 - UV-Vis

12. 06.03.2008
12 ml H_2SO_4 - UV-Vis

13. 11.03.2008
0,2 gr. Acid cromotropic } UV-Vis.
12 ml H_2SO_4

14. 13.03.2008
12 ml H_2SO_4 - UV-Vis

15. 17.03.2008
√ 25 g $Na_2CO_3 \cdot 5H_2O$ → det. NH_3 (UV-Vis) Kadiello
14 g $K_2Cr_2O_7$ → ↳

16. 18.03.2008
0,2 gr. acid cromotropic } - UV-Vis
12 ml H_2SO_4

17. 19.03.2008
50 ml alcool etilic
12 ml H_2SO_4 }
10 gr. KI

18. 20.03.2008
12 ml H_2SO_4 - UV-Vis

19. 21.03.2008
12 ml H_2SO_4 - UV-Vis

C 2 C

Unitatea ANPM	**FISĂ DE MAGAZIE**	Pagina
Magazia: LNR-Aev	Materialul (produsul), sort, calitate, marcă profil, dimensiune.: Na_2HPO_4 - Fosfat acid de sodiu	

	U/M	Pret unitar	
	Kg		

Document			Intrări	Ieşiri	Stoc	Data si semnătura de control
Data	Număr	Felul				
21.03 2006			0,500		[illegible]	

14-3-8

FL 4.6-04

3.5. Liquid and Solid Waste

液体・固体廃棄物処理

3.6. Safety and Health Control System

安全衛生管理

1. 液体・固体廃棄物処理及び安全衛生管理(SOP 記載例)
2. 廃棄物業者 引取り票
3. 産業廃棄物管理票

1. 液体・固体廃棄物処理及び安全衛生管理

- Se seteaz[illegible]etectorului pentru debitele de gaze. Se lasă gazul purtător deschis
- Cînd gazcromatograful s-a răcit se închide gazul purtător.
- Se îndepărtează coloana şi se acoperă capătul acesteia pentru a preveni contaminarea . Coloana se păstrează în loc răcoros şi uscat
- Pentru a preveni contaminarea fitingurilor de la inlet şi detector acestea se acoperă
- După îndepărtarea conexiunilor gazelor de GC ,se acoperă fitingurile de admisie de pe panoul din spatele GC-ului de la inlet

Unitatea de TD –Unity-Ultra se opreşte fiecare în parte din butonul din spate în cînd aceste sunt în poziție Stand-by

Se opreşte prima dată unitatea TD şi apoi gazul purtător în cazul în care TD-ul este folosit pentru condiționarea tuburilor

Celelalte aparate se opresc conform instructiunilor de utilizare şi se verifică închiderea buteliei gazului purtător

6.14.2. Demontarea aparatelor

Se utilizează instrucțiunile de la pct.6.14.1/3 şi instrucțiunile prevăzute în manualele aparatelor

6.14.3. Gestionare reziduuri **液体及び固体廃棄物処理**

Reziduurile lichide (metanol, benzen, soluții benzen-metanol) nu se aruncă la chiveta.

La sfârsitul fiecarei analize, acestea se colectează într-un bidon amplasat în nişă, etichetat corespunzător. Reziduurile lichide se ridică lunar, în vederea tratării şi eliminării lor, de către o firmă specializată, cu care ANPM are un contract ferm.

Vârfurile de pipete, filtrele uzate şi substanțele sicative uzate se colectează în pungi mari de plastic, depozitate în dulapurile de la nişă şi se trimit la fiecare 3 luni aceleiaşi firme, în vederea eliminării.

6.15. Protecția muncii **安全衛生管理**

1.Se vor respecta prevederile Normelor Generale de Protecția Muncii anexa nr 31,2002.

2. Pentru solvenții utilizați se vor face cunoscute şi se vor respecta fazele de risc şi securitate conform pct.6.2.1

3. Pentru evitarea contactului cu benzen în timpul manipulării (cutanat sau inhalare) se vor folosi mănuşi de protecție şi masti de protecție pentru nas

4.Pentru evitarea contactului cu metanol în timpul manipulării se vor folosi mănuşi de protecție şi ochelari de protecție.

5.Manipularea solvenților se va realiza sub nişă şi de către personal instruit în lucru cu solvenți.

6. Montarea butelilor de gaz la GC (azot,aer) se va face de către personal calificat şi în condiții de siguranță utilizând reductoare specifice.

7. INREGISTRARI(registre,caiete,etichete,formulare, etc) ,pentru toate înregistrările efectute în procedură.

Nr. Crt.	Inregistrare	Suport/Cod	Completeaza	Loc de păstrare/ Durata
0	1	3	4	5
1.	Comenzi clienti	Registru evidenta	Sef de laborator	Laborator- 3ani

S.C. EUROTRANS CHEM SERVICES S.R.L.
INTRARE Nr. 865
IESIRE
An 2008 Luna 06 Zi 27

PROCES VERBAL

Incheiat astazi 27.06.2008 intre S.C AGENTIA NATIONALA PENTRU PROTECTIA MEDIULUI

Reprezentat(a) de dl.(d-na) IULIANA NEACSU si
S.C. EUROTRANS CHEM SERVICES SRL reprezentat(a)
de dl.(d-na) ANCA STAN

S-a procedat la predarea - primirea produselor deseuri periculoase chimice provenite de la mixtiuni - laboratoare conform
tabelului anexat
In cantitate de ~ 5 kg

Operatiunea s-a facut in baza Contractului nr. 17/07.04.2008

Am predat,

ROMANIA MINISTERUL MEDIULUI SI DEZVOLTARII DURABILE AGENTIA NATIONALA PENTRU PROTECTIA MEDIULUI

Am primit,

ANEXA Nr. 2*)
la procedură

Formular de expeditie / de transport

Nr[1]

Denumirea deseurilor[2]
SUBSTANTE LABORATOR CONSTANTA DIN/SAU CONTINANT SUBST. PERICULOASE

Codul deseurilor
16 05 06

Deseuri periculoase > 1t/a
Deseuri periculoase < 1t/a

Nr. Formularului de aprobare a transportului

Deseuri nepericuloase

Nr. de inregistrare al expeditorului	Nr. de inregistrare al transportatorului	Nr. de inregistrare destinatarului
16462898	740/2716/05	709/1884/94
In calitate de : Generator / Colector/ Detinator temporar		In calitate de : Colector / Detinator temporar / Valorificator / Eliminator
Cantitatea predata in tone 5 kg	Cantitatea primita in tone 5 kg	Cantitatea receptionata in tone 5 kg
		Cantitatea respinsa in tone
Data predarii (zi, luna, an) 28.08.08	Data predarii (zi, luna, an) 28.08.08	Data primirii (zi, luna, an) 28.08.08
Denumirea firmei, adresa, AGENTIA NATIONALA PT. PROTECTIA MEDIULUI	Denumirea firmei, adresa SC EUROTRANS CHEM SERVICES SRL BUCUREŞTI	Denumirea firmei, adresa SC SETCAR SA BRAILA
Autorizatie numarul:	Autorizatie numarul: 254/06.06.06	Autorizatie numarul: 230/17.11.05
Semnatura si stampila (asigurare pentru o declaratie corecta) SERBAN ELICERAT	Semnatura si stampila (asigurare pentru transport regulamentar) ADELA I LEANA	Semnatura si stampila (asigurare pentru preluare in vederea unei colectari sau depozitari temporare / valorificare / eliminare conform prevederilor legale)

Tipul mijloacelor de transport

Numar de ambalaje expediate

Declaratia reprezentantului instalatiei / facilitatii de colectare sau depozitare temporara / valorificare / eliminare ca operatia desfasurata a fost facuta in conformitate cu legislatia in vigoare

Nume DRAGAN M. Semnatura Stampila Data

Observatii

[1] Numar inscris de catre Agentia pentru Protectia Mediului
[2] Conform HGnr. 856/2002

*) Anexa nr. 2 este reprodusă în facsimil.

3.7. Documentation System

文書管理

1. 文書管理 一般手順書 (PGL-4.3)
2. 外部文書記録簿
3. データ記録管理 一般手順書 (PGL-4.13)

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECTIA LABORATOARE NATIONALE DE REFERINTA
LABORATOR AER

PROCEDURA GENERALA

CONTROLUL DOCUMENTELOR
1. 文書管理 一般手順書

COD P.G.L -4.3

目次

１．目的／　２．適用範囲／　３．参考文書／　４．定義と略号
５．活動内容
5.1　内部文書管理
5.1.1　品質文書の区分／　5.1.2　文書の番号付け／　5.1.3　ラボ品質文書の作成／
5.1.4　ラボ品質文書の検査と承認／　5.1.5　編集、報告、却下／
5.1.6　文書の変更／　5.1.7　ページ番号挿入／　5.1.8　電子テキストの編集
5.2　外部文書管理
5.2.1　外部文書の識別／　5.2.2　外部文書の購入と受領
5.3　品質文書の保存管理
5.4　文書廃止
６．責任／　７．記録／　８．付属書類
手順のフロー図

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENŢIA NAŢIONALĂ PENTRU PROTECŢIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
DIRECŢIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECTIA LABORATOARE NATIONALE DE REFERINTA
LABORATOR AER

PROCEDURA GENERALA

CONTROLUL DOCUMENTELOR
COD P.G.L -4.3

EDIŢIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:

STANDARD DE REFERINŢĂ: SR EN ISO /CEI 17025:2005

DIFUZAT IN REGIM CONTROLAT: EXEMPLAR NR.
INFORMATIV:

Destinatar: .....

APROBAT:
Crina Hotoiu, Director DLNR
(semnatura)…….

Corina Lupu , Director general DGMSC
(semnatura)…….

ELABORAT:
Rodica Muresan, Responsabil calitate
(semnatura)…….

VERIFICAT:
Iulia Neacsu, sef serviciu Laborator
(semnatura)…….

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de faţă este proprietatea Laboratoarelor Nationale de Referinta apartinand ANPM Bucuresti
Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul societăţii.
Copiile sunt numerotate şi controlate.

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed. 1/ Rev. 0	Elaborat P.G.L- 4.3in editia 1, revizia 0	Rodica Muresan, Responsabil calitate	Iulia Neacsu, sef serviciu Laborator	Crina Hotoiu, Director DLNR

1.SCOP

Prezenta procedura precizeaza metodologia de identificare, intocmire, analizare, aprobare, difuzare, modificare, arhivare si distrugere a tuturor documentelor care fac parte din Sistemul de Management al laboratorului , precum si responsabilitatile personalului implicat in activitatea de control al documentelor, pentru a asigura ca versiunile relevante ale documentelor aplicabile sunt disponibile in punctele de utilizare.

2. DOMENIUL DE APLICARE

2.1. Procedura se aplica tuturor documentelor sistemului de management al Laboratorului de aer al ANPM(interne si externe) de catre intreg personalul implicat in activitatile de: identificare, elaborare, avizare, aprobare, modificare, difuzare, pastrare si utilizare a documentelor sistemului de management al laboratorului.

2.2. Procedura se aplica si de catre personalul implicat in identificarea, procurarea, distributia, pastrarea si disponibilitatea documentelor de origine externa.

2.3.Procedura nu se aplica inregistrarilor calitatii pentru controlul carora exista procedura documentata .

3. DOCUMENTE DE REFERINTA

3.1. MC-L. – Manualul calității laboratorului, Ediția 1, revizia 0
3.2. SR EN ISO / CEI 17025 /2005 – Cerințe generale pentru competenta laboratoarelor de incercări si etalonări.
3.3. SR EN ISO 9000/2006 Sisteme de management al calitatii. Principii fundamentale si vocabular.
3.4. SR 13251 :1996 Vocabular International si Termeni Fundamentali in Metrologie

4. DEFINITII SI PRESCURTARI

4.1. Definitii
Termenii utilizați în prezenta procedură sunt cuprinşi în standardul SR EN ISO 9000/2006.

4.2. Prescurtari

S.M.. – Sistemul de Management
M.C.L. - Manualul Calitatii Laboratorului
P.G.L. - Procedura Generala de Sistem
P.S.I - Procedura Specifica de Incercare
I.L. - Instructiuni de Lucru,
RC – Responsabil al Calitatii
PO -Procedura Operationala

5. DESCRIEREA ACTIVITATII

Documentele SM laboratorului ținute sub control sunt documente interne şi documente externe.

5.1. Controlul documentelor interne

5.1.1. Identificarea documentelor sistemului calitatii

Documentele interne controlate sunt:

- Manualul Calității;
- Procedurile generale ale sistemului calității laboratorului ;
- Procedurile operationale ale laboratorului
- Procedurile specifice de incercare
- Instrucțiunile de lucru;
- Formularele pentru documente interne.

Documentele interne controlate ale sistemului calitatii laboratorului sunt prezentate in Anexa 4 la prezenta procedura , LISTA centralizatoare a documentelor interne, cod FL-4.3-04.
Lista centralizatoare a documentelor interne care identifica situatia curenta a reviziilor si difuzarii documentelor in scopul impiedicarii utilizarii documentelor care nu mai sunt valabile sau sunt perimate va conține :

- număr curent
- cod
- denumire document
- ediția/revizia
- data emiterii

Documentele interne ale Laboratoarelor Nationale de Referinta se editează pe hârtie A4 şi pe suport informatic.

5.1.2. Codificarea documentelor

5.1.2.1. Codificarea Manualului Calitatii

MC-L - 01, unde: Mc - Manualul Calității
L - Laborator
01 - numărul ediției manualului

5.1.2.2. Codificarea Procedurilor Generale

P.G.L -zw, unde : - PG - Procedura Generala
- L - laborator
- zw- numarul procedurii in ordinea cerintelor SR EN ISO /CEI 17025/2005

5.1.2.3. Codificarea Instructiunilor de Lucru

IL-nm, unde : - IL - Instructiuni de lucru
- nm - numar de la 01 la 99

5.1.2.4. Codificarea formularelor

FL-zw -nm, unde : - F- Formular
- L - Laborator
- zw- numarul procedurii generale sau operationale care introduce formularul
- nm - numar de la 01 la…..

5.1.2.5. Codificarea Registrelor

RL-zw-nm, unde : - R- registru
- L - Laborator
-zw - numarul procedurii care introduce registrul
-nm - numar de la 01 la ….

5.1.2.5. Codificarea Procedurilor operationale

PO-mn: unde **-PO-** Procedura operațională
- mn numarul cerintei din standardul de referinta;

Pentru prelevarea probelor se elaboreaza proceduri operationale separate.
-nm - numar de la 01 la ….

5.1.2.6. Codificarea Procedurilor specifice

PS-mn: unde **-PS-** Procedura specifica
- mn numar de la 01 la 99

Pentru prelevarea probelor se elaboreaza proceduri operationale separate

5.1.3. Elaborarea documentelor sistemului calitatii laboratorului

Manualul calitatii laboratorului si procedurile generale sunt elaborate de RC.
Procedurile specifice de incercare si Instructiunile de lucru se elaboreaza de catre responsabilii de incercare.
Procedurile operationale se elaboreaza de catre responsabilul de incercare .

5.1.4. Verificarea si aprobarea documentelor sistemului calitatii laboratorului.

Toate documentele difuzate in laborator pentru a fi utilizate ca parte a Sistemului de Management sunt analizate si aprobate inainte de utilizare.
Manualul calitatii si procedurile generale sunt verificate de catre seful de laborator , avizate de catre Directorul DLNR si aprobate de directorul general DGMS
Procedurile specifice si Instructiunile de lucru sunt aprobate de SEFUL DE LABORATOR.
Procedurile operationale sunt aprobate de seful de laborator..

5.1.5. Editare, difuzare, retragere

Editarea documentelor se face din dispozitia RC.
Difuzarea si retragerea se face de catre RC, pe baza listei de difuzare (cod FL-4.3-05) prezentata in Anexa 2 la prezenta procedura, cu semnaturile celor care primesc sau de la care se retrage documentul. Lista de difuzare este stabilita de catre RC si aprobata de directorul DLNR si directorul general DGMSC sau de Seful de laborator, functie de natura documentului.
Exemplarele originale se multiplica pentru difuzare.
Documentele depreciate fizic sunt retrase si inlocuite cu exemplare noi, in editie curenta, dupa aceeasi procedura de retragere si difuzare.
Editiile autorizate corespunzatoare sunt disponibile in toate locurile unde se efectueaza activitati importante pentru functionarea eficienta a laboratorului.
Documentele anulate pastrate in scopuri legale sau pentru stocarea informatiei sunt marcate cu mentiunea ‘’ scos din uz ‘’ cu semnatura sefului de laborator si pastrate in dulap separat de documentele valabile.

Documentele SM sunt analizate la 2 ani de catre elaborator si sunt revizuite ori de cate ori este necesar pentru continua adecvare si conformitate cu cerintele aplicabile. Scopul analizei documentației este de a verifica:
- necesitatea documentului;

- necesitatea întocmirii altor documente;

- adecvarea documentației scopului propus;

- adecvarea documentației SM implementat.

Analiza se efectuează de către elaborator, rezultatul analizei se verifică şi se aprobă de către funcțiile responsabile care au verificat si aprobat initial fiecare document

Documentele retrase se distrug prin ardere sau tocare de catre RC.

5.1.6. Modificarea documentelor

Elaborarea, verificarea si aprobarea modificarilor se face de catre aceleasi functii care au elaborat, verificat si aprobat documentul initial.
Functiile respective au acces la informatiile de baza pe care se bazeaza analiza si aprobarea.
Elaboratorul completeaza indicatorul reviziilor cu elementele modificate : capitolul, pagina, continut, nume, prenume , semnaturi de elaborat, verificat, aproba, în indicatorul reviziilor (FL-4.3-03).
Editarea, difuzarea si retragerea se fac dupa aceeasi procedura ca si a documentului initial.
Modificarea se evidentiaza in textul documentului prin schimbarea caracterului de tiparire din times new roman in italic. O pagina modificata de mai multe ori va evidentia prin caracterul italic a literelor numai ultima modificare.
Succesiunea modificarilor este evidentiata in indicatorul reviziilor.
Scopul evidentierii modificarilor prin caractere italice este de a atrage atentia celor care folosesc documentul privind modificarea efectuata..
Se pot efectua modificari de mana prin taierea cu o linie a textului nevalabil, textul valabil se scrie deasupra si se semneaza de persoana autorizata care a efectuat modificarea .
Se bareaza textul ce urmeaza a fi modificat, se scrie de mana textul, se identifica numele, prenumele, semnatura celui care a efectuat modificarea , precum si data intrarii in vigoare a acestora.
Documentele sunt pastrate in memoria calculatorului si pe dischete. Modificarile documentelor se efectueaza pe exemplarul original, pastrat la arhiva .
Modificarile se pastreaza numai pe suportul de hartie la arhiva . Pe suport informatic, pe dischete se pastreaza ultima editie si revizia la documente.
Accesarea documentelor de pe calculator si dischete se face de catre elaborator, care cunoaste parola de accesare.

5.1.7. Paginarea documentelor

MC-L se pagineaza pe sectiuni , respectiv numar de pagini din numar total de pagini ale fiecarei sectiuni.
PGL, PO, IL se pagineaza : numar pagini din numar total de pagini .
Anexele care sunt compuse din mai multe pagini sunt numerotate suplimentar, cu numarul paginii din numarul total de pagini al anexei. Această ultimă numerotare se inscrie în subsolul paginii.
Atunci cand se modifica numarul de pagini, se modifica paginile ulterioare efectuarii modificarii.

5.1.8. Editarea informatizata a textului

Textul MC-L ,al PGL, PO si IL este redactat pe calculator, unde se efectueaza si eventualele modificari ale acestuia. Textul de pe suportul informatic este utilizat numai in scopul editarii

exemplarului original. Fisierul continand textul MC-L ,al PGL, PO si IL se acceseaza cu parola cunoscuta de elaborator.

5.2. Controlul documentelor externe

5.2.1 Identificarea documentelor externe

Documentele externe sunt :

- standarde nationale,
- standarde internationale,
- reglementări privind autorizarea laboratoarelor stabilite de BRML
- documentații tehnice (fise utilaje, caiete de sarcini, reglementări utilizare utilitati,etc.)
- software

5.2.2 Procurarea si primirea documentelor externe

Procurarea documentelor externe se face prin grija funcțiilor care le utilizează sau răspund de procurarea acestora, conform responsabilităților .

Documentele externe pot fi distribuite controlat sub formă de xerocopii sau după caz, pe suport informatic la entitățile utilizatoare sau puse la dispoziție pentru utilizare

La cerere, utilizatorii pot primi pentru folosire xerocopii ale unor documente externe, utilizate frecvent în activitățile acestora.

Documentele externe primite de catre seful de laborator sunt inregistrate în registrul evidenta documente externe,cod RL – 4.3 – 01 prezentat în Anexa6.

Controlul documentelor externe se face prin înscriere de către seful de laborator a acestora în lista centralizatoare a documentelor externe, formular cod FL – 4.3 – 06, din Anexa 7 la prezenta procedura.

Lista centralizatoare a documentelor externe, va contine :

- numar curent,
- tip document
- denumire
- data emiterii

Funcțiile responsabile urmăresc apariția noilor ediții şi modificarea documentelor externe aplicabile acestora şi asigură procurarea şi disponibilitatea pentru entitățile care le folosesc. Se retrag si se inlocuiesc documente cu altele noi, atunci cand se primesc de la organizatia emitenta sau cand se constata ca nu mai sunt in vigoare, modificandu-se in consecinta si lista.

Utilizatorii pot păstra un document extern anulat cu condiția marcării acestuia cu “DOCUMENT ANULAT”. Depozitarea unor astfel de documente se realizează într-un spațiu diferit de cel în care se păstrează documentele valabile, astfel încât să nu poată fi folosit.

Utilizatorii elimină documentele externe neaplicabile prin rupere/tocare.

5.3. Arhivarea si gestionarea documentelor calitatii

Originalul documentelor si arhiva de istorie sunt pastrate de catre RC.
Durata de pastrare a documentelor sistemului calitatii este de 4 ani.
Arhivarea si pastrarea se fac in conditii speciale (dulap, birou, etc).
Exemplarele controlate in editie curenta sunt pastrate la destinatar, conform listei de difuzare.
La documentele sistemului calitatii au acces liber personalul laboratorului , iar persoanele straine , numai cu acceptul responsabilului calitatii.
Gestionarea documentelor generale respectiv MC-L, PGL se face de catre RC.

5.4. Eliminarea documentelor

5.4.1. Eliminarea documentelor retrase se face prin ardere/tocare de catre RC.

5.4.2. Eliminarea documentelor externe care nu mai sunt de actualitate se face prin ardere de catre seful de laborator.

6. RESPONSABILITATI

6.1. Directorul DLNR si Directorul General DGMSC
- aproba manualul calitatii si modificarile acestuia
- aproba procedurile generale ale sistemului managementului calitatii in laborator si modificarile acestora
- aproba procedurile specifice de incercare
-aproba procedurile operationale de incercare

6.2. Seful de Laborator
- verifica manualul calitatii si procedurile generale, precum si modificarile acestora
- verifica procedurile specifice de incercare.
-elaboreaza procedurile operationale

6.3. Responsabil de calitate
- elaboreaza manualul calitatii , procedurile generale si modificarile acestora
- editeaza, difuzeaza, retrage documentele sistemului calitatii,
- gestioneaza documentele sistemului calitatii,exemplarul curent şi exemplarul de istorie al MQ -L, PGL, .
- verifică si aproba IL şi modificările acestora
- gestioneaza , difuzeaza si tine la zi documentele externe .
- pastreaza documentele anulate in scopuri juridice sau pentru pastrarea informațiilor.

6.4 Responsabilii de incercari
- elaboreaza instructiunile de lucru si modificarile acestora
- gestioneaza instrucțiunile de lucru şi documentele tehnice
- elaboreaza procedurile specifice de incercare.

7. INREGISTRARI

Nr.crt.	Denumirea documentului	Support	Completeaza	Timp de păstrare	Loc de păstrare
1	Lista centralizatoare a documentelor interne,	Cod FL – 4.3 - 04	MC	4 ani	Laborator
2	Lista de difuzare	Cod: FL- 4.3 -05	MC	4 ani	Laborator
3	Registru evidenta documente externe	Cod: RL– 4.3 - 01	Sef laborator	4 ani	Laborator radioactivitate
4	Lista centralizatoare a documentelor externe	Cod: FL– 4.3 - 06	Sef laborator	4 ani	Laborator
5	Indicatorul reviziilor	Cod FL-4.3- 03	MC	4 ani	Laborator

8. ANEXE

8.1. Anexa 1 - Model pagina curenta, cod FL-4.3 -02
8.2. Anexa 2 - Model pagina frontala, cod FL-4.3-01
8.3. Anexa 3 – Model indicatorul reviziilor, cod FL-4.3 -03
8.4. Anexa 4. Lista centralizatoare a documentelor interne cod FL-4.3-04
8.5. Anexa 5. Model formular lista difuzare, cod FL-4.3-05
8.6. Anexa 6 Model registru evidenta documente externe, cod RL-4.3-01
8.7. Anexa 7. Lista centralizatoare a documentelor externe, cod FL-4.3-06

SCHEMA FLUX A PROCEDURILOR :

INSTRUCȚIUNI DE COMPLETARE:

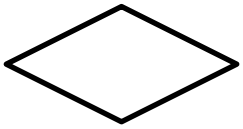
Mod de scriere în Diagrama Flux a procedurilor:

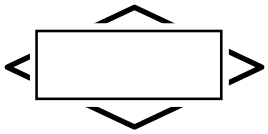
ACȚIUNILE:

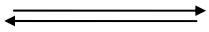
* Se scriu cu caractere ARIAL de 10, centrat şi înconjurate de chenar verde
* Restul scrierii se face cu caractere ARIAL de 10 şi litere mici.
* Reîntoarcerile pe flux se fac cu linie-punct dacă intersectează alte acțiuni

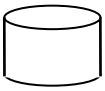
SIMBOLISTICA PENTRU DESCRIEREA SCHEMEI FLUX A PROCEDURILOR:
Se vor folosi urmatoarele simboluri:

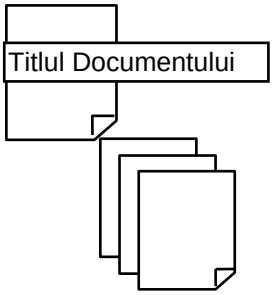
- Descrierea pe scurt a activității


- Bloc de decizie


- Acțiune cu auto-control


- Sensul acțiunii


- Bază de date pe suport magnetic



- Documente (Date)

- Bază de date documentate

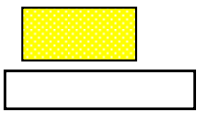
- Finalizarea fluxului

- Reîntoarcere pe flux (în procedura din care face parte procedura care se încheie cu acest simbol)

- Reîntoarcere pe flux (în procedura din care face parte procedura care se încheie cu acest simbol) cu indicarea expresă a punctului unde se întoarce

-Continuarea Diagramei flux pe pagina urmatoare - litera “a” este cu caracter Arial de 12 Bolduit

- numerotarea acțiunilor

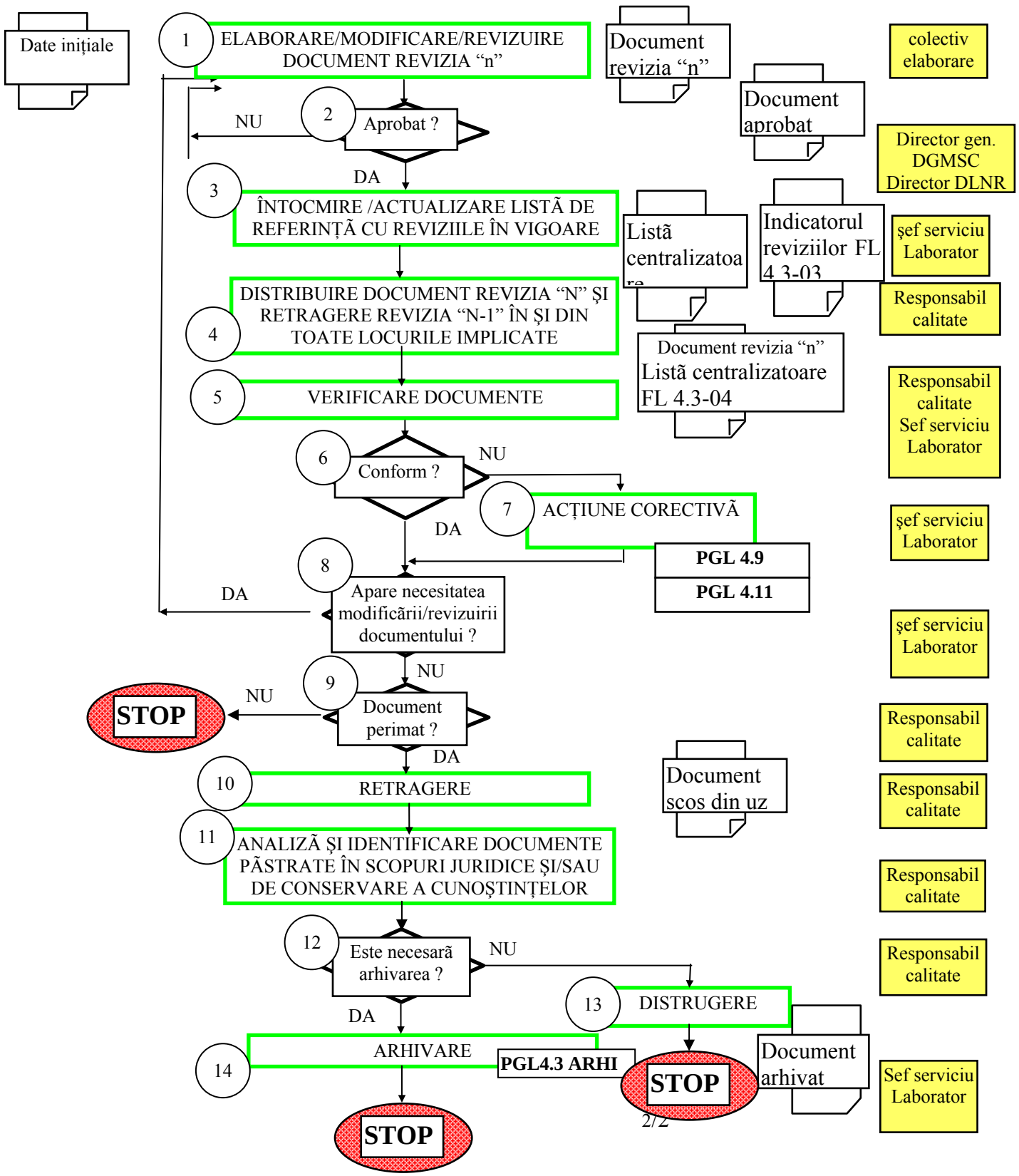

- cuprinde responsabilitățile (cine răspunde de acțiune)

- Cuprinde proceduri după care se fac acțiunile de care acestea sunt ataşate

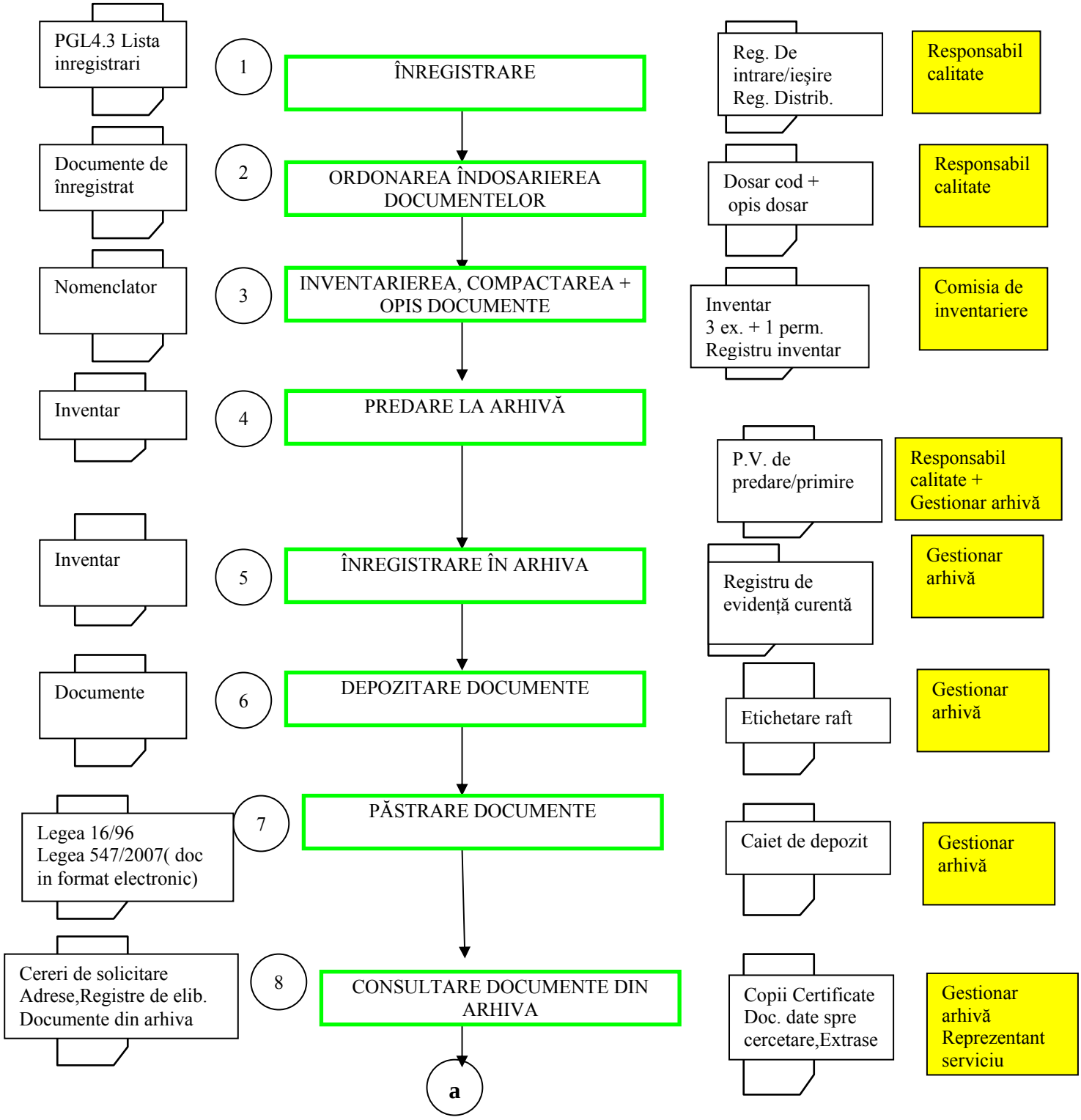
DA

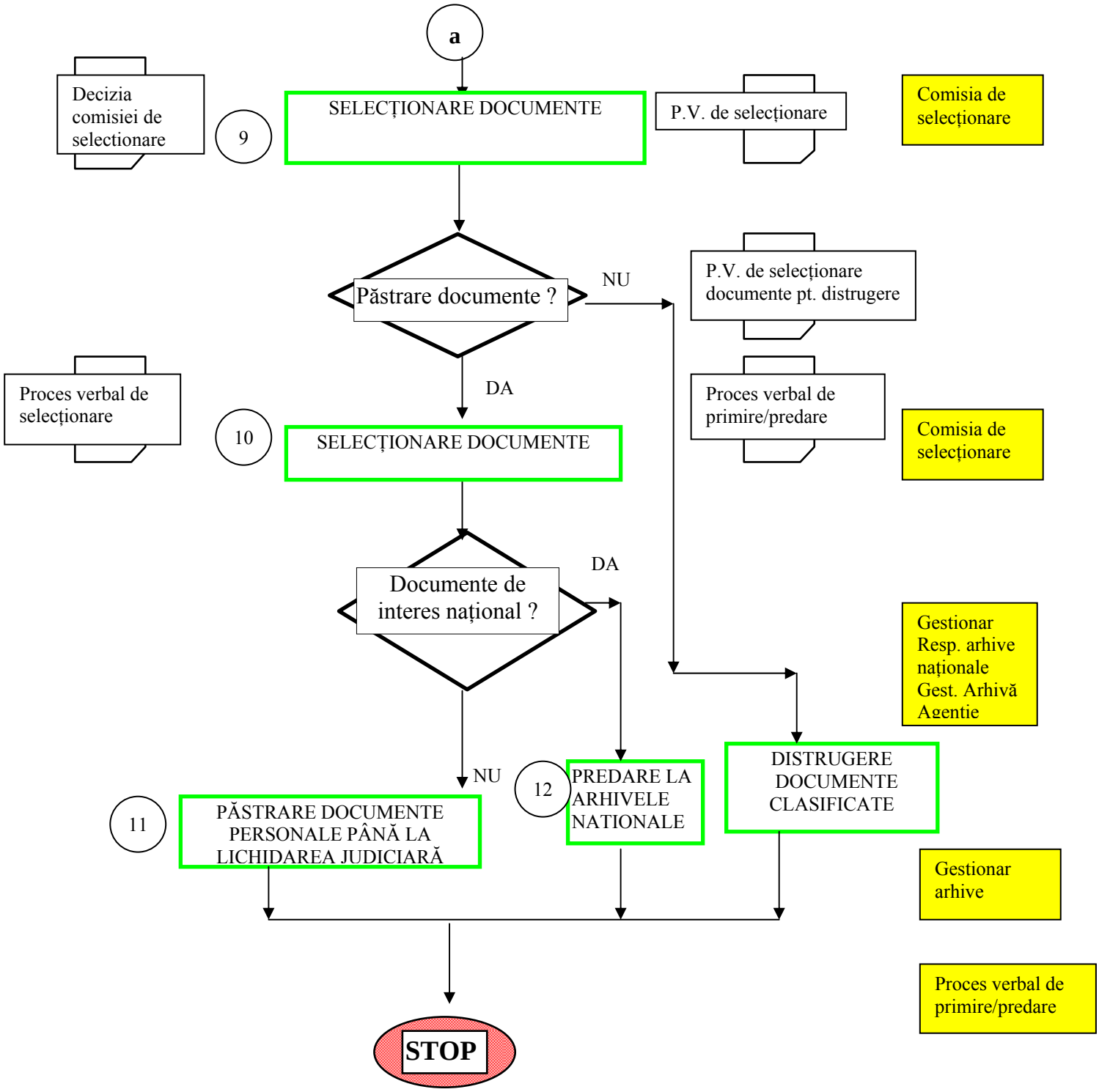
NU

SCHEMA FLUX : CONTROLUL DOCUMENTELOR SMC-aflate in circulatie in cadrul Laboratorului

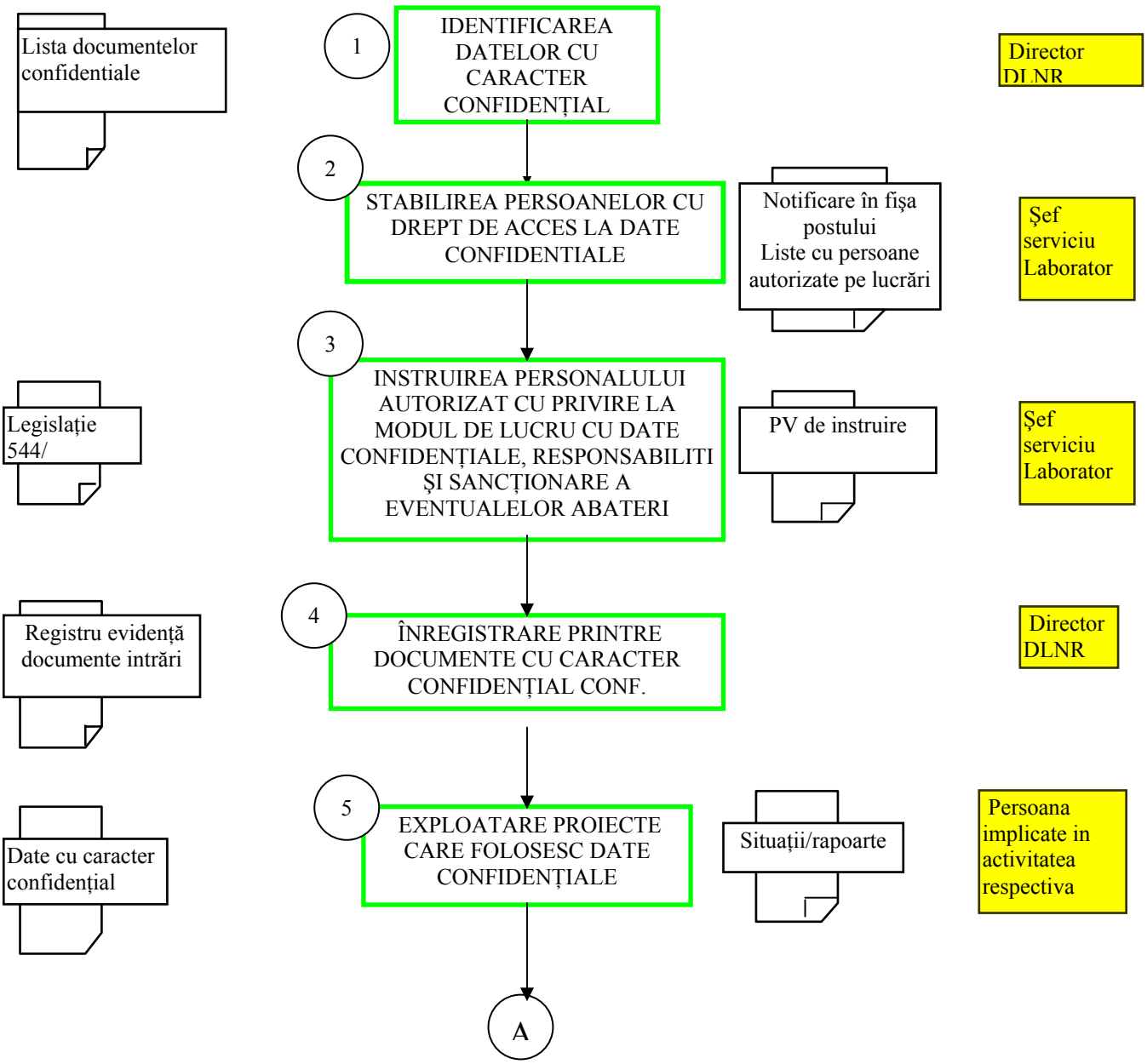


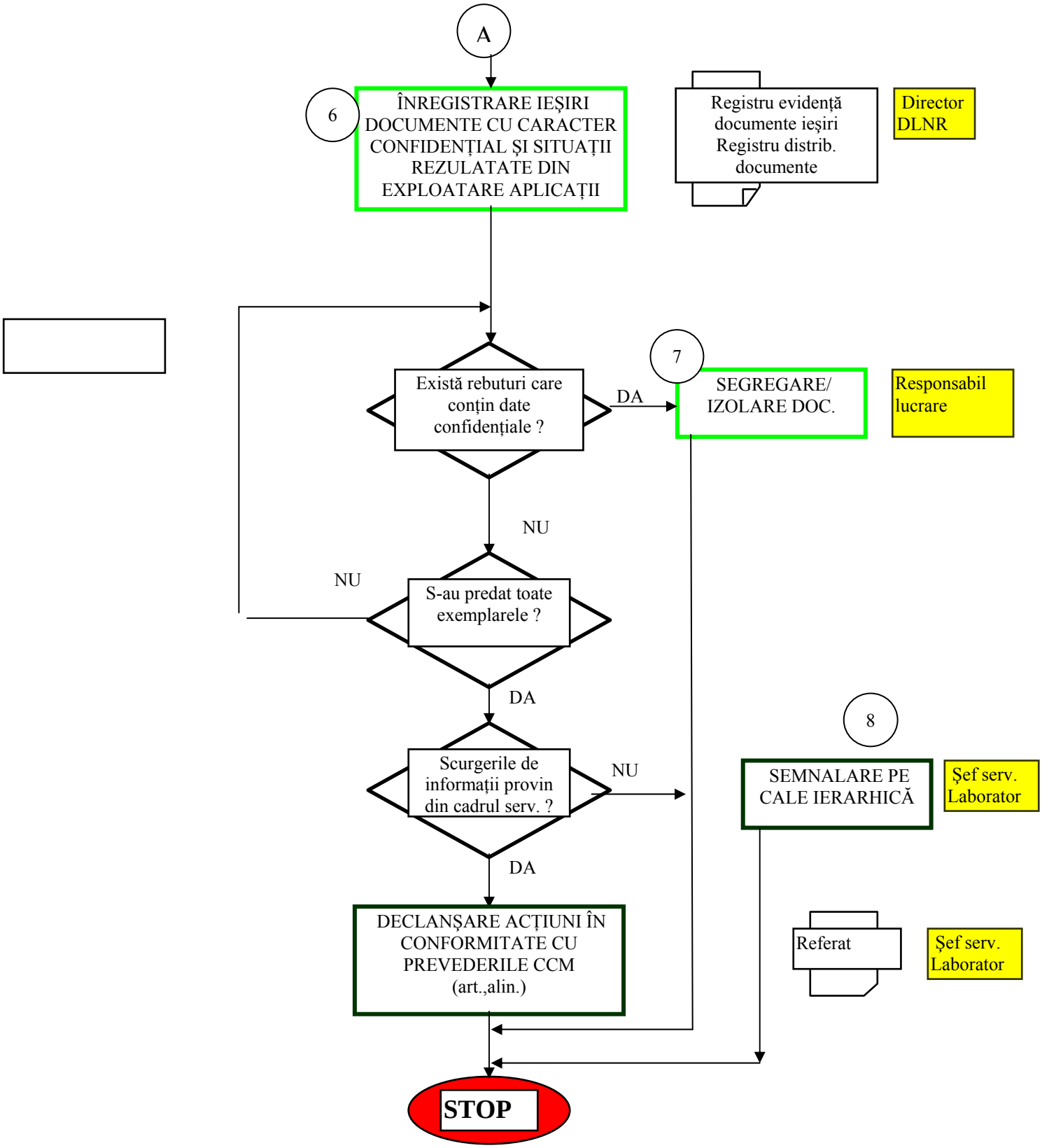
SCHEMA FLUX ARHIVARE DOCUMENTE – Înregistrarea, inventarierea, depozitarea, păstrarea şi selecţionarea documentelor în controlul documentelor laboratorului la arhivare.



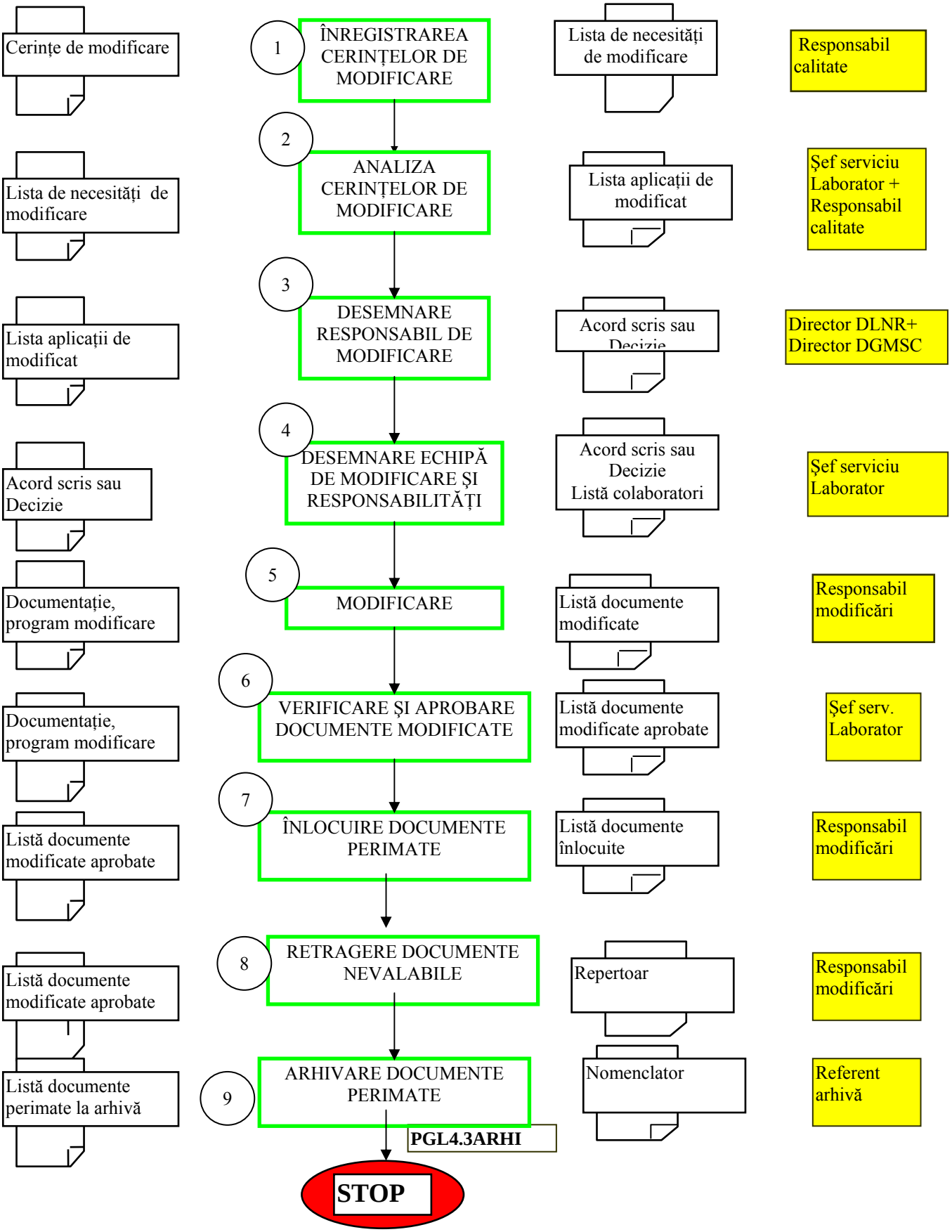

a
Decizia comisiei de selectionare
9
SELECȚIONARE DOCUMENTE
P.V. de selecționare
Comisia de selecționare
Păstrare documente ?
NU
P.V. de selecționare documente pt. distrugere
DA
Proces verbal de selecționare
Proces verbal de primire/predare
10
SELECȚIONARE DOCUMENTE
Comisia de selecționare
Documente de interes național ?
DA
Gestionar Resp. arhive naționale Gest. Arhivă Agentie
NU
12
PREDARE LA ARHIVELE NATIONALE
DISTRUGERE DOCUMENTE CLASIFICATE
11
PĂSTRARE DOCUMENTE PERSONALE PÂNĂ LA LICHIDAREA JUDICIARĂ
Gestionar arhive
Proces verbal de primire/predare
STOP

SCHEMA FLUX –ASIGURAREA CONFIDENTIALITATII DATELOR IN LABORATOR :

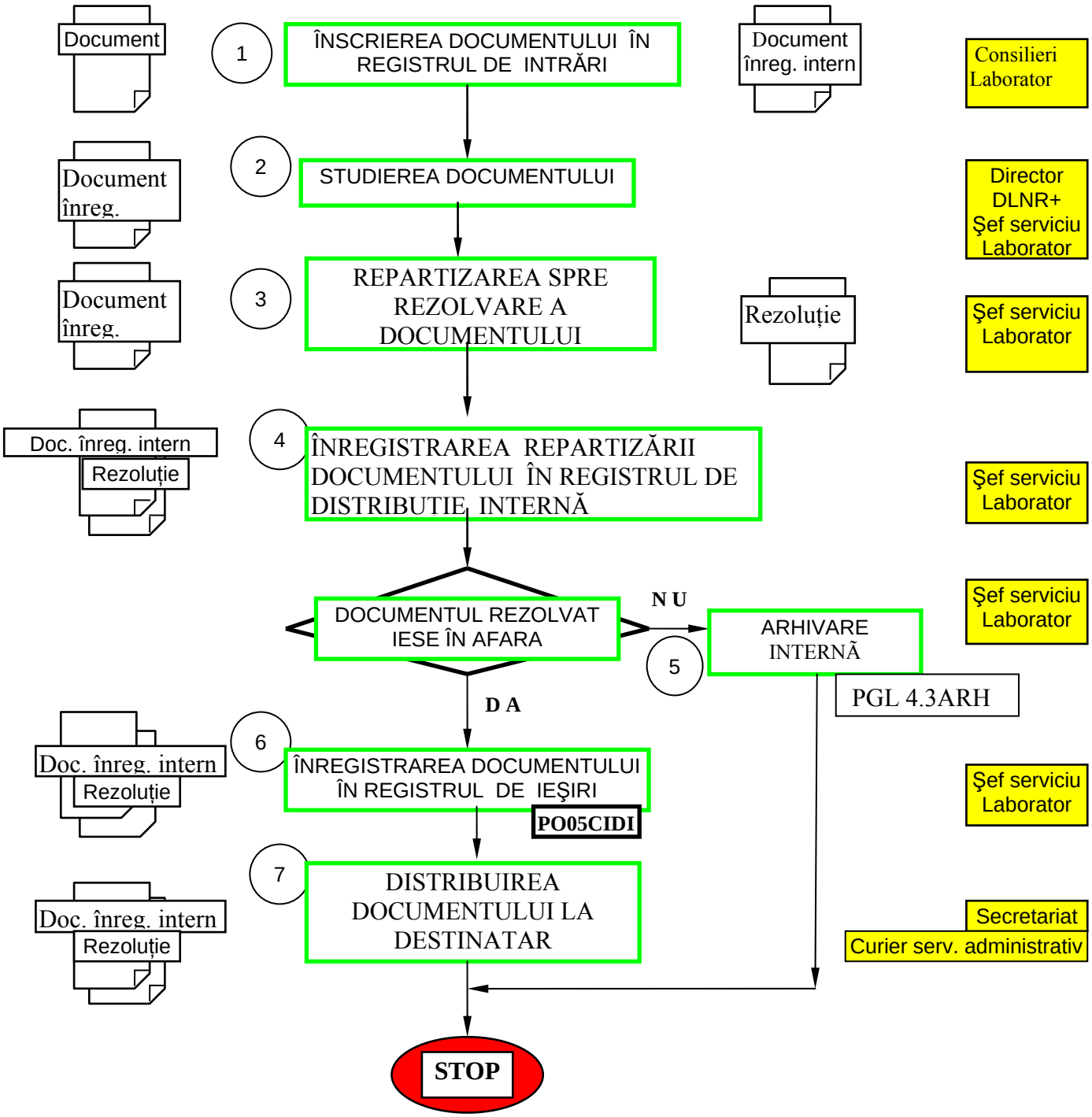



A
6
ÎNREGISTRARE IEŞIRI DOCUMENTE CU CARACTER CONFIDENŢIAL ŞI SITUAŢII REZULATATE DIN EXPLOATARE APLICAŢII
Registru evidenţă documente ieşiri Registru distrib. documente
Director DLNR
Există rebuturi care conţin date confidenţiale ?
DA
7
SEGREGARE/ IZOLARE DOC.
Responsabil lucrare
NU
NU
S-au predat toate exemplarele ?
DA
8
Scurgerile de informaţii provin din cadrul serv. ?
NU
SEMNALARE PE CALE IERARHICĂ
Şef serv. Laborator
DA
DECLANŞARE ACŢIUNI ÎN CONFORMITATE CU PREVEDERILE CCM (art.,alin.)
Referat
Şef serv. Laborator
STOP

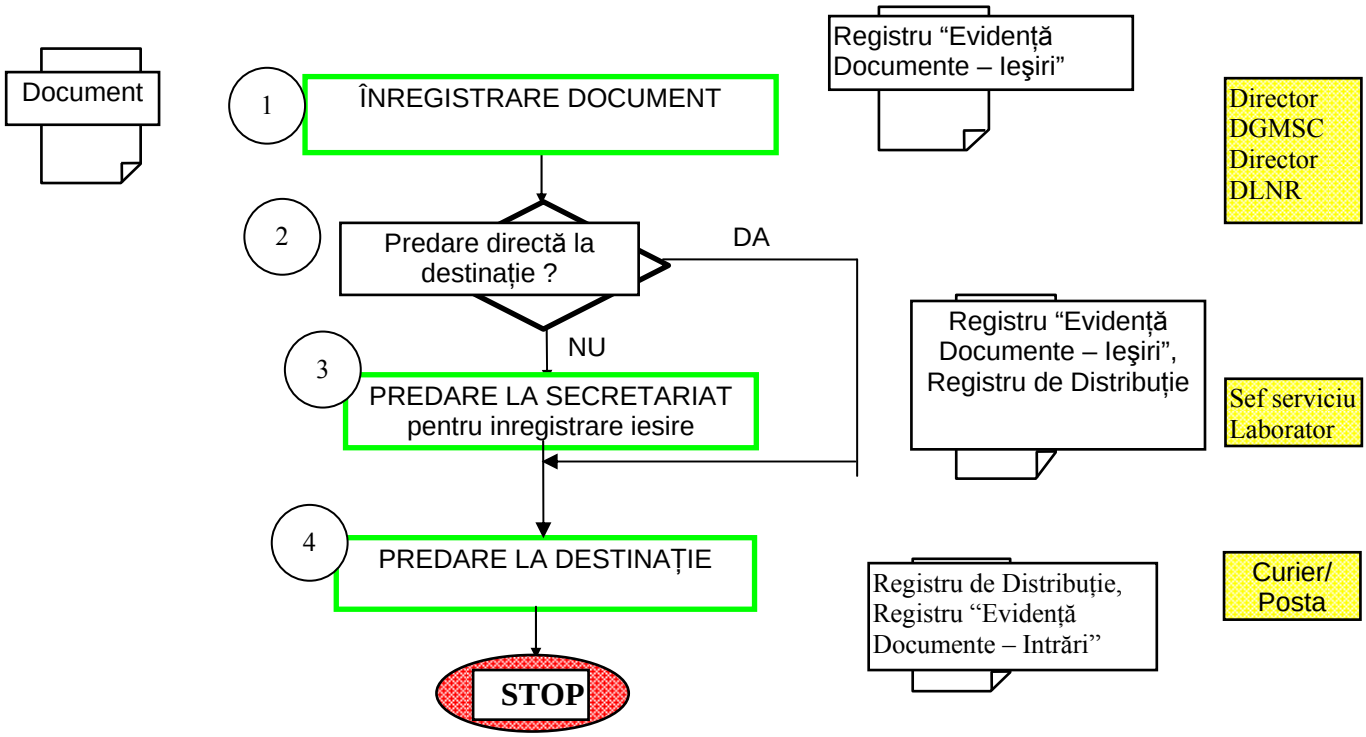
SCHEMA FLUX –MODIFICAREA DOCUMENTELOR SMC IN LABORATOR:



SCHEMA FLUX CONTROLUL CIRCULATIEI DOCUMENTELOR INTRATE/IESITE – DIN LABORATOR



SCHEMA FLUX CONTROLUL CIRCULATIEI DOCUMENTELOR EMISE DE LABORATOR SI IESITE



ANEXA 1

Model pagina frontala

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECTIA LABORATOARE NATIONALE DE REFERINTA
LABORATOR AER

TIP DOCUMENT

DENUMIRE PROCEDURA
COD :

EDITIA :
REVIZIA :

STANDARDE DE REFERINȚĂ: SR EN ISO /CEI 17025:2005

DIFUZAT IN REGIM CONTROLAT: EXEMPLAR NR.
INFORMATIV:

Destinatar: .....

Avizat	**Elaborat**
Director DLNR	**Responsabil Calitate**
Aprobat	**Verificat**
Director DGMSC	**Sef laborator**

DATA APROBARII / APLICARII :

Avertisment : Documentul de fata este proprietatea Laboratoarelor Nationale de Referinta apartinand ANPM
Reproducerea si difuzarea documentului sunt in exclusivitate dreptul societatii. Copiile sunt numerotate si controlate.

ANEXA 2

Model pagina curenta

ANPM Bucuresti **DLNR** **Laboratorul National** **de Referinta Aer**	**Denumire procedura** **Cod :**	**Editia …/ data…** **Revizia …/data…** **Pagina …din…** **Exemplar nr….**

ANEXA 3

MODEL INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	*Verificat + Avizat*	Aprobat

* pentru Proceduri specifice si Instructiuni de lucru se elimina rubricile Avizatsi verificat

COD FL-4.3 -03
Editia 1/data :
Revizia 0/data :

ANEXA 4

ANPM Bucuresti
DLNR
Laboratorul National
de Referinta Aer

LISTA CENTRALIZATOARE A DOCUMENTELOR INTERNE

Nr Crt.	Denumire document	Cod	Editia / revizia	Data emiterii
0	1	2	3	4
1	Manualul Calității	MCL - 01	01/0	
PROCEDURI GENERALE DE LABORATOR				
1	Procedura operationala pentru prelevarea PM10 pe filtre	PO-5.7-01		
2	Procedura operationala pentru analiza PM10			
3	Procedura operationala pentru determinarea Pb din fractia PM10			
4	Procedura operationala pentru prelevarea benzenului si precursorilor de ozon pe tuburi de adsorbtie			
5	Procedura operationala pentru determinarea benzenului prin metoda gaz cromatografica			
6	? IC			
7	Procedura operationala pentru determinarea SO2 din aer cu analizoarele automate			
8	Procedura operationala pentru determinarea oxizilor de azot din aer...?			
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17				
18				

19				

0	1	2	3	4
PROCEDURI SPECIFICE				
INSTRUCȚIUNI DE LUCRU				
	FORMULARE			

Elaborat:
Data :

Aprobat:
Data:

ANEXA 5

MODEL FORMULAR

LISTA DE DIFUZARE / RETRAGERE DOCUMENTE

Documentul.....
Cod…….
Editia...../ Revizia.....

Compartimentul	Primit				Retras			
	Nr. ex.	Data	Nume	Semnătură	Nr. ex.	Data	Nume	Semnătură

Elaborat:
Responsabil Calitate

Aprobat:
Director DLNR/Sef de laborator

Director general DGMSC

Data :

ANEXA 6

MODEL REGISTRUL EVIDENTA DOCUMENTE EXTERNE

Nr. crt.	Data primirii	Denumire document	Emitent	Nr. şi data doc.	Compartimentul şi semnătura de primire

Legi, hotarari, standarde, metode lucru si carti th.

ANEXA 7

LISTA CENTRALIZATOARE A DOCUMENTELOR EXTERNE

Nr. Crt.	Tip document	Denumire document	Cod	Data emiterii-
0	1	2	3	4
1	Standarde naționale	SR EN 14662/2007, partea 1		
2		SR EN 14662/2007, partea 2		
3		SR EN 12341/2002 Determinarea fractiei PM10 de materii sub forma de pulberi in suspensie		
4		Ordinul 592/2002 pentru aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limita, a valorilor de prag si a criteriilor si metodelor de evaluare a SO2 si a oxizilor de azot, pulberilor in suspensie(PM10 si PM2,5), Pb, C5H6, CO si O3 in aerul inconjurator		
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17				
18				
19				
20				
21				
22				
23				

½

0	1	2	3	4
24	Standarde naționale			
25				
26				
27				
28	Standarde internaționale	BS EN 14 902		27.09.2005
29				
30				
31				
32				
33				
34				
35				
36				
37				
38				
39	Reglementări privind autorizare laborator (OMT şi MO)			
40				
41				
42				
43				
44				
45	Documentații tehnice			
46				
47				
48	Software			
49				
50				
51				
52				

Elaborat:
Data:

Aprobat:
Data:

MODEL REGISTRU DE ARHIVARE

Nr. intr.	Data intr.	Denumire document - Revizia	Cod docu-ment	Nr. pag.	Dosar (loc) păstrare	Termen păstrare	Data ieşirii	Obs.

ANPM DLNR Serviciul Laborator Aer	Formular **OPISUL DOSARULUI** COD: f_OPIS	Revizia nr. *0* Pagina: *2/2*
Emitent: Laborator aer		

Tabel nr. 1 (se completează în ordinea cronologică a îndosarierii)

Nr. crt.	Nr. intr.	Data intr.	Denumire document - Revizia	Cod document	Nr. pag.	Termen păstrare	Data ieşirii
1		10.01.08	SR EN 14792 /2006 Emisii aer - conc. masică NO_x				
2		10.01.08	SR EN 14902 /2007 Det. Pb, PM_{10}				
3		10.01.08	SR EN 14791 /2006 Emisii în aer - conc. masică SO_2				
4		10.01.08	SR ISO 10849 /2006 Emisii sursă fixe - concentrații masice de NOx; perfor				
5		10.01.08	SR EN 14907 /2007 Det PM 2.5				
6		10.01.08	SR EN 14662-5/2007 Det Cadmiu aer				
7		10.01.08	SR EN 14662-4/2007 -"-				
8		10.01.08	SR EN 14662-3/2007 -"-				
9		10.01.08	SR EN 14662-2/2007 -"-				
10		10.01.08	SR EN 14662-1/2007 -"-				
11		10.01.08	SR EN 14626 /2007 Det CO din aer				
12		10.01.08	SR EN 14625 /2007 Det conc. O_3				
13		10.01.08	SR EN 14212 /2007 Det SO_2				
14		10.01.08	SR EN 14211 /2007 Det NO_2, NO				

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECTIA LABORATOARE NATIONALE DE REFERINTA
LABORATOR AER

PROCEDURA GENERALA

CONTROLUL INREGISTRARILOR
3. データ記録管理 一般手順書

COD P.G.L. 4.13

目次

１．目的／　２．適用範囲／　３．参考文書／　４．定義と略号
５．活動内容
5.1　識別
5.1.1　品質記録の識別／　5.1.2　技術記録の識別
5.2　作成／　5.3　記入／　5.4　記録の修正／　5.5　収集／
5.6　ファイルと目次／　5.7　保存と維持／　5.8　記録へのアクセス／
5.9　廃棄／　5.10　電子的編集・保存の記録
６．責任／　７．記録／　８．付属書類

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECTIA LABORATOARE NATIONALE DE REFERINTA
LABORATOR AER

PROCEDURA GENERALA

CONTROLUL INREGISTRARILOR

COD P.G.L. 4.13

EDIȚIA: 1
REVIZIA: 0
DATA:

STANDARD DE REFERINȚĂ: SR EN ISO /CEI 17025:2005

DIFUZAT IN REGIM CONTROLAT: EXEMPLAR NR.
INFORMATIV:
Destinatar: .....

APROBAT:
Crina Hotoiu, Director DLNR
(semnatura)…….

ELABORAT:
Rodica Muresan, Responsabil calitate
(semnatura)…….

AVIZAT
Corina Lupu , Director general DGMSC
(semnatura)…….

VERIFICAT:
Iulia Neacsu, sef serviciu Laborator
(semnatura)…….

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de față este proprietatea Laboratoarelor Nationale de Referinta aparținând ANPM
Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul societății.
Copiile sunt numerotate şi controlate.

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed. 1/ Rev. 0	Elaborat P.G.L. 4.4 in editia 1, revizia 0	Rodica Muresan, Responsabil calitate	Iulia Neacsu, sef serviciu Laborator	Crina Hotoiu, Director DLNR

1.SCOP

Prezenta procedura prezinta modul de identificare, completare, colectare, indexare, indosariere, arhivare, pastrare, accesare si eliminare a inregistrarilor sistemului calității laboratorului şi a înregistrărilor tehnice în scopul atingerii obiectivelor propuse şi pentru asigurarea trasabilității incercarilor efectuate.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura este aplicata de catre intreg personalul Laboratorului cu responsabilitati în activitățile de: identificare, completare, colectare, îndosariere, păstrare, arhivare, depozitare, protejarea şi eliminarea înregistrărilor tehnice si a celor de SM laboratorului, precum si a celor externe.

3. DOCUMENTE DE REFERINTA

3.1.MANUALUL CALITATII LABORATORULUI, Cod: MCL – IC-01,
Editia 1, revizia 0.

3.2 SR EN ISO/CEI 17025 /2005 - Cerințe generale pentru competenta laboratoarelor de incercări si etalonări

3.3. SR EN ISO 9000/2006 - Sisteme de management al calitatii. Principii fundamentale si vocabular.

3.4. SR EN-ISO 9001/2001 - Sisteme de management al calitatii. Cerinte.

4. DEFINITII SI PRESCURTARI

4.1. Definitii :

Inregistrare = document prin care se declara rezultate obtinute sau furnizeaza dovezi ale activitatilor realizate.

Nota 1 : Înregistrările pot fi utilizate, de exemplu, pentru a documenta trasabilitatea şi pentru a furniza dovada verificării, acțiunii preventive şi a acțiunii corective

4.2. Prescurtari :

FNAC/AP **–** fişa de neconformități, acțiuni corective/acțiuni preventive
RC – responsabil calitate
SM- Sistemul de management

5. DESCRIEREA ACTIVITATII

Generalitati

Laboratorul mentine inregistrari ale sistemului calității laboratorului şi înregistrări tehnice pentru a furniza dovezi obiective referitoare la:

- aplicarea şi eficiența documentelor Sistemului de management al laboratorului în toate activitățile desfăşurate;
- funcționarea eficace a SM ;
- respectarea cerințelor de calitate impuse de reglementările legale, clienți, organism de acreditare;
- incercarile efectuate în scopul îmbunătățirii calității .

Înregistrările provenite de la furnizori şi de la clienți fac parte din înregistrările ținute sub control .

5.1 Identificare

Toate inregistrarile sunt identificate si pastrate astfel incat sa fie lizibile si usor regasite pe durata stabilita de pastrare.

Inregistrarile sunt pastrate in dosare, bibliorafturi si dulapuri inchise:in vederea asigurarii protectiei fizice, securitatii si confidentialitatii lor.

Înregistrările interne se identifică astfel:

- registrele prin cod şi denumire, editie/revizie;
- formularele prin cod, denumire, editie/revizie, dată şi semnătură;
- alte înregistrări prin dată, denumire şi semnătură de elaborare/aprobare.

Inregistrările de origine externă se preiau cu identificatorii acestora.

5.1.1 Identificarea inregistrarilor calitatii

Inregistrarile calitatii sunt pastrate pentru a demonstra conformitatea cu cerintele specificate , precum si functionarea eficienta a Sistemului Calitatii.

In Anexa 1 a acestei proceduri este prezentata lista inregistrărilor calității, formular cod FL-4.13-01.

Înregistrările calității laboratorului se referă la principalele elemente ale sistemului calității laboratorului :

- Rapoarte ale auditului intern si ale analizelor de management,
- Analizele de date, actiunile corective si preventive, inclusiv programe de imbunatatire.
- Reclamațiile ;

5.1.2. Identificarea inregistrarilor tehnice

Înregistrările tehnice ale laboratorului sunt reprezentate de date şi informații rezultate din desfășurarea incercarilor.

Înregistrările tehnice ale laboratorului sunt cuprinse în Anexa 2"Lista înregistrărilor tehnice " cod FL-4.13-02.

Înregistrările tehnice se referă la :

- inregistrari (original si copii) privind efectuarea incercarilor, observatii, datele si calculele rezultate in urma incercarilor
- inregistrari privind identificarea factorilor care afecteaza incertitudinea de masurare
- buletine de etalonare /verificare metrologica;
- inregistrari privind datele de personal, pregatirea si calificarea personalului
- fise tehnice ale echipamentelor
- copie dupa fiecare raport de incercare emis
- inregistrari ale actiunilor corective si preventive
- procese verbale ale analizelor de management efectuate
- inregistrari ale analizei contractelor/comenzi
- feedback-ul de la clienti ;
- date derivate şi informații pentru stabilirea traseului unui audit

Înregistrările pentru fiecare incercare conțin suficiente informații care să faciliteze identificarea factorilor care afectează incertitudinea şi care permit repetabilitatea incercarii în condiții cât mai apropiate de cele inițiale.

Inregistrarile trebuie sa permita identificarea persoanelor responsabile pentru prelevarea, esantionarea, efectuarea incercarii si pentru verificarea rezultatelor.

5.2. Elaborare

Toate inregistrarile se fac de catre persoana care efectueaza activitatea ce se inregistreaza, acestea putand fi verificate si aprobate de catre persoane cu functii precizate in procedurile generale sau pe suportul de inregistrare.

5.3. Completare – inregistrarile calitatii se completeaza cand se executa activitatea sau imediat după desfăşurarea acesteia si sunt efectuate de persoana care executa activitatea.

Poate fi verificata si aprobata de factori de decizie precizati in procedurile generale sau pe suportul de inregistrare. Conținutul înregistrării trebuie sa fie lizibil, complet, corect, clar, fără ambiguități.

Inregistrarile trebuie sa fie identificabile si arhivate, astfel incat sa poata fi usor regasite.

Înregistrările sunt semnate de către funcțiile desemnate prin proceduri, reglementări, decizii (pentru elaborat, verificat, avizat, aprobat, etc).

5.4. Modificarea inregistrarilor

Sunt acceptate modificari efectuate prin taierea greselii si scrierea valorii corecte alaturi, cu semnarea persoanei care a efectuat corectia.

In cazul datelor stocate electronic, se iau masuri pentru evitarea pierderii sau modificarii datelor initiale.

5.5 Colectare – Colectarea şi indexarea înregistrărilor constă în centralizarea acestora în dosare, de către şeful de laborator si/sau RC; acest lucru se poate realiza prin colectare directă sau prin solicitarea predării înregistrărilor de către cei care le-au întocmit.

Într-un dosar se grupează înregistrări referitoare la aceeaşi problemă cu acelaşi termen de păstrare; în cazul aceloraşi categorii de înregistrări, întocmite pe perioade diferite şi / sau cu termene de păstrare diferite se constituie dosare separate, pentru fiecare termen de păstrare.

.Înregistrările interne sunt colectate de regulă de catre persoanele care le completează în dosare pe tipuri de înregistrări sau pe produs/serviciu, după cum se solicită prin procedură.

Înregistrările externe sunt colectate de persoanele responsabile de primirea şi păstrarea acestora şi/sau care răspund de executarea activității la care se referă înregistrările respective.

5.6. Indosariere, indexare – Înregistrările calității şi înregistrările tehnice se păstrează şi se arhivează în dosare şi/sau bibliorafturi sau în registre. Fiecare dosar are o pagină de conținut, pagina de indexare frontală a dosarelor cu înregistrări cod FL-4.13-03 (Anexa 3), care listează înregistrările conținute în ordinea îndosarierii şi durata de păstrare în ani. O parte din înregistrări se păstrează în registre destinate acestui scop. Registrele au filele numerotate şi parafate.

5.7. Arhivare si pastrare – Păstrarea înregistrărilor se face la seful de laborator si /sau RC pentru anul în curs şi de către RC pe perioada arhivării.

Depozitarea înregistrărilor la compartimente se realizează în ordine, pe rafturi, pe tematică şi ani, pentru a putea fi regăsite cu uşurință.

Înregistrarea căutată se regăseşte în registrul de arhivă cod RL-4.13-04 în care s-a făcut înregistrarea

Inregistrările calității din anii anteriori se arhiveaza la RC si se pastreaza o durata de timp conform Anexei 1.

Protejarea înregistrărilor se realizează prin depozitare în spații amenajate astfel încât condițiile de arhivare şi păstrare asigură protecția fizică şi confidențialitatea, prevenirea pierderii lor sau a deteriorării / distrugerii prin:

- praf, formare condens , infiltrații de apă sau inundații;
- foc sau variații extreme ale temperaturii în zona de depozitare;
- furt, pierdere, manipulare necorespunzătoare sau deteriorare intenționată;
- pierderea caracterului de confidențialitate;
- acțiunea insectelor, rozătoarelor sau mucegaiului.
- Proces verbal de recepție la terminarea lucrării, etc.

Stabilirea termenelor de păstrare se realizează de către şeful laboratorului în

funcție de legislația în vigoare şi de importanța practică şi tehnică pentru activitatea desfăşurată; termenul de păstrare este consemnat în documentele SM la capitolul 7, "INREGISTRARI".

5.8. Accesul la inregistrari - din anul in curs il au persoanele care le completeaza cu acordul verbal al sefului de laborator. Accesul altor persoane se face numai cu acordul scris al sefului de laborator .

Înregistrările se pun la dispoziția reprezentanților autorizați ai clientului pentru consultare, dacă acest lucru este stipulat în contract si la dispoziția reprezentanților organismelor legale pe perioada convenită sau a altor părți interesate, dacă au acordul directorului general DGMSC.
Alte persoane sau autoritati indreptatite au acces la inregistrari cu aprobarea Directorului DLNR.
Acestea se pun la dispoziția reprezentanților organismului de acreditare şi a auditorilor, pe perioada convenită sau a altor părți interesate, dacă au acordul Directorului DLNR si al Directorului general DGMSC.

5.9. Eliminarea – dupa expirarea duratei de pastrare, cu aprobarea Directorului DLNR, inregistrarile se distrug prin ardere sau tocare, prin grija sefului de laborator .

La eliminare se intocmeste un proces verbal de distrugere, in care se mentioneaza inregistrarile eliminate, Formular cod FL-4.13-04.

Acest proces verbal se pastreaza de catre compartimentele responsabile de inregistrarile eliminate in conformitate cu aceasta procedura.

5.10. Inregistrari editate si stocate electronic

Laboratoarele protejeaza salvarea inregistrarilor editate si stocate electronic (salvare pe CD la 6 luni). Accesul la inregistrarile stocate electronic este strict controlat (parola, acces) pentru evitarea pierderii sau modificarii acestora.

6. RESPONSABILITATI

6.1 Directorul general DGMSC

- aproba accesul la inregistrari al reprezentantilor clientilor
- aproba accesul la inregistrari al reprezentantilor organismelor legale

6.2. Directorul DLNR

- aproba accesul persoanelor straine la inregistrari.
- asigură spațiu şi mobilierul necesar pentru arhivare ;
- verifică modul în care se păstrează confidențialitatea înregistrărilor şi în care se asigură securitatea lor fizică;

6.3 RC

- verifică modul cum sunt elaborate, verificate, păstrate şi eliminate înregistrările.

- arhiveaza, pastreaza si distruge inregistrarile calitatii.

6.4 Seful de laborator
- arhiveaza, pastreaza si distruge inregistrarile tehnice.
- păstrează şi protejează înregistrările din anul în curs;
- asigură condiţii de securitate şi confidenţialitate pentru păstrarea înregistrărilor
- completeaza inregistrari specifice activitatii proprii si supervizeaza modul de inregistrare a activitatii de restul personalului;
- pastreaza inregistrari de origine externa.
- raspunde de eliminarea inregistrarilor la expirarea termenului de pastrare.

6.5 Personal executant din Laborator
- completeaza inregistrarile pentru activitatile desfasurate.

7. INREGISTRARI

Nr.crt.	Denumirea inregistrarii	Suport	Completeaza	Timp de păstrare	Loc de păstrare
1	Lista inregistrărilor calităţii	Formular cod FL-4.13-01	RC	4ani	Laborator
2	Lista înregistrărilor tehnice	Formular cod FL-4.13-02	Sef Laborator	4 ani	Laborator
3	Pagina de indexare frontală a dosarelor cu inregistrări	Formular cod FL-4.13-03	Sef Laborator	4 ani	Laborator
4	Registru de arhivă	Registru cod RL-4.13-01	Responsabil arhivare	4 ani	arhiva
5	Proces verbal de eliminare	Formular cod FL-4.13-04	Sef Laborator	1 an de la pierderea valab	Laborator

8. ANEXE

8.1. Anexa 1. Lista inregistrarilor calităţii , cod FL-4.13-01
8.2. Anexa 2. Lista înregistrărilor tehnice, cod FL-4.13-02
8.3. Anexa 3. Model formular pagina de indexare frontala a dosarelor cu inregistrarile , cod FL-4.13-03
8.4. Anexa 4. Model registru de arhiva, cod RL-4.13-01
8.5. Anexa 5. Model formular Proces verbal de eliminare, cod FL-4.13-04.

Anexa 1

LISTA ÎNREGISTRĂRILOR CALITĂȚII

Nr. crt.	**Denumirea înregistrării**	**Codul înregistrării**	**Nume, prenume şi semnătura**				**Durata păstrării**
			Întocmeşte	**Verifică**	**Aprobă**	**Păstrează**	

Elaborat:
RC

Aprobat:

Director DLNR

Director general DGMSC

FL –4.13 – 01
Ediția 1 /
Revizia 0 /

Anexa 2

LISTA ÎNREGISTRĂRILOR TEHNICE

Nr. crt.	**Denumirea înregistrării**	**Codul înregistrării**	**Durata /Locul păstrării**

Elaborat:
Sef de laborator

Aprobat:

Director DLNR

Director general DGMSC

FL – 4.13 – 02
Ediția 1 /
Revizia 0 /

Anexa 3

MODEL PAGINĂ DE INDEXARE FRONTALĂ A DOSARELOR CU ÎNREGISTRĂRI

Nr. crt.	**Înregistrarea**	**Codul înregistrării**	**Data**	**Durata**

Elaborat:
Sef de laborator

Aprobat:

Director DLNR

Director general DGMSC

FL – 4.13 – 03
Ediția 1 /
Revizia 0 /

Anexa 4

MODEL REGISTRU DE ARHIVĂ

Nr. crt.	**Documentul Înregistrarea**	**Data arhivării**	**Termenul de păstrare**	**Observații**	**Semnătura**

RL – 4.13 - 01
Ediția 1 /
Revizia 0 /

Anexa 5

MODEL PROCES VERBAL DE ELIMINARE

Încheiat astăzi …….. cu ocazia eliminării următoarelor înregistrări :

…… …….

…….

(nr. crt.) (titlul) (tematica)

Aprobat Intocmit

Director DLNR

Şef laborator

cod FL-4.13-04.
Editie 1.data:
Revizie0/data;

3.8. Annual Budget Plan

年間予算計画

Directia Laboratoare Naţionale de Referinţă- Serviciul Laborator Aer

Anexa nr.1

Necesar prevederi bugetare 2009

Nr.	Titlu / articol	Denumire	Total x 1.000 RON	Detaliere, justificare
0	1	2	3	4
	Titlul I	**Cheltuieli materiale**		
1	20.01	Bunuri si servicii, din care:		
a).	20.01.01	· Fumituri de birou (RECHIZITE)		
b).	20.01.02	· Materiale pentru curatenie	5	
c).	20.01.03	· Incalzit, Iluminat si forta motrica – responsabil DBFA		
d).	20.01.04	· Apa, canal, salubritate – responsabil DBFA		
e).	20.01.05	· Carburanti si lubrifianti – responsabil DBFA		
f).	20.01.06	· Piese de schimb	28	1.piese de schimb pentru analizoare, generator ozon (20 mii lei) 2.set vase teflon mineralizare (8 mii lei)
g).	20.01.07	· Transport (doar contracte pentru inchiriere microbus - persoane sau camioane – mutări mobilier)		

0	1	2	3	4
h).	20.01.08	· Posta, telecomunicatii, radio, TV, internet	1	1.transmitere colete probe aer
i).	20.01.09	• Materiale pentru prestari servicii cu caracter functional	114	1. Contract service IC (5 mil lei) 2. Contract service UV-VIS (6 mil lei) 3. Contract service GC (12 mil lei) 4. Contract service AAS (10 mil lei) 5. Contract service ORION aparatura laborator (analizoare, calibrator fix, calibrator portabil) (20 mil lei) 6. Contract curatare halate (3 mil lei) 7. Contract prestari servicii de neutralizare reziduri reactivi chimici (8 mil lei) 8. Reactivi si sticlarie de laborator, substante de referinta (5 mil lei) 9. Consumabile (16 mil lei) 11. Acreditare laborator (taxe RENAR) (15 mil lei) 12. Butelii gaz calibrator, GC , AAS (14 mil lei)
	20,01,30	Alte bunuri si servicii pentru intretinere si functionare (inclusiv consultanta acreditare laboratoare, implementare standarde de calitate, sa).	104	14 mil-Verificare metrologica (spectrofotometru UV-VIS , GC, AAS, analizoare, calibratoare, senzori meteo) 90 mil lei- proiectare si executie trasee gaz si adapost pt. butelii
2	20.02	Reparaţii curente		
3	20.05	Obiecte de inventar **Valoare unitara (cu TVA) < 1.800 lei**	2	prelungitoare (1 mil lei) cartus imprimanta memory stick
4	20.06	Deplasări, din care:		
a).	20.06.01	· Interne	15	

0	1	2	3	4
b),	20.06.02	externe	5	
5	20.11	Cărţi, publicaţii, tipărituri	7	referentiale, reviste de specialitate, manuale
6	20.13	Pregătire profesională	17,5	
7	20.14	Protecţia muncii (inclusiv medicamente)		
8	20.30	Alte cheltuieli: asigurari auto, chirii, anunt ziar pt. autorizatii, (Ordinul MMGA nr. 860 / 2002, art. 35, alin. 1), sa		
II	Titlul IX	**Cheltuieli de investiţii -total, din care:**		
1	71.01.01	Constructii		
2	71.01.02, 03	Mijloace fixe (masini, echipamente, mobilier, aparatura birotica, şa) Valoare unitara (cu TVA) ≥ 1.800 lei	45,5	1. PC pt spectrofotometru UV-VIS (3 mii lei) 2. Debitmetru (0.5mii lei) 3. Termohigrometre (10mii lei) 4. Mobiler specific (10 mii lei) 5. Sistem de climatizare (22 mii lei)
3	71.01.30	Alte cheltuieli (inclusiv reparatii capitale)		

Întocmit:Şef SLA Iulia Neacşu

Director Crina Hoţoiu

NRL　大気ラボラトリー課

添付資料１

2009 年度予算の作成に当たっての必要費用

番号	名目・項目	名称	合計（千レイ単位、１レイ＝40 円として換算）	内訳
1	2	3	4	5
	名目 1	材料用費用		
1	20.01	材料および作業。以下に内訳		
A	20.01.01	事務用具		
B	20.01.02	清掃用具	5（20 万円）	
C	20.01.03	電熱、動力（DBFA 責任者）		
D	20.01.04	上下水道、ごみ処理（DBFA 責任者）		
E	20.01.05	燃料、潤滑油（DBFA 責任者）		
F	20.01.06	交換部品	28（112 万円）	1. 測定器、O3 発生器用の交換部品（2 万レイ、80 万円） 2. 分解用テフロン容器（8 千レイ、32 万円）
G	20.01.07	移動費（人員のためのバスまたは家具移動のためのトラックのみ）		
H	20.01.08	郵便、通信、ラジオ、テレビ、インターネット	1（4 万円）	空気試料の小包発想費用

I	20.01.09	機材維持用サービスの費用	114（456 万円）	１．IC サービス契約（5 千、20 万円） ２．UV-VIS サービス契約（6 千、24 万円） ３．GC サービス契約（1 万 2 千、48 万円） ４．AAS サービス契約（1 万、40 万円） ５．ラボの測定器、固定構成機器、携帯用構成機器のサービス契約(ORION 社)(2 万、80 万円） ６．白衣洗濯契約（3 千、12 万円） ７．使用済み薬の処理業務契約（8 千、32 万円） ８．試薬、ラボ用のガラス品、標準材料（5 千、20 万円） ９．消耗品(9 千、36 万円) １０．　標準ガス・シリンダー、GC、AAS(1 万 4 千、56 万円)
	20.01.30	保全または稼動用の他材料（ラボラトリー認証コンサルタント費用、品質標準導入などを含む）	104（416 万円）	測定学的性能試験（UV/VIS 分光光度計、GC、AAS、測定器、構成機器、気象センサー）（1 万 4 千、56 万円） ガス流路、ガス・シリンダー保護用具の設計・製造（9 万、360 万円）
2	20.02	日常的修理		
3	20.05	棚卸の機材 付加価値税金込みで 1800 レイ以下の単	2（8 万円）	電気延延長線(1 千、40 万円) プリンターのトナー

		価		メモリー・スティック
4	20.06	出張費。以下は内訳		
A	20.06.01	国内	15（60 万円）	
B	20.06.02	国外	3（12 万円）	
5	20.11	書物、雑誌、出版物	5（20 万円）	参考文献、専門雑誌、マニュアル
6	20.13	職務に関する教育	7（28 万円）	
7	20.14	労働安全保護（薬剤を含む）	17.5（70 万円）	
8	20.30	その他（自動車保険、家賃、許可などの新聞広告）（2002 年第 860 号 MMGA 法第 35 条第 1 段による）		
II	名目 IX	投資の部。以下は内訳		
1	71.01.01	建造物		
2	71.01.02,03	固定資産（機会、設備、家具、事務用の機材）付加価値税金込みで 1800 レイ以下の単価	45.5（182 万円）	1．UV/VIS 分光光度計用のパソコン(3 千、12 万円) 2．流量計（0.5 千、2 万円） 3．温度湿度計（1 万、40 万円） 4．特設家具（1 万、40 万円） 5．空調機（2 万 2 千、88 万円）
3	71.01.30	その他（定期修理を含む）		

作成　　大気ラボ長　ネアクシュ・ユウリア　　局長　ホツォイユ・クリナ

ANNEX 4

Guideline for Air Quality Monitoring

Strategic Plan onitoring

大気質モニタリング戦略計画のための

ガイドライン

Plan Director
Planul Strategic de Monitorizare a Calității Aerului

Decembrie 2008

Cuprins

1. Introducere 1
1.1 Scopul Monitorizării Calității Aerului 1
1.2 Poluanți avuți în vedere, etc. 2
1.3 Categorii de stații de monitorizare a calității aerului 3
1.3.1 Stații de monitorizare generală a calității aerului 3
1.3.2 Stații de monitorizare de fond 3
1.3.3 Stații de monitorizare pentru surse de poluare specifice 3
1.3.3.1 Stații de monitorizare staționare pentru surse de poluare specifice 4
1.3.3.2 Stații de monitorizare a gazelor de eşapament auto 4
1.3.3.3 Stații de monitorizare pentru poluanți specifici 4
1.4 Conceptul fundamental de rețea de monitorizare a calității aerului 5
2. Numărul de stații 7
2.1 SO2, NO2, NOx, PM10, PM2.5, Plumbul, Benzenul şi CO 7
2.1.1 Aspectul sănătății umane 7
2.1.2 Aspectul ecosistemului şi vegetației 8
2.2 O3 9
3. Linii generale referitor la poziționarea optimă a stațiilor de monitorizare 11
4. Poziționarea optimă a stațiilor de monitorizare 15
4.1 Reprezentativitatea spațială a datelor de monitorizare 15
4.2 Predicții referitoare la concentrațiile din aerul ambiant în aria avută în vedere 16
4.2.1 Stabilirea ariei avute în vedere 16
4.2.2 Predicția concentrațiilor prin măsurători simple 16
4.2.3 Predicția concentrațiilor prin simulare 17
4.2.3.1 Colectarea, compilarea şi analiza informațiilor de bază 18
4.2.3.2 Colectarea, compilarea şi analiza inventarului de surse de poluare 18
4.2.3.3 Predicții cu privire la distribuția concentrațiilor prin simulare 19
4.3 Aprecierea poziționării optime a stațiilor de monitorizare a calității aerului ambiant 20
4.3.1 Aprecierea poziționării stațiilor prin rezultatele simulărilor 20
4.3.1.1 Evaluarea concentrației din zona avută în vedere în vederea simulării şi împărțirii zonale 20
4.3.1.2 Reîmpărțirea şi corectarea zonelor împărțite 21
4.3.1.3 Ajustarea poziționării stațiilor de SO2 şi NO2 22
4.3.2 Aprecierea poziționării optime a stațiilor de monitorizare pe baza datelor de la stațiile de monitorizare a calității aerului ambiant 23
4.3.3 Aprecieri integrate cu privire la poziționarea optimă a stațiilor de monitorizare 24

4.3.3.1 Poziționarea optimă a stațiilor de monitorizare a calității aerului ambiant . 24
4.3.3.2 Apreecierea poziționării optime a stațiilor de monitorizare de fond (background) 25
4.4 Apreecierea poziționării optime a stațiilor de monitorizare a surselor specifice de poluare 26
5. Imprejurimile stațiilor de monitorizare 27
5.1 SO2, NO2, oxizi de azot, PM10, PM2.5, Plumb, Benzen, CO 27
5.2 Ozonul 28
6. Monitorizarea calității aerului pentru noi poluanți 29
7. Evaluarea modelului de simulare 31
7.1 Incertitudinea modelului din directiva UE 31
7.2 Parametri de evaluare a modelelor generale 33
7.3 Parametrul de evaluare pentru modele fotochimice (USEPA) 34
7.4 Parametrii de evaluare pentru modelul de predicție a mediilor anuale în Japonia 35

1. Introducere

Planul director de față este trasat pe baza modului fundamental de gândire folosit de fiecare dintre Agențiile de Protecție a Mediului (APM) la stabilirea planului strategic de monitorizare a aerului.

1.1 Scopul Monitorizării Calităţii Aerului

Scopul monitorizării calității aerului este de a înțelege starea de poluare a aerului, sursele şi condițiile de generare a poluanților şi de a evidenția ariile cu concentrații înalte, pentru a înțelege dacă măsurile împotriva poluării aerului sunt sau nu eficiente prin efectuarea de monitorizare continuă a poluării aerului. In acelaşi timp, se pot evidenția tendințele poluării atmosferice din țară de-a lungul scurgerii timpului, iar prin aceasta se obține un material fundamental pentru dezvoltarea măsurilor contra poluării atmosferice.

Mai jos este prezentat un material mai concret cu privire la scopul principal.

(1) Confirmarea condiţiilor de îndeplinire a standardelor de calitate a aerului

Un obiectiv important este de a se decide dacă valorile concentrațiilor transmise de către stațiile de monitorizare se încadrează în standardele de mediu, însă şi mai important decât aceasta este ordonarea stațiilor de monitorizare pentru a se putea decide dacă valorile concentrațiilor din zona respectivă satisfac standardele de mediu.

(2) Supravegherea episoadelor de concentraţii înalte

Un alt scop important este evidențierea influențelor pe perioade scurte asupra mediului înconjurător, când au loc generări subite de poluanți din cauza unor fenomene meteorologice rare, etc. (contramăsuri de urgență) sau a influenței unor surse speciale de generare din zona-țintă.

(3) Relaţii cu măsurile de control al poluării aerului

In scopul găsirii de contramăsuri eficiente împotriva poluării aerului, este necesar să se dezvolte modele de simulare şi să se analizeze relația între emisia de substanțe poluante în aer şi concentrația acestora în mediul înconjuurător. Eficiența fiecărei contramăsuri împotriva poluării aerului este calculată, astfel ca să se poată alege cea mai eficientă propunere. In scopul de a verifica precizia modelelor simulate sunt folosite rezultatele monitorizării calității aerului.

Un alt scop al monitorizării calității atmosferei este verificarea eficienței măsurilor împotriva poluării aerului deja puse în practică.

(4) Promovarea controlului calităţii aerului

Ca măsură de control al mediului, în scopul de a stopa rapid efectele activităților umane este necesar să se evidențieze condițiile poluării aerului. De exemplu, în scopul evaluării influenței unei dezvoltări pe scară largă, este nevoie să se evalueze influențele înainte şi după implementarea respectivei dezvoltări şi totodată motivul pentru care monitorizarea calității aerului este esențială.

1.2 Poluanţi avuţi în vedere, etc.

In prezent, poluanții monitorizați în cadrul controlului calității aerului sunt cei stabiliți prin standardele de mediu ale României. Pe lângă aceasta, cu privire la substanțele considerate a fi emise din surse speciale, poluanții-țintă vor fi specificați numai pentru zona în care aceste surse sunt localizate.

Metodele de măsurare a fiecărui poluant, frecvența de măsurare, raportarea rezultatelor, etc., sunt cele stipulate prin legislație, standardele europene, etc.

1.3 Categorii de staţii de monitorizare a calităţii aerului

Staţiile de monitorizare a calităţii aerului sunt categorisite în staţii de monitorizare generală a calităţii aerului, staţii de monitorizare de fond, staţii de monitorizare pentru surse specifice (staţii staţionare pentru surse specifice, staţii de monitorizare a gazelor de eşapament de la autovehicule) şi staţii de monitorizare a poluanţilor specifici, precum urmează:

1.3.1 Staţii de monitorizare generală a calităţii aerului

Staţiile de monitorizare generală a aerului sunt menite să monitorizeze calitatea aerului atmosferic în zone cu populaţie relativ concentrată. Rezultatele monitorizării sunt folosite ca informaţii de bază la evaluarea satisfacerii standardelor de calitate a aerului, implementări de măsuri urgente, definiri ale standardelor de emisie, examinări ale efectelor contramăsurilor sau investigaţii pentru protecţia împotriva efectelor asupra corpului uman, etc.

Substanţele monitorizate pentru staţiile de monitorizare generală sunt SO2, NOx (NO, NO2), CO, O3, PM (PM10, PM2.5), VOCs, etc. Parametrii meteorologici observaţi sunt direcţia şi viteza vântului, temperatura, umiditatea relativă, presiunea atmosferică, radiaţia solară, radiaţia netă, etc. Fiecare dintre parametri îşi are caracteristicile proprii, care trebuie luate în consideraţie la poziţionarea staţiilor de monitorizare.

1.3.2 Staţii de monitorizare de fond

Staţiile de monitorizare de fond sunt menite să monitorizeze concentraţii de fond neafectate de către sursele de poluare din zona avută în vedere. Funcţie de caracteristicile direcţiei şi vitezei vântului, în unele cazuri sunt necesare mai multe staţii de monitorizare de fond. In principiu, o asemenea staţie trebuie plasată înaintea zonei, raportat la direcţia majoră a vântului. Poziţiile staţiilor trebuie să fie la periferia zonei şi în arii ne-rezidenţiale pe cât posibil. Staţiile de monitorizare de fond trebuie să monitorizeze toţi poluanţii şi parametrii meteorologici.

1.3.3 Staţii de monitorizare pentru surse de poluare specifice

Staţiile de monitorizare pentru poluanţii specifici sunt menite să monitorizeze efectele surselor de poluare specifice. Ele se împart în staţii de monitorizare staţionare specifice, staţii pentru gaze de eşapament auto şi staţii de monitorizare pentru poluanţi specifici.

1.3.3.1 Staţii de monitorizare staţionare pentru surse de poluare specifice

Stațiile de monitorizare staționare pentru surse specifice de poluare sunt menite să monitorizeze poluanții generali emişi din surse staționare specifice. In acest scop, stațiile trebuie plasate în punctele cele mai afectate de sursa de emisie avută în vedere. Poluanții monitorizați se pot limita la cei relativi la sursa de poluare avută în vedere.

1.3.3.2 Staţii de monitorizare a gazelor de eşapament auto

Stațiile de monitorizare a gazelor de eşapament auto sunt menite să monitorizeze efectul gazelor de eşapament provenite de la automobile pe marginea drumului, fiind unul din tipurile de stațiile de monitorizare a surselor specifice de poluare. Poluanții monitorizați sunt NOx (NO, NO2), CO, PM, VOC-uri, SO2, susceptibile a fi emise de către automobile. In general, ozonul este descompus instantaneu pe marginea drumurilor datorită cantităților mari de oxizi de azot emişi. Astfel, nu este necesar să se monitorizeze ozonul dacă nu există alte scopuri speciale.

1.3.3.3 Staţii de monitorizare pentru poluanţi specifici

In unele cazuri există poluanți specifici emişi de către fabrici. De exemplu, vaporii de mercur sunt emişi de către fabricile producătoare de mercur, fluorul e emis din fabrici de aluminiu şi sticlă, iar mercaptanii (substanțe ofensive) sunt emişi în fabrici de hârtie. Din această cauză este necesar să se adauge monitorizarea poluanților specifici la cea a poluanților ordinari. Poluanții monitorizați depind de materialele emise de la respectivele fabrici.

1.4 Conceptul fundamental de reţea de monitorizare a calităţii aerului

Intrucât concentraţia poluanţilor atmosferici variază atât în timp cât şi în spaţiu, este ideal să se implementeze monitorizarea continuu în timp şi acoperind tot spaţiul avut în vedere. Privitor la câţiva poluanţi atmosferici, echipamentul automat de monitorizare continuă nu este practicat, iar monitorizarea continuă în tip este posibilă. Cu toate acestea, pe lângă metodele libere necertificate în UE, echipamentul actual de monitorizare continuă poate monitoriza numai concentraţii din jurul gurii de prelevare. Pe de altă parte, din cauza limitărilor financiare şi de forţă de muncă, numărul de staţii care pot fi instalate practic în ariile avute în vedere este foarte limitat.

Astfel, este nevoie să se determine numărul de staţii de monitorizare în scopul de a se monitoriza concentraţiile din aerul ambient cu precizie pe baza rezultatelor furnizate de acest număr limitat de staţii şi locurile potrivite de instalare a acestora. In practică, după amplasarea adecvată a staţiilor de monitorizare pentru fiecare poluant, distribuţia optimă se va gândi pentru aranjarea şi integrarea în staţii integrate de monitorizare pentru componente multiple. In conformitate cu amplasarea "Staţiilor de monitorizare de fond"şi "Staţiilor de monitorizare a poluanţilor specifici", celelalte metodologii sunt necesar a fi menţionate separate.

Scopul principal al acestui plan director este explicarea metodei de determinare a numărului şi amplasării staţiilor de monitorizare într-un mod theoretic şi cantitativ. La aceasta se vor adăuga consideraţii cu privire la vecinătatea staţiilor în cazuri practice de amplasare a staţiilor. Pe de altă parte, detaliile metodelor de măsurare a fiecărui poluant, etc. vor fi incluse în alt plan director.

De exemplu, atunci când datele monitorizate din staţii de monitorizare continuă sunt transmise în timp real către serverul principal, în cazul în care capacitatea serverului este suficientă nu mai e necesar controlul datelor de monitorizare de către fiecare dintre staţii. Cu toate acestea, în scopul evaluării şi utilizării practice, datele de monitorizare trebuie compilate favorabil pentru fiecare categorie de staţii.

Staţiile de monitorizare generale şi de fond pot fi compilate laolaltă, însă staţiile de monitorizare a surselor specifice de poluare trebuie compilate separat. In mod special, staţiile de monitorizare a surselor staţionare specifice şi staţiile de monitorizare a poluanţilor specifici urmăresc monitorizarea influenţelor de la fabrici specifice şi trebuie tratate în mod diferit. De exemplu, în Japonia toate rezultatele monitorizării sunt publicate, însă rapoartele sunt împărţite pentru staţii de monitorizare generală şi saţiide monitorizare a gazelor de eşapament auto.

Cu toate acestea, unele staţii instalate la început în scopul monitorizării influenţei fabricilor sunt uneori transformate mai târziu în staţii de monitorizare generală. In cazul în care o

fabrică este instalată şi funcționează în continuu în aria avută în vedere, aceasta devine o sursă de emisii către mediu în general.

Categoriile staţiilor de monitorizare nu sunt nici absolute şi nici eterne, însă este bine ca destinația fiecăreia să fie cât mai clară.

2. Numărul de staţii

Numărul minim de staţii este definit clar în legislaţia din România (ordinul ministerial Nr. 592-2002).

2.1 SO2, NO2, NOx, PM10, PM2.5, Plumbul, Benzenul şi CO

Criteriile sunt incluse în anexa nr. 3 din actul normativ, A.

2.1.1 Aspectul sănătăţii umane

Este numărul minim de puncte de prelevare pentru măsurători fixe pentru a asigura îndeplinirea valorilor limită de protecţie a sănătăţii umane şi pragurile de alertă în zone şi aglomerări în care măsurările fixe sunt singure surse de informaţie.

a) Surse dispersate

Tabelul 1 Număr minim de staţii pentru surse dispersate

Populaţia în aglomerare sau zonă (mii locuitori)	Dacă concentraţiile depăşesc pragul superior de evaluare	Dacă concentraţiile maxime sunt între pragurile de evaluare superior şi inferior	Pentru SO2 şi NO2, în aglomerări unde concentraţiile maxime sunt sub pragul inferior de evaluare
0-249	1	1	Nu se aplică
250-499	2	1	1
500-749	2	1	1
750-999	3	1	1
1 000-1 499	4	2	1
1 500-1 999	5	2	1
2 000-2 749	6	3	2
2 750-3 749	7	3	2
3 750-4 749	8	4	2
4 750-5 999	9	4	2
> 6 000	10	5	3
	Pentru NO2, pulberi (PM10 şi PM2.5), benzen şi CO: a		

	se include cel puțin o stație urbană de fond şi una de trafic, dacă aceasta nu rezultă în creşterea numărului de stații		

b) Surse punctuale

In scopul evaluării poluării în vecinătatea surselor punctuale, numărul de puncte de prelevare pentru măsurători fixe trebuie calculat ținându-se cont de densități de emisie, tipurile de distribuție a poluării ambientale considerate şi expunerea potențială a populației.

2.1.2 Aspectul ecosistemului şi vegetaţiei

Numărul minim de puncte de prelevare pentru măsurători fixe în scopul îndeplinirii valorilor limită de protecție a ecosistemelor şi vegetației în zone, alte decât aglomerații.

Tabelul 2 Număr minim de stații pentru ecosistem şi vegetație

Dacă concentrațiile depăşesc pragul superior de evaluare	Dacă concentrațiile maxime sunt între pragurile de evaluare superior şi inferior
1 stație la 20.000kmp	1 stație la 40.000kmp

2.2 O3

Criteriile sunt incluse în anexa nr. 3 din actul normativ, B.

Numărul minim de puncte de prelevare pentru măsurări continue fixe în scopul evaluării calității aerului în vederea îndeplinirii valorilor-obiectiv, obiectivelor pe termen lung, informațiilor şi pragurilor de alertă în condițiile în care măsurarea continuă este singura sursă de informație.

Tabelul 3 Numărul minim de stații pentru O3

Populație (× 1 000)	Aglomerări (urbane şi suburbane)(a)	Alte zone (urbane şi suburbane)(a)	Fond rural
0 – 249		1	1 stație la 50000kmp ca densitate medie Toate zonele per Țară (b)
250 – 499	1	2	
500 – 999	2	2	
1000 - 1499	3	3	
1500 - 1999	3	4	
2000 - 2749	4	5	
2750 – 3749	5	6	
> 3 750	1 stație adițională la 2 mil. locuitori	1 stație adițională la 2 mil. locuitori	

(a) Cel puțin 1 stație în arii suburbane, în locurile unde se consideră că expunerea populației este maximă. In aglomerări, cel puțin 50% din stații trebuie plasate în zone suburbane.

(b) pentru terenuri complexe este recomandată 1 stație la 25000kmp.

Numărul minim de puncte de prelevare pentru măsurători fixe pentru zone şi aglomerații în vederea atingerii obiectivelor pe termen lung.

Numărul de puncte de prelevare pentru ozon trebuie să fie suficient pentru examinarea tendinței poluării cu ozon şi verificarea îndeplinirii obiectivelor pe termen lung, în condițiile combinării acestor puncte cu alte mijloace suplimentare de evaluare precum modelarea calității aerului şi măsurări de dioxid de azot în aceleaşi locuri. Numărul de stații plasate în aglomerări şi alte zone poate fi redus la o treime din numărul specificat în tabelul de mai sus.

Cel puțin o stație de monitorizare trebuie păstrată acolo unde singurele surse de informații provin de la stații de măsurare fixe. In cazul în care o eventuală reducere a stațiilor pe o zonă presupune eliminarea totală a stațiilor din acea zonă, trebuie asigurată o evaluare adecvată a concentrațiilor de ozon în condițiile obiectivelor pe termen lung prin coordonarea cu numărul de stații din zonele învecinate.

Numărul de stații de fond rurale trebuie să fie 1 la 100000kmp.

3. Linii generale referitor la poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare

In acest ghid general este descrisă metoda de poziţionare optimă a staţiilor de monitorizare, în special a celor pentru SO2 şi NO2 pentru care există o metodă de simulare stabilită. Procedurile pentru poziţionarea optimă a staţiilor de măsurare sunt descrise în Fig. 1. Tot aici este descris şi sumarul metodei de simulare.

(1) Stabilirea modelului de simulare

Un model de simulare mai precis trebuie stabilit pe baza datelor meteorologice, inventarului surselor de poluare, datelor de monitorizare a calităţii aerului, etc.

(2) Poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare cu ajutorul modelului de simulare

In general pentru poziţionarea propice a staţiilor se foloseşte metoda simulării, care este foarte folositoare atunci când există câteva staţii în aria avută în vedere sau se consideră noi staţii de monitorizare. Această metodă este utilă şi pentru reevaluarea staţiilor de monitorizare existente. In România există 114 staţii de monitorizare automată, care monitorizează majoritatea poluanţilor. Cu toate acestea, structura poluării aerului (ex. Surse de poluare, etc.) se schimbă cu timpul, astfel că la anumite intervale de timp este necesară reevaluarea reţelei de monitorizare.

Primul pas al procedurii de poziţionare optimă a staţiilor de monitorizare este împărţirea ariei avute în vedere pentru SO2 şi NO2 conform rezultatelor simulării. In continuare, ariile împărţite se reîmpart sau se corectează pentru a se defini ariile reprezentative pentru SO2 şi NO2. După aceasta, se ajustează între ele ariile pentru SO2 şi NO2 şi se apreciază cele mai potrivite poziţii ale staţiilor, aceasta incluzând eventuale integrări sau desfiinţări.

(3) Poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare cu ajutorul datelor de la staţiile de monitorizare a aerului ambiant

Poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare cu ajutorul datelor de la staţiile de monitorizare este utilă în cazul în care aria avută în vedere conţine multe staţii de monitorizare, astfel că unele au zone de acoperire suprapuse. Astfel, cu ajutorul analizei de grup se face evaluarea similarităţii datelor de monitorizare de la fiecare staţii şi se apreciază ce staţii pot fi integrate sau desfiinţate.

(4) Aprecieri integrate cu privire la poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare

In scopul efectuării unei aprecieri integrate cu privire la poziţionarea optimă a staţiilor de

monitorizare se investighează totalitatea rezultatelor poziționării făcute prin simularea dispersării aerului, poziționării stațiilor de fond şi poziționării stațiilor destinate surselor specifice de poluare şi se elaborează poziționarea finală a stațiilor de monitorizare.

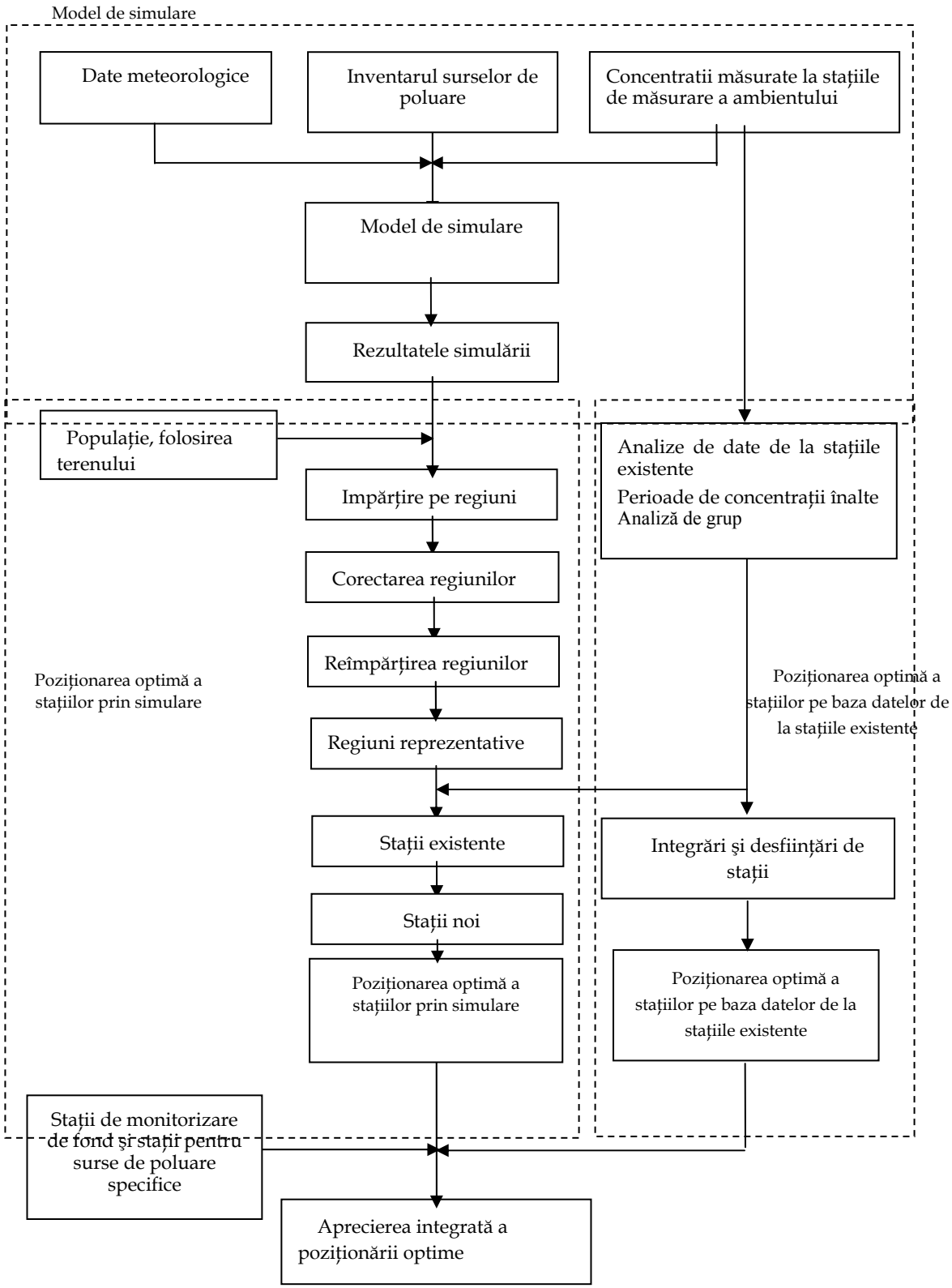


Figura 1 Procedura pentru poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare

4. Poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare

Vom considera poluanţii SO2 şi NO2, deoarece cu privire la ei există deja rezultate. Pentru aprecierea integrată a poziţionării optime a staţiilor de monitorizare, se ajustează rezultatele pentru SO2 şi NO2 pe cât posibil din punct de vedere economic, al eficienţei continuităţii şi evaluării datele.

4.1 Reprezentativitatea spaţială a datelor de monitorizare

Ariile cu abateri medii de concentraţie pe o perioadă deasupra domeniului ΔC se reprezintă fiecare printr-o valoare de monitorizare. Această valoare se numeşte „valoare reprezentativă a ariei", iar aria la care se referă această valoare se numeşte „aria reprezentată." In cazul în care fiecare dintre staţii reprezintă regiuni de suprafaţă maximă posibilă iar aria avută în vedere se poate împărţi în regiuni optime, atunci se spune despre aceste staţii că au „reprezentativitate a regiunii". Poziţionarea staţiilor astfel încât ele să aibă reprezentativitate este ceea ce se numeşte "poziţionare optimă a staţiilor de monitorizare".

Dintre tipurile de organizare a datelor de monitorizare (instantanee, orare, zilnice, anuale, etc.) mediile anuale sunt cele mai potrivite pentru judecarea condiţiilor de poluare ale ariei avute în veere, iar evaluarea este în principiu implementată pentru aceste valori anuale. Cu toate acestea, în cazul în care din media anuală nu se poate face o judecată a impactului direct al unei surse de poluare, se pot folosi şi date orare.

4.2 Predicţii referitoare la concentraţiile din aerul ambiant în aria avută în vedere

La plasarea staţiilor în aria avută în vedere, este posibilă plasarea empirică a staţiilor pe baza poziţiilor surselor de poluare şi a direcţiilor dominante ale vântului. Aceasta e însă o metodă calitativă care nu se poate evalua cantitativ. Din această cauză, este necesar să se facă predicţii asupra distribuţiei concentraţiilor în respectiva arie şi să se efectueze un algoritm adecvat pentru aprecierea poziţionării optime a staţiilor de monitorizare, algoritm care să poată fi evaluat cantitativ.

Predicţia distribuţiei concentraţiilor în aria avută în vedere se poate face fie prin măsurători simple, fie prin simulare. Aceste metode permit predicţia concentraţiilor de SO2 şi NO2 din zonă.

4.2.1 Stabilirea ariei avute în vedere

Aria avută în vedere se stabileşte după organizarea regională (ex. Un judeţ), după care se fac investigaţiile pentru poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare. In general se împart întâi zone cu laturi de câteva zeci de kilometri, care se împart apoi în pătrate cu latura de 1 km, după care se fac predicţiile pe baza simulării. Cu toate acestea, în cazul în care mai mult de 90% dintr-o zonă este nepopulată (păduri, teren necultivat, lacuri, râuri), nu se mai face împărţirea în pătrate cu latura de 1km.

4.2.2 Predicţia concentraţiilor prin măsurători simple

In mod teoretic predicţia distribuţiei de concentraţii în zona avută în vedere se poate face şi fără simulare, doar prin măsurători simple cu prelevare pasivă. Cu toate acestea, în practică estimarea mediilor anuale prin măsurători simple făcute pe pătrate de 1kmp este imposibilă, în condiţiile în care este necesară procurarea spaţiului de amplasare, aprobări pentru dispunerea prelevatorilor, luarea de măsuri împotriva furtului sau interferenţelor şi de mână de lucru pentru amplasare, colectare şi analiza prelevatoarelor.

Din această cauză, predicţia prin măsurători simple se implementează doar pentru completarea rezultatelor simulărilor. Ca exemplu, se implementează măsurători simple în locuri cu distribuţii de concentraţie deja estimate pentru a se confirma precizia simulării şi a concentraţiilor calculate.

4.2.3 Predicţia concentraţiilor prin simulare

La implementarea simulării pentru predicţia concentraţiilor de SO2 şi NO2 într-o zonă sunt necesare inventarul surselor de poluare şi informaţii referitoare la domeniul de dispersie (direcţiile şi vitezele vântului, parametri referitori la stabilitatea atmosferică). Deşi această metodă necesită eforturi şi cheltuieli considerabile, ea are avantajul că timpii de mediere a valorilor se pot alege arbitrar şi că se pot face estimări cu privire la surse de poluare proiectate să apară în viitor.

Structura de principiu a simulării este prezentată în Figura 2. Datele introduse în modelul de simulare sunt date meteorologice, date referitoare la surse de poluare şi valori ale concentraţiilor în aerul ambiant. Datele meteorologice introduse se procesează date oferite de staţiile de monitorizare a aerului şi condiţiilor meteorologice. Datele de inventar al surselor de poluare sunt colectate şi procesate ca date de pornire pentru model.

Pentru simulare se pot folosi şi modele aprobate difuzate gratuit, precum ISCST3.

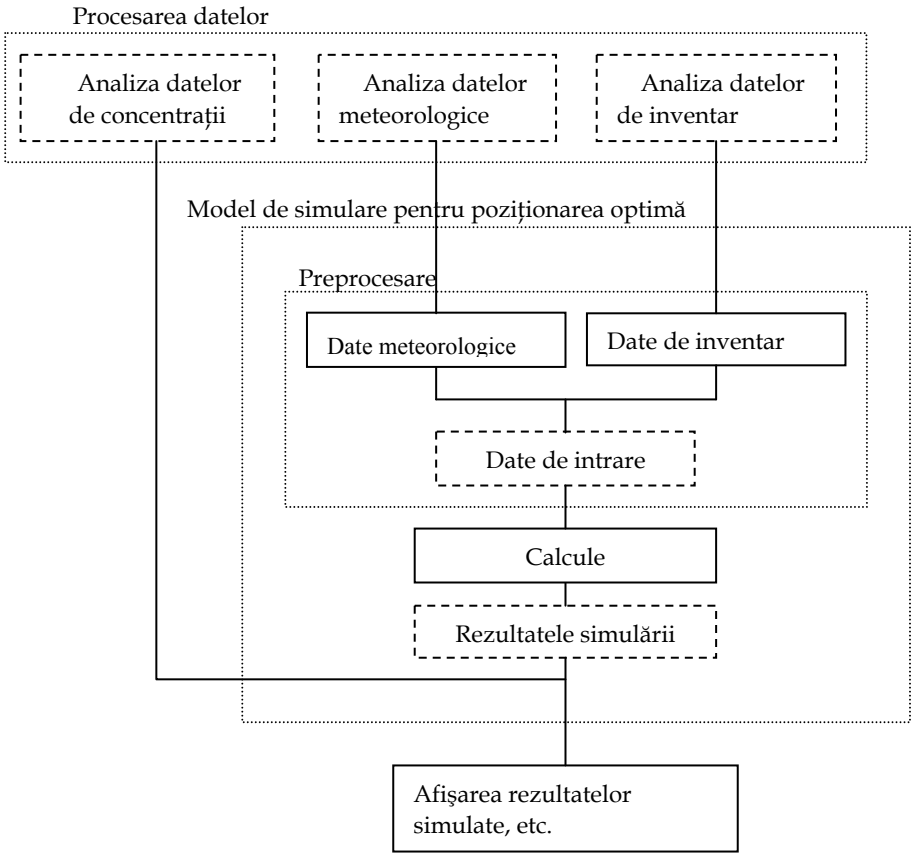


Figura 2 Structura de bază a simulării

4.2.3.1 Colectarea, compilarea şi analiza informaţiilor de bază

(1) Colectarea şi compilarea informaţiilor de bază

Se colectează şi se compilează nformaţiile de bază pentru poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare:

- Hărţi (geografice, folosirea terenului, drumuri, etc.)
- Statistici de bază (populaţie, socială, economică, industrială)
- Instituţii (organigrame, roluri, domenii)

(2) Colectarea şi compilarea datelor de concentraţie în aerul ambiant

Se colectează şi compilează datele de monitorizare pentru SO2 şi NO2. In scopul evaluării preciziei datelor, este bine să se verifice date din ani şi condiţii de operare diferite a fiecărei staţii Se face o analiză standard a datelor colectate:

- Medii anuale, valori maxime, ore şi zile pe an de măsurare efectivă.
- Condiţiile de încadrare în standardul calităţii aerului, variaţiile de concentraţie lunare, sezoniere, săptămânale şi orare, tendinţele multianuale
- Direcţiile majore şi vitezele vântului
- Rozele vânturilor: anuală, sezonieră, lunară

In cazul în care există suficiente staţii existente, se analizează datele de monitorizare de la staţii pentru a se investiga reprezentativitatea şi eventualele integrări posibile.

(3) Colectarea, compilarea şi analiza datelor meteorologice

Se colectează şi se compilează datele necesare de la staţiile meteorologice şi de monitorizare, precum direcţiile şi vitezele vântului, temperatura, radiaţia solară, radiaţia netă, nori, etc. Pe lângă acestea se introduc valorile normale sau alte valori privitoare la direcţia şi viteza vântului, etc. şi se fac comparaţii şi investigaţii pentru valorile anuale şi lunare.

4.2.3.2 Colectarea, compilarea şi analiza inventarului de surse de poluare

(1) Date de inventar din surse staţionare

Pentru simulare se fac inventare de date pentru SO2 şi NO2 de la surse staţionare mari ca surse punctuale şi surse staţionare mici ca surse zonale.

Pentru surse mari, se colectează date de inventar privitoare la fabrici şi alte stabilimente, pentru a se verifica metoda de investigare pentru inventar şi datele în sine. In plus, analiza făcută trebuie evaluată folosind orice fel de date, precum consumul de energie, producţia industrială, sectoare industriale majore, populaţie, etc.

Pentru surse mici, se colectează datele statistice pentru zone şi se compilează şi analizează indicatorii economico-sociali şi consumul de energie în zonă. Emisiile de poluanți de la aceste surse se calculează prin ponderarea lor cu factori de emisie adecvați.

(2) Inventarul surselor mobile

In cazul în care inventarul surselor mobile nu e suficient, se fac investigații cu privire la volumul traficului pe drumurile majore pentru a se obține informații de bază în vederea estimării emisiilor de la surse mobile precum automobilele. Numărul de puncte de investigație şi tipurile de vehicule se decid prin discuții cu autoritățile de resort.

După compilarea şi verificarea datelor colectate de inventariere a surselor mobile, se face analiza de inventar. Pe baza rezultatelor analizei se pot colecta date adiționare sau suplimentare. Coordonatele rețelei de drumuri se pot verifica folosind aplicații GIS.

Factorii de emisie pentru automobile se stabilesc luându-se în considerare compoziția vehiculelor după vechimea modelelor şi efectele deteriorării datorate învechirii.

Se investighează dacă este necesară estimarea emisiilor de la căi ferate, vapoare sau avioane, iar dacă se consideră necesar se calculează emisiile după numărul de kilometrii parcurşi ponderați cu factori de emisie.

4.2.3.3 Predicţii cu privire la distribuţia concentraţiilor prin simulare

Este bine să se stabilească modele de simulare optime pentru zonele avute în vedere prin îmbunătățirea la maximum a consistenței calculelor raportată la măsurări. Pe baza modelului de simulare cu precizie îmbunătățită se pot face predicții cu privire la distribuția concentrațiilor SO2 şi NO2.

In Tabelul 4 sunt prezentate punctele esențiale la stabilirea unui model de simulare.

Tabelul 4 Punctele esențiale ale unui model de simulare

Articol	Conținut
Inventarul surselor de poluare	Verificare a consistenței cu o flacără de consum al combustibilului
	Verificare conținut de sulf, volume de gaze pe coş, tipuri operaționale, înălțimii de stivuire
	Verificare kilometri parcurşi de vehicule, tipuri de şoferi, etc.
Date de concentrații şi meteorologice	Verificare: cât de adecvate sunt datele despre calitatea aerului şi datele meteorologice colectate (direcția şi viteza vântului, temperatura, etc.)
Parametri	Verificarea parametrilor de difuzie

4.3 Aprecierea poziţionării optime a staţiilor de monitorizare a calităţii aerului ambiant

Se implementează o simulare pentru a investiga distribuţia concentraţiilor de SO2 şi NO2 în zona avută în vedere şi a clarifica reprezentativitatea staţiilor din regiune. Poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare se examinează pe baza rezultatelor reprezentativităţii staţiilor din regiune. In cazul în care există staţii de monitorizare în zonă, este bine ca regiunile reprezentate de acestea să fie estimate prin informaţii privitoare la amplasare, etc.

4.3.1 Aprecierea poziţionării staţiilor prin rezultatele simulărilor

4.3.1.1 Evaluarea concentraţiei din zona avută în vedere în vederea simulării şi împărţirii zonale

Se împarte zona în regiuni prin aplicarea metodei de divizare a concentraţiilor după distribuţia concentraţiilor de NO2 şi SO2 prezisă prin simulări, etc. în zona avută în vedere. Există câteva metode de divizare a concentraţiilor, din care se adoptă cea mai simplă, cea a concentraţiei echivalente. Metoda concentraţiei echivalente constă în împărţirea în subzone pătrate egale pe verticală şi orizontală şi gruparea lor pe ranguri de concentraţii prin împărţirea în intervale egale △C, după care subzonele de acelaşi rang sunt grupate pe regiuni.

La împărţire se au în vedere următoarele puncte:

Concentraţia de pornire la împărţire va fi cea mai mare dintre cele prezise.

Atunci când subzonele de concentraţie egală sunt discontinue, ele trebuie puse în regiuni diferite.

Intervalul de împărţire pe ranguri (△C) se determină din concentraţia maximă şi minimă simulată. In Japonia se foloseşte în principiu un interval de 5ppb.

In Figura 3 e prezentat un exemplu de împărţire în regiuni prin simulare (de la A la G).

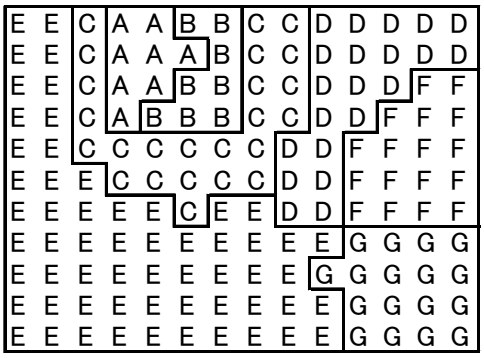


Figura 3 Impărțirea în regiuni pe baza rezultatelor simulării

4.3.1.2 Reîmpărţirea şi corectarea zonelor împărţite

Este bine să se facă subdiviziuni în cazul în care regiunile împărțite mai sus au forme specifice sau sunt prea mari. Regiunile candidate pentru reîmpărțire sunt:

① Regiuni inelare

In cazul în care în mijlocul regiunii există o enclavă de peste 5 pătrățele care aparține de altă regiune sau în cazul în care lățimea zonei este sub 3 pătrățele, sau în cazul în care perimetrul regiunii circulare este de peste 5 ori mai mare decât lărgimea ei.

② Regiuni prelungi

In cazul regiunilor cu lățimi mai mici de 3 pătrățele şi lungimi de peste 5 ori mai mari decât lățimi.

Numărul de reîmpărțiri se determină pe baza conceptului DAP (Dose Area Product, produsul dozelor pe zonă)

DAP=Aria zonei locuite din regiune(kmp)xVal. Mediană a concentrației în regiune(ppb)

Pentru estimarea numărului de reîmpărțiri, se calculează valorile DAP pe fiecare regiune împărțită până la acest pas. In cazul în care valoarea DAP a regiunii este sub cea standard pe stație din Tabelul 5, nu se face reîmpărțire. In cazul în care valoarea DAP depăşeşte standardul, se calculează numărul rediviziunilor cu ecuația de mai jos:

Nr. Rediviziuni=DAP regiune / DAP standard (parte întreagă)

Tabelul 5 DAP standard per stație (kmp x ppb)

	Inelară, prelungă	Regiune lată
SO_2	300	500
NO_2	500	800

Conform procedurii de mai sus se determină numărul de rediviziuni, dar nu este clar cum se redivizează regiunile. La reîmpărțire se vor avea în vedere următoarele puncte:

- există sau nu zone topografice diferite în regiune?
- care sunt efectele lacurilor, mării, etc.?
- care sunt efectele surselor de poluare din împrejurimi?
- care e proporția zonelor urbane şi densitatea de populație?
- Care e direcția majoră a vântului?

In Figura 4 este prezentat un exemplu de redivizare. Regiunea C e redivizată în C1, C2 şi C3, iar regiunea E în E1, E2 şi E3.

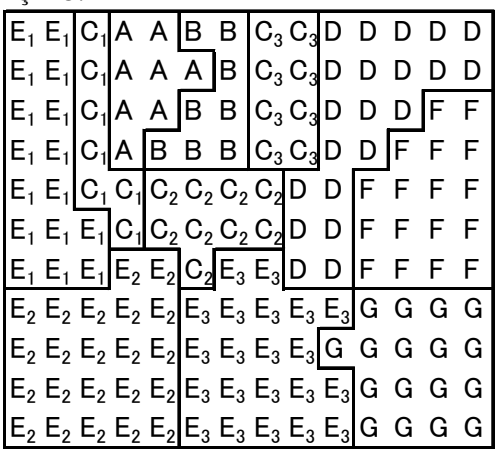


Figura 4 Examplu de corectare şi redivizare a regiunilor

4.3.1.3 Ajustarea poziţionării staţiilor de SO2 şi NO2

In general, regiunile reprezentative cu poziții optime ale stațiilor au distribuții diferite pentru SO2 şi NO2. Amplasarea de stații pentru a obține regiuni reprezentative specifice pentru SO2 şi pentru NO2 este teoretic posibilă, dar nu este convenabilă deoarece e nevoie de eforturi pentru a se aranja pozițiile, muncă multă la operare şi menținere, alte rațiuni economice, etc. Cauzele măsurărilor diferă şi ele şi apar greutăți la evaluarea concentrațiilor. In consecință, este nevoie de măsuri gândite pentru a se putea amplasa stații care să poată măsura şi SO2 şi NO2 din acelaşi loc pe cât posibil mai bine, fiind necesar să se gândească poziții optime în vederea acoperirii zonei avute în vedere folosind un număr minim de stații.

In Figura 2 e prezentat un exemplu de amplasare de stații de SO2 şi NO2. Zona din figură ar fi împărțită în cinci regiuni SO2 (stânga-sus) şi în patru regiuni NO2 (dreapta-sus). Pentru a se acoperi zona cu stații destinate măsurării ambilor poluanți astfel încât să se acopere toată regiunea rezultă o configurație precum în partea de jos. In final vor fi cinci stații care să

măsoare atât SO2 cât şi NO2.

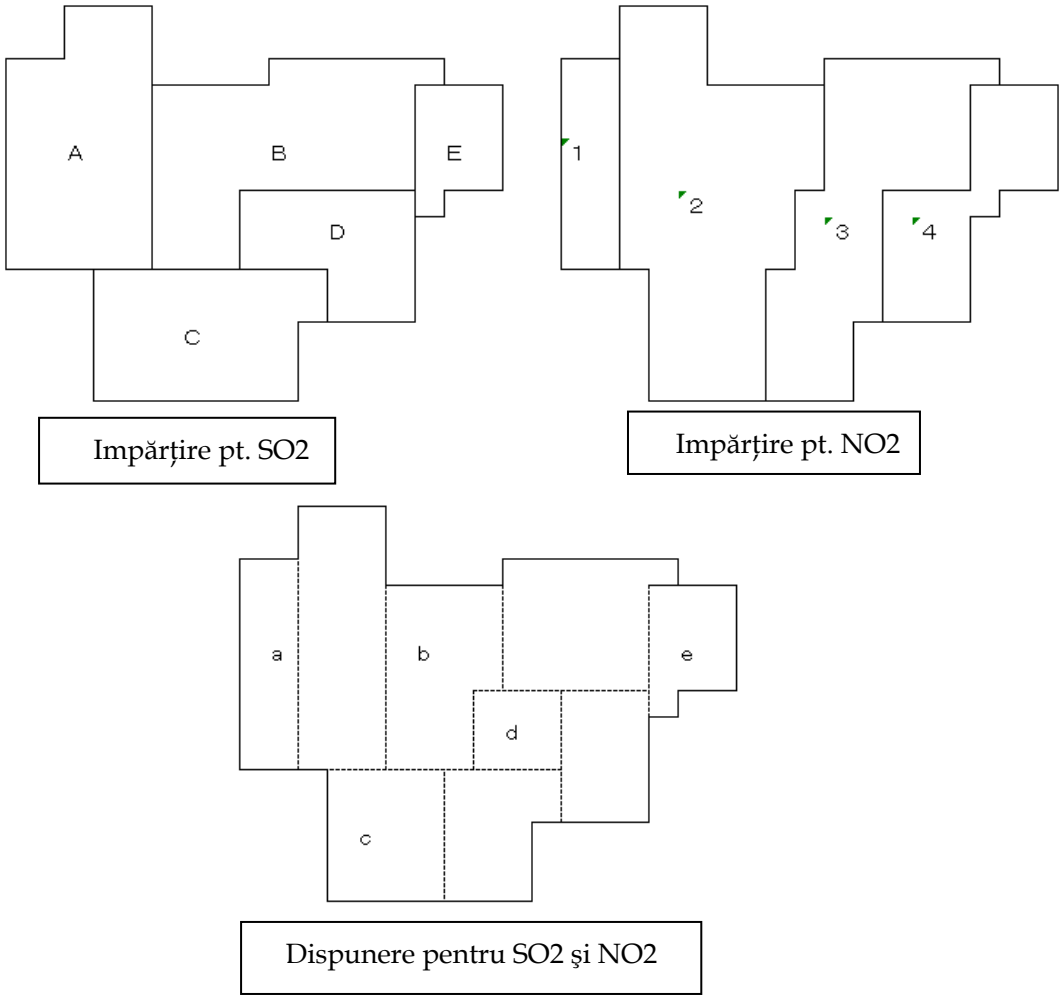


Figura 5 Exemplu de amplasare a regiunilor pentru SO2 şi NO2

4.3.2 Aprecierea poziţionării optime a staţiilor de monitorizare pe baza datelor de la staţiile de monitorizare a calităţii aerului ambiant

In cazul în care există multe stații în zona avută în vedere, în scopul investigării posibilităților de integrare sau desființare a unor stații se pot folosi metodele următoare: Analiza de grup (cluster) prin corelarea stațiilor cu valori orare din zile de concentrații ridicate, etc.

Divizarea stațiilor se face prin judecarea gradelor de corelație, astfel încât să se vadă care ar putea fi dispuse în aceeaşi regiune şi care nu. Aceeaşi metodă de apreciere a poziției optime prin simulare este folosită şi la investigarea stațiilor existente, reîmpărțirea zonelor sau

examinarea dispunerii staţiilor.

Figura 6 prezintă o dendrogramă care rezultă din analiza de grupuri. Pe axa X este fiecare staţie, iar pe axa Y coeficientul de corelaţie. Valoarea 30 de pe axa Y corespunde unui coeficient de corelaţie de 0.7. Staţiile se împart în cinci clase (A+C+B, D+F, E, G şi H) folosind linia din dreptul valorii 30 pe axa Y. Staţiile de aceeaşi clasă din noile zone A+C+B şi D+F pot fi fie integrate, fie desfiinţate, rămânând să fie amplasată câte o staţie din fiecare clasă.

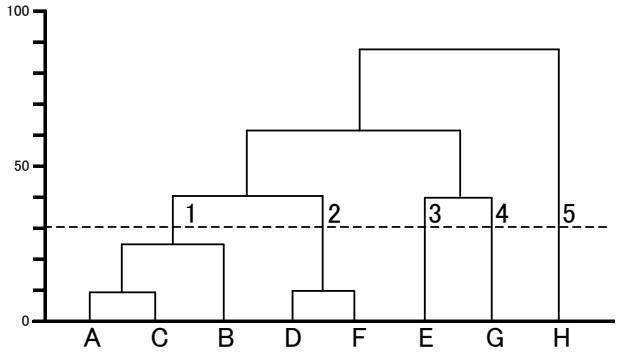


Figura 6 Dendrogramă prin analiza de grup (cluster)

4.3.3 Aprecieri integrate cu privire la poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare

4.3.3.1 Poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare a calităţii aerului ambiant

(1) Poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare a calităţii generale a aerului ambiant pentru SO2 şi NO2

In principiu se va plasa fiecare staţie în regiuni comune sau reprezentative pentru SO2 şi NO2 ajustate deja precum în paragraful 4.3.1.3 „Ajustarea poziţiei staţiilor de SO2 şi NO2".

In cazul în care apar regiuni reprezentative fără nici o staţie, se va plasa câte o staţie, în principiu în zona centrală a acestor regiuni. In cazul în care totuşi nu se pot plasa staţii în toate regiunile reprezentative din cauza limitărilor de buget sau timp, se va acorda prioritate staţiilor de fond.

In cazul în care apar regiuni cu mai multe staţiu, asta înseamnă că regiunile reprezentate de ele sunt suprapuse, deci pot exista unele staţii inutile. Dimpotrivă, în condiţii unui număr mic de staţii, staţiile existente nu pot acoperi toate regiunile reprezentative, fiind nevoie de amplasarea de staţii noi.

In acest caz, în cazul în care într-o regiune există o singură staţie, ea trebuie păstrată. In cazul în care există două staţii într-o regiune, una dintre ele trebuie păstrată conform

metodelor de poziționare optimă, iar cealaltă poate fi şi ea păstrată doar în cazul în care este utilizabilă ca stație de concentrații înalte pe termen scurt. In cazul în care cealaltă stație nu e utilizabilă ca stație de concentrații înalte pe termen scurt, se va decide dacă se desființează sau nu luându-se în considerare continuitatea istorică. In cazul în care prin examinare se decide că nu există nici un motiv special pentru ca o stație să rămână, ea poate fi candidată la desființare.

(2) Staţii de O3

Ozonul reacționează rapid în prezența NO, producându-se NO2. Din această cauză este nevoie să se aprecieze cu atenție în vederea monitorizării O3 în locuri cu concentrații ridicate de NO produs de automobile, etc., iar NO şi NO2 trebuie monitorizate simultan cu O3 ca fiind caracteristice pentru acesta. In general, concentrația O3 este constantă pe suprafețe largi, ea depinzând local de concentrația de NO, astfel că este dezirabil să se monitorizeze concentrația de O3 la stațiile reprezentative pentru SO2 şi NO2. Ținând seama de distribuția spațială a O3, rezoluția spațială a stațiilor de O3 poate fi inferioară celor reprezentative pentru SO2 şi NO2. Totuşi, în cazul monitorizării O3 trebuie ca NO şi NO2 să fie monitorizate simultan.

(3) Staţii PM şi staţii VOC

PM şi VOC nu sunt pentru substanțe singulare, ci pentru amestecuri. Pe lângă aceasta, concentrațiile depind de distribuția surselor de emisie şi procesele de producere a poluanților, din care cauză nu există o metodă stabilită pentru poziționări optime. Astfel, PM şi VOC sunt în principiu monitorizate la stațiile generale şi de autovehicule pentru SO2 şi NO2.

4.3.3.2 Apreecierea poziţionării optime a staţiilor de monitorizare de fond (background)

Stațiile de fond sunt necesare la proiectarea rețelei generale de monitorizare a aerului ambiant. In cazul în care în zona avută în vedere nu se poate plasa decât o singură stație, ea trebuie plasată pe cât posibil în fața vântului dominant față de regiune, în scopul ca ea să poată îndeplini atât rolul de stație de fond, cât şi pe cel de stație generală.

4.4 Apreecierea poziţionării optime a staţiilor de monitorizare a surselor specifice de poluare

(1) Poziţionarea optimă a staţiilor de monitorizare a surselor staţionare specifice de poluare pentru SO2 şi NO2

Poziționarea stațiilor de monitorizare pentru surse specifice este aproape determinată în cursul investigațiilor pentru poziționarea optimă a stațiilor de SO2 şi NO2.

Condițiile de apariție a concentrațiilor înalte pe surse specifice sunt în general precum urmează:

- Sursă de poluare la înălțime redusă în condiții de acalmie şi vânt slab
- Sursă de poluare la înălțime redusă în condiții de inversiune de suprafață
- Sursă de poluare la înălțime mare în condiții atmosferice instabile
- Sursă de poluare la înălțime mare în condiții de vânturi puternice
- Efecte geografice, condiții de vânt local

In scopul poziționării optime a stațiilor de monitorizare pentru surse specifice de poluare este nevoie să se investigheze pe cât posibil condițiile de concentrație înaltă descrise mai sus. Condițiile de concentrație înaltă pentru surse de poluare aflate la mică înălțime apar destul de deseori, iar concentrațiile înalte se reflectă în concentrația medie anuală, rezultatul fiind că aceste concentrații sunt monitorizate de o rețea cu stații reprezentative. In acest caz, nu este foarte necesar să se poziționeze stații specifice pentru acest tip de episod de concentrație mare. Astfel este relativ uşor să se aibă în vedere un episod de înaltă concentrație pe termen scurt produsă de o sursă de poluare la înălțime mare (peste 20 m). In acest caz poziționarea se va face în punctul estimat ca fiind cel de emisie la concentrație maximă. Aceasta presupune calcularea punctelor cu emisii maxime pe direcții şi viteze ale vântului şi indexuri de stabilitate în scopul de a se selecta punctele maxime per total în toate cazurile, după care să se poziționeze stațiile de monitorizare în punctul maxim. Uneori este nevoie de mai multe stații.

(2) Poziţionarea optimă pentru staţii de monitorizare a gazelor de eşapament de la autovehicule

In ce priveşte stațiile de monitorizare a gazelor de eşapament de la autovehicule, drumurile avute în vedere se vor împărții pe legături cu anumite caracteristici precum traficul zilnic, traficul pe timpul zilei-lumină, proporția de trafic greu, specificații ale drumului (număr de benzi, lățime, existența trotuarelor, pasarele, taluzuri, înălțări şi coborâri față de suprafața terenului, pante), aceste legături fiind apoi categorizate pentru a se selecta cele pe care se vor plasa stații de monitorizare. Cu această ocazie, se va lua în considerare câte o legătură reprezentativă pentru fiecare dintre categorii. Stațiile vor fi plasate pe marginea drumurilor legăturii reprezentative.

5. Imprejurimile staţiilor de monitorizare

Consideraţiile privitoare la împrejurimile staţiilor de monitorizare sunt definite în Ordinul Ministerial, anexele actului normativ A2 şi B2, precum „plasări la scară mică".

5.1 SO2, NO2, oxizi de azot, PM10, PM2.5, Plumb, Benzen, CO

Este bine să se respecte pe cât posibil regulile de mai jos:

a) Curgerea de-a lungul capului de prelevare trebuie să nu aibă îngustări sau obstrucţionări care să afecteze cursul aerului din vecinătatea prelevatorului (în mod normal este nevoie de câţiva metri distanţă de clădiri, balcoane, copaci sau alte obstacole şi cel puţin 0.5m în cazul punctelor de prelevare care reprezintă calitatea aerului pe linia clădirilor).

b) In general, punctul de prelevare se poziţionează la o înălţime cuprinsă între 1.5m (zona de respirat) şi 4 m deasupra pământului. In anumite condiţii poate fi necesară poziţionarea la înălţimi mai mari (până la 8m). Poziţionarea la înălţime poate fi preferabilă şi în cazul în care staţia este reprezentativă pentru o zonă întinsă;

c) Capul de prelevare nu trebuie poziţionat în imediata vecinătate a surselor de poluare pentru a nu se prelua emisii înainte ca ele să se amestece cu aerul ambiant.

d) Gura de evacuare a prelevatoarele trebuie poziţionată astfel încât să se evite recircularea aerului evacuat spre capul de prelevare.

e) Poziţionarea prelevatoarelor pentru trafic:

1. pentru toţi poluanţii, punctele de prelevare trebuie plasate la cel puţin 25m de marginea marilor joncţiuni şi la cel puţin 4m de centrul celei mai apropiate benzi de circulaţie.
2. Pentru dioxidul de azot şi monoxidul de carbon, gurile de prelevare trebuie să fie la cel puţin 5m de bordură.
3. pentru pulberi (PM10 şi PM2.5), plumb şi benzen, gurile de prelevare trebuie poziţionate astfel încât să fie reprezentative pentru calitatea aerului în apropierea şirului de clădiri.

Trebuie să se ţină cont şi de factorii de mai jos:

- Surse interferente;
- Siguranţă;
- Acces;
- Disponibilitatea curentului electric şi a comunicaţiilor telefonice;
- Vizibilitatea locului privind din împrejurimi;
- Siguranţa publicului şi a operatorilor;
- Dezirabilitatea de a se plasa în acelaşi loc puncte de prelevare pentru poluanţi diferiţi;
- Cerinţe referitoare la sistematizarea oraşului.

5.2 Ozonul

Este bine să se respecte pe cât posibil regulile de mai jos:

a) Curgerea aerului în jurul capului de prelevare trebuie să nu aibă îngustări (liberă pe un arc de cel puțin 270°), sau obstrucționări care să afecteze cursul aerului din vecinătatea prelevatorului (distanța minimă de la clădiri, balcoane, copaci sau alte obstacole trebuie să fie de cel puțin dublul diferenței de înălțime dintre obstacol şi prelevator).

b) In general, punctul de prelevare se poziționează la o înălțime cuprinsă între 1.5m (zona de respirat) şi 4 m deasupra pământului. Uneori înălțimea punctului de prelevare poate fi mai mare în zone cu copaci şi în unele cazuri de stații urbane.

c) Capul de prelevare trebuie plasat la o distanță destul de mare de cuptoare şi coşuri de incinerare şi la cel puțin 10m de cel mai apropiat drum, distanța crescând funcție de intensitatea traficului.

d) Gura de evacuare trebuie poziționată astfel încât să se evite recircularea aerului evacuat spre capul de prelevare.

Trebuie să se țină cont şi de factorii de mai jos:

1. Surse interferente;
2. Siguranță;
3. Acces;
4. Disponibilitatea curentului electric şi a comunicațiilor telefonice;
5. Vizibilitatea locului privind din împrejurimi;
6. Siguranța publicului şi a operatorilor;
7. Dezirabilitatea de a se plasa în acelaşi loc puncte de prelevare pentru poluanți diferiți;
8. Cerințe referitoare la sistematizarea oraşului.

6. Monitorizarea calităţii aerului pentru noi poluanţi

Valoarea concretă a limitei pentru PM2.5 (prima fază: media anuală de 25micrograme pe metru cub, de îndeplinit până la termenul de 1 ianuarie 2015) este decisă prin directiva UE publicată pe 31 mai 2008. Deşi România nu a decis încă transpunerea directivei UE în legislaţia naţională, în curând se va implementa monitorizarea completă a PM2.5.

Mai jos sunt explicate indicatorii de avut în vedere în cazul începerii monitorizării calităţii aerului cu privire la noi poluanţi, în special referitor la poziţionarea staţiilor de monitorizare.

Metoda de poziţionare optimă a staţiilor pentru calitatea aerului ambiant este menită să stabilească o monitorizare efectivă prin predicţia distribuţiei de concentraţii de poluant în special prin modele de simulare. Pentru a efectua simularea este aşadar nevoie să se facă un inventar al surselor de poluare.

Cu toate acestea, distribuţia surselor de poluare pentru noi poluanţi de monitorizat este în general necunoscută, din care cauză nu se pot aplica metodele care folosesc modele de simulare.

In aceste condiţii, abordarea posibilă în scopul unei prime aproximări presupune implementarea monitorizării respectivului poluant în staţiile existente funcţionând pentru monitorizarea altor poluanţi. Printre raţiunile care justifică această abordare se află aceea că staţiile existente sunt poziţionate deja în zone grav afectate de surse de poluare staţionare şi mobile precum şi în concentrări de populaţie cu grad ridicat de expunere la poluare. Pe lângă aceasta, monitorizarea noilor poluanţi la staţii deja existente are şi avantajul operării şi întreţinerii lor mai lesnicioase.

In principiu se consideră că PM2.5 este afectat mai mult de pulberi secundare generate de reacţii chimice mai curând decât de pulberi primare generate de procese mecanice majoritare la PM10 (care au dimensiuni mai mari). Cu toate acestea ne putem aştepta la o oarecare similaritate între distribuţiile PM2.5 şi PM10.

In consecinţă, în cazul în care se dispune de prea puţine date referitoare la distribuţia surselor poluante sau a concentraţiilor de poluant, este bine ca monitorizarea noilor poluanţi să se implementeze mai întâi în staţiile existente.

In continuare, în cazul în care se descoperă anumite surse de poluare care influenţează noul poluant, se poate folosi metoda pentru staţii de monitorizare a surselor specifice de poluant. In cazul în care se stabileşte că poluantul se scurge de la o clădire întreagă mai curând decât dintr-o stivă, se consideră că e mai potrivit să se implementeze monitorizarea în punctul cel mai apropiat de acea clădire, la limita dintre spaţiul public şi cel privat. Cu excepţia cazurilor de mase de aer de temperatură înaltă şi flotabilitate sporită emise din procese de combustie, poluanţii emişi nu se ridică la altitudine înaltă, ci difuzează începând de la o altitudine relativ joasă. In acest caz este de aşteptat ca valoarea maximă a concentraţiei să apară într-un punct

apropiat de sursa de emisie. Ca exemplu de monitorizare a unei surse specifice de poluare, metalele grele se monitorizează împrejurul echipamentelor de rafinare a acestora. In acest caz se va folosi metoda pentru surse de poluare specifice.

Aprecierea caracteristicilor poluanților avuți în vedere este posibilă chiar şi în unele cazuri în care nu se cunoaşte exact inventarul surselor de poluare şi se folosesc stațiile existente. De exemplu, particulele prelevate de PM2.5 au masa mai mică decât a celor prelevate în PM10 şi rămân mai multă vreme în atmosferă. Astfel, pulberile secundare provenite din reacții chimice contribuie în mai mare măsură la sporirea cantității de PM2.5. Tinând seama de acestea, poluarea cu pulberi PM2.5 are tendința de a se întinde pe suprafețe mai largi, astfel că e nevoie de un număr mai mic de stații.

Conform ghidului de poziționare a stațiilor de monitorizare din SUA, domeniul unei stații aflate într-o arie urbană este de 0.5 până la 4 kilometri, iar domeniile care caracterizează arii metropolitane întregi sau arii rurale sunt între 5 şi 50 kilometri.

7. Evaluarea modelului de simulare

Modelele de simulare sunt foarte utile în analiza structurii poluării atmosferice şi sunt folosite în scopul poziționării optime a stațiilor de monitorizare. Inainte de a folosi un model de simulare este mai întâi nevoie să i se verifice precizia predicțiilor.

In cadrul directivelor UE există un obiectiv al calității datelor (DQO) care este definit referitor la incertitudinea modelării şi garantează precizia predicțiilor unui model. Cu toate acestea, procedura de calcul al incertitudinii prevăzută în directiva UE este destul de ambiguă, existând alți parametri superiori tehnic pentru evaluare. Deşi cerința este să se satisfacă obiectivul calității datelor prevăzut în directive, este util să se implementeze şi alți parametri pentru evaluarea preciziei predicției modelelor de simulare, în scopul înțelegerii mai bune a caracteristicilor modelului.

Mai jos sunt prezentați: parametrul de incertitudine din directiva EU, parametrii generali de evaluare, parametrii de evaluare pentru modelul de predicție fotochimică al USEPA şi parametrii modelului de predicție a mediei anuale folosiți în Japonia.

7.1 Incertitudinea modelului din directiva UE

In directiva EU, obiectivele calității datelor sunt definite cu privire la incertitudinea modelului de simulare precum şi la incertitudinea monitorizării calității aerului.

Tabelul 6 Incertitudinea modelului de simulare în Directiva UE

	SO2, NO2, NOx, CO	Benzen	PM10, PM2.5, Plumb	O3 şi NO, NO2 relevante
Valori orare	50%	-	-	50%
Medii pe 8 ore	50%	-	-	50%
Medii zilnice	50%	-	Nedefinit	-
Medii anuale	30%	50%	50%	-

Apare adăugirea de mai jos:

„Incertitudinea modelării se defineşte ca abaterea maximă între nivelul de concentrație măsurat şi cel calculat pentru 90% din punctele de monitorizare individuale pe perioada considerată, raportată la valoarea limită (sau valoarea-obiectiv în cazul ozonului), fără a se ține cont de ritmul evenimentelor".

Deşi procedura de calcul al incertitudinii modelului nu e clar descrisă în directiva EU; se poate interpreta această definiție ca eroarea relativă maximă fără temporizare (RME, eroare

maximă relativă), adică diferența maximă de concentrație dintre toate diferențele de concentrație exprimate în procente raportată la valoarea măsurată respectivă.

$$RME = \frac{\max\left(\left|Co_p - Cp_p\right|\right)}{Co_p}$$

Cop: Valoarea măsurată în procente (p)
Cpp: Valoarea prezisă în procente (p)

La calculul propriu-zis al RME diferența maximă apare cel mai frecvent referitor la cea mai mare valoare măsurată.

O altă interpretare posibilă este de a se lua abaterea maximă relativă, însă abaterea relativă este maximă pentru concentrații măsurate foarte mici. Pe lângă aceasta, mai există şi problema nediferențierii parametrilor de incertitudine pe termen scurt şi lung.

Formula de mai jos este deja propusă în directivele UE privitor la incertitudine. Propunerea defineşte incertitudinea ca fiind RPE (Relative Percentile Error- Eroarea relativă procentuală), care este diferența de concentrație corespunzătoare numărul permis de depăşiri ale valorii limită raportată la valoarea măsurată, în procente.

$$RPE = \frac{\left|Co_p - Cp_p\right|}{Co_p}$$

De exemplu, valoarea limită orară pentru SO2 este 350micrograme pe metru cub, nefiind permis să fie depăşită mai des de 24 de ori pe an. Un an are 8760 ore, astfel că valoarea clasată a 25-a în ordinea mărimii începând de la maxim corespunde unei valori procentuale de 99.73% . Conform definiției RPE, eroarea relativă raportată la valoarea maximă măsurată în 99.73% din cazuri se calculează pentru valori orare SO2.

Valoarea RME reprezintă erorile relative raportate la valori anormale precum valori maxime sau concentrații joase, în timp ce RPE se calculează pentru valori procentuale care corespund cu valoarea limită. Din această cauză, RPE este mai potrivit în scopul evaluării modelului de simulare. In general responsabilii cu monitorizarea calității aerului şi simularea cu modele sunt interesați de concentrațiile înalte. Cu toate acestea, există cazuri când concentrațiile cele mai înalte rezultă din măsurători anormale sau condiții meteorologice extreme. Din această cauză, valorile limită şi standardele de calitate a aerului sunt definite ca valori procentuale cu privire la un procent de 98% din măsurări. Ca rezultat al discuției, RPE definită şi calculată ca eroarea relativă pentru o valoare procentuală corespunzătoare cu valoarea limită este presupusă a fi mai potrivită din punct de vedere tehnic.

7.2 Parametri de evaluare a modelelor generale

In UE, SUA, Japonia etc. sunt dezvoltați parametri de evaluare pentru evaluări de modele de simulare în scopuri administrative. Pe lângă aceştia sunt investigați şi parametri statistici pentru evaluarea modelelor de simulare în scopuri de cercetare.

Printre aceştia, coeficientul de corelație (r), bias-ul de fracție (FB), eroarea medie pătratică radical (RMSE) şi eroarea medie pătratică normalizată sunt considerați ca fundamentali.

Tabelul 7 Parametri statistici importanți pentru evaluarea modelelor

Parametri	Formula	Valoare ideală
Coeficient de corelație (r)	$r = \frac{\sum_{i=1}^{N}\left(Co_i - \overline{Co}\right)\left(Cp_i - \overline{Cp}\right)}{\sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left(Co_i - \overline{Co}\right)^2}\sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left(Cp_i - \overline{Cp}\right)^2}}$	1.0
Bias fracțional (FB)	$FB = \frac{\overline{Co} - \overline{Cp}}{0.5\left(\overline{Co} + \overline{Cp}\right)}$	0.0
Eroare medie pătratică radical	$RSME = \sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left(Co_i - Cp_i\right)^2}$	0.0
Eroare medie pătratică normalizată	$NMSE = \frac{\overline{\left(Co - Cp\right)^2}}{\overline{CoCp}}$	0.0

Notă) $\overline{X}$: Media X

In plus față de parametrii generali de mai sus sunt gândiți şi parametrii pentru evaluarea modelului de simulare, printre aceştia „indicele de acord (d)" fiind considerat util.

$$d = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{N}\left(Cp_i - Co_i\right)^2}{\sum_{i=1}^{N}\left(\left|Co - \overline{Co}\right| + \left|Cp - \overline{Co}\right|\right)^2}$$

7.3 Parametrul de evaluare pentru modele fotochimice (USEPA)

USEPA defineşte trei parametri pentru evaluarea modelului de predicție a valorilor orare O3, aceştia fiind precizia maximă de precizie (MPA), bias-ul normalizat (NB) şi eroarea brută normalizată (NGE).

Precizia maximă de predicție este precizia pentru concentrația orară maximă raportată la domeniul de măsurare pentru un loc şi timp.

Bias-ul normalizat este biasul mediu normalizat al tuturor perechilor de concentrații prezise şi observate pentru concentrații observate de peste 60ppb (care este standardul de calitate a aerului pentru valori orare de O3 în SUA).

Eroarea brută normalizată este eroarea medie normalizată a tuturor perechilor de concentrații prezise şi observate pentru concentrații observate de peste 60ppb.

Tabelul 8 Parametri de evaluare pentru modele fotochimice (USEPA)

Parametri	Formula	Cerințe
Precizia maximă de predicție (MPA)	$MPA = 100\left(\frac{Cp_{\max} - Co_{\max}}{Co_{\max}}\right)$	$\leq \pm 15 - 20\%$
Bias normalizat (NB)	$NB = \frac{100}{N}\sum_{i=1}^{N}\frac{(Cp_i - Co_i)}{Co_i}$ Co_i >60ppb	$\leq \pm 15\%$
Eroarea brută normalizată (NGE)	$NGE = \frac{100}{N}\sum_{i=1}^{N}\frac{\lvert Cp_i - Co_i\rvert}{Co}$ Co_i >60ppb	$< 35\%$

7.4 Parametrii de evaluare pentru modelul de predicţie a mediilor anuale în Japonia

In Japonia există manuale pentru modele de simulare a mediilor anuale pentru NO2, SPM, etc. In aceste manuale sunt descrişi parametrii de evaluare.

Tabelul 9 Criterii pentru acceptarea modelelor de simulare

1. Criterii individuale
(1) $a_0 \le \frac{1}{3}\left(\overline{Co} - BG\right) + BG$ (2) $a_0 \le \frac{2}{5}\left(\overline{Co} - BG\right) + BG$ (3) Panta liniei de regresie este între 0.8 şi 1.2, pe cât posibil mai apropiată de 1, iar coeficientul de corelaţie este deasupra lui 0.71, pe cât posibil peste 0.8. (4) $\frac{s'}{\overline{Co}} \le \frac{1}{5}$ (5) $\frac{s'}{\overline{Co}} \le \frac{1}{4}$ (6) $\frac{s'}{\overline{Co}} \le \frac{1}{3}$ $a_0 = \overline{Co} - \overline{Cp}$ Notă) Media în acest caz este calculată din toate mediile anuale per staţie. BG: concentraţii de fond din surse naturale, etc. $\frac{s'}{\overline{Co}}$: Coeficient al variaţiei calculat ca $\overline{Co} = \overline{Cp} + a_0$
2. Criterii pe ranguri de precizie integrată
Criterii de rang A: Satisfac fie criteriile (1) şi (3) şi (5), sau (1) şi (4). Criterii de rang B: Satisfac (2) şi (5). Criterii de rang C: Satisfac (2) şi (6).

Guideline for
Air Quality Monitoring Strategic Plan

December 2008

Table of Contents

1. Introduction 1
1.1 Purpose of Air Quality Monitoring 1
1.2 Target Pollutants etc. 2
1.3 Categories of Air Quality Monitoring Stations 3
1.3.1 General Air Quality Monitoring Stations 3
1.3.2 Background Monitoring Stations 3
1.3.3 Specific Pollutant Source Monitoring Stations 3
1.3.3.1 Specific Stationary Source Monitoring Stations 4
1.3.3.2 Automobile Exhaust Gas Monitoring Stations 4
1.3.3.3 Specific Pollutant Monitoring Stations 4
1.4 Basic Concept of Air Quality Monitoring Network 5
2. Number of Stations 7
2.1 SO2, NO2, NOx, PM10, PM2.5, Lead, Benzene, and CO 7
2.1.1 Viewpoint of Human Health 7
2.1.2 Viewpoint of Ecosystem and Vegetation 8
2.2 O3 9
3. Outline of Suitable Monitoring Stations Positioning 11
4. Suitable Monitoring Stations Positioning 13
4.1 Spatial Representativeness of Monitoring Data 13
4.2 Prediction of Ambient Air Concentration of Target Area 14
4.2.1 Target Area Setting 14
4.2.2 Concentration Prediction by Simple Measurement 14
4.2.3 Concentration Prediction by Simulation 14
4.2.3.1 Collection, Compilation and Analysis of Basic Information 15
4.2.3.2 Collection, Compilation and Analysis of Pollutant Source Inventory 16
4.2.3.3 Prediction of Concentration Distribution by Simulation 17
4.3 Consideration on Suitable Positioning of Ambient Air Quality Monitoring Stations 18
4.3.1 Consideration on Suitable Stations Positioning by Simulation Results 18
4.3.1.1 Concentration Evaluation in Target Area for Simulation and Area Dividing.. 18
4.3.1.2 Re-dividing and Correction of Divided Areas 19
4.3.1.3 Adjustment of SO_2 and NO_2 Stations Positioning 20
4.3.2 Consideration on Suitable Stations Positioning by Ambient Air Quality Monitoring Station Data 21
4.3.3 Integrated Consideration on Suitable Monitoring Stations Positioning 22

4.3.3.1 Suitable Positioning of Ambient Air Quality Monitoring Stations 22
4.3.3.2 Consideration on Suitable Positioning of Background Monitoring Stations 23
4.4 Consideration on Suitable Positioning of Specific Pollutant Source Monitoring Stations 24
5. Surroundings of Monitoring Stations 25
5.1 SO2, NO2, NOx, PM10, PM2.5, Lead, Benzene, CO 25
5.2 O3 26
6. Air Quality Monitoring for New Target Pollutants 27
7. Evaluation of Simulation Model 29
7.1 Model Uncertainty in the EU Directive 29
7.2 General Model Evaluation Parameters 31
7.3 Evaluation Parameter for Photochemical Model by USEPA 32
7.4 Evaluation Parameters for Annual Average Prediction Model in Japan 33

1. Introduction

The present guideline is drawn on the basic way of thinking used by every LEPA when establishing the strategic air monitoring plan.

1.1 Purpose of Air Quality Monitoring

The purpose of the air quality monitoring is to understand the air pollution status, the generation sources conditions and to grasp the areas with high concentrations, to understand whether the air pollution measures are effective or not by performing a continuous air pollution monitoring. In the same time, one can grasp the air pollution tendency within the country and the fluctuation tendency which takes place with the passing of the years and thus it becomes a basic material for the development of the air pollution counter measures.

A more concrete content concerning the main purpose is given below.

(1) Confirmation of Compliance Status with Air Quality Standard

An important objective is to decide whether the concentration given at the monitoring stations complies with the environment standards but it is even more important to place the monitoring stations in order to be able to decide if the concentrations of the respective area comply with the environment standards.

(2) Surveillance of High Concentration Episode

Another important purpose is to grasp the short period influence upon the surrounding environment when sudden pollution is generated by the strange meteorological phenomena or others (counter measures for emergency state) or the influence of some special generation sources within the target area.

(3) Relations to Air Pollution Control Measures

In order to find effective air pollution counter measures, it is necessary to develop simulation models and to analyze the relation between the exhaust of air pollution substances and the environment concentrations. The efficiency of every air pollution counter measure is calculated and the most effective counter measure proposition is chosen. In order to verify the accuracy of the simulation models, the air quality monitoring results are used.

Moreover, another purpose of the air quality monitoring is to verify the efficiency of the air pollution counter measures which have been put in practice.

(4) Promoting Air Quality Management

In order to quickly stop the effects of the human activities, as an environment management measure it is necessary to grasp the air pollution conditions. For example, for the evaluation of the influence of a large scale development, one should evaluate the influence before and after the implementation of the respective development and that is why the air quality monitoring is essential.

1.2 Target Pollutants etc.

In the present, the target air quality monitoring substances are all the substances which have been established in the environment standards of Romania. Moreover, in respect to the substances which are considered to be exhausted only from special generation sources, the target substances shall be only for the area where that kind of special generation sources are located.

Moreover, the measurement method of every target substance, the measurement frequency and the report of the results etc. are the ones stipulated in the legislation, in the EN standards etc.

1.3 Categories of Air Quality Monitoring Stations

Air quality monitoring stations are categorized into general air quality monitoring stations, background monitoring stations, specific source monitoring stations (specific stationary source monitoring stations, automobile exhaust gas monitoring stations) and specific pollutant monitoring stations as follows.

1.3.1 General Air Quality Monitoring Stations

General air quality monitoring stations are to monitor the ambient air quality in relatively population concentrated area. The monitored results by the stations are used for basic information on judgment of compliance to air quality standard, countermeasure implementation under emergency conditions, setting of emission standard, examination of countermeasure effects, and investigation of health effect protection and so on.

Monitoring items for general monitoring stations are SO2, NOx (NO, NO2), CO, O3, PM (PM10, PM2.5), and VOCs and so on. Meteorological parameters to be observed are wind directions, wind speeds, temperature, relative humidity, atmospheric pressure, solar radiation, and net radiation and so on. Each item has its characteristic and the characteristics should be considered for suitable positioning of monitoring stations.

1.3.2 Background Monitoring Stations

Background monitoring station is to monitor background concentrations not affected by pollutant sources in the target area. Depending on the characteristics of wind directions and wind speeds, a few background stations are necessary in case. Basically, the station shall be located at upwind area of major wind. Locations are peripheral zone of the target area and non-residential area is affordable. All of the pollutant items and meteorological parameters should be monitored at the background station.

1.3.3 Specific Pollutant Source Monitoring Stations

Specific pollutant source monitoring station is to monitor the effect from specific pollutant source and divided into specific stationary source monitoring station, automobile exhaust gas station, and specific pollutant monitoring station.

1.3.3.1 Specific Stationary Source Monitoring Stations

Specific stationary source monitoring station is to monitor the general pollutants emitted form specific stationary source. According to the purpose, the station shall be located at most affected point from the target emission source. The items of monitoring can be limited to the ones related the target pollutant source.

1.3.3.2 Automobile Exhaust Gas Monitoring Stations

Automobile exhaust gas station is to monitor the effect of automobile exhaust gas at roadside, and it is one of specific pollutant source monitoring station. The items to be monitored are NOx (NO, NO2), CO, PM, VOCs, and SO2 which are possibly emitted from automobile. Generally, O3 is instantaneously decomposed at roadside where large amount of NOx emission occur. So, O3 is not necessary to be monitored without any special purposes.

1.3.3.3 Specific Pollutant Monitoring Stations

In some cases, specific pollutants are emitted from factories. For examples, Hg vapor is emitted from silver smelter, and F is emitted from aluminum smelter and glass factory, and mercaptan, offensive order material, is emitted from paper factory. Therefore, specific pollutant monitoring is necessary adding to the ordinal pollutants. The monitoring items shall depend on emission materials from the factory.

1.4 Basic Concept of Air Quality Monitoring Network

Because air pollutant concentration changes in temporal and spatial manners, it is ideal to implement monitoring continuously in time and covering all of target area in space. Regarding to several air pollutants, automated continuous monitoring equipment is unpracticed and continuous monitoring in time is possible. However, besides open-path method not certified in EU, existing continuous monitoring equipment can only monitor concentrations around sampling inlet. On the other hand, because of the limitation of cost and man-power, practical numbers of monitoring stations which can be installed in target area is very limited.

Then, we should determine the numbers of monitoring stations in order to accurately monitor ambient air concentration with monitoring results of the limited numbers of the stations, and install them in suitable locations. Practically, after suitable positioning of monitoring stations for each pollutant, the suitable distribution of stations will be considered to be arranged and integrated into integrated monitoring stations with multi-components. According to positioning of "Background Monitoring Stations" and "Specific Pollutant Monitoring Stations", the other methodology will be necessary and mentioned separately.

The main purpose of this guideline is to explain the method for determining number and positioning of monitoring stations in theoretical and quantitative manner. Additionally, considerations on the surroundings in case of practical setting of the stations will be described. On the other hand, the details of measurement methods of each pollutant and so on will be included in the other guideline.

For an example, when the monitoring data at continuous monitoring stations is transmitted to main server in real-time manner, monitoring data management by each station category is not necessary if physical capability of server affords. However, the monitoring data should be favorably compiled for each station category for the sake of evaluation and practical use.

General and background monitoring stations can be compiled together, but specific pollutant source monitoring stations should be compiled separately. Especially, specific stationary source monitoring station and specific pollutant monitoring station aim to monitor the influence from specific factory, and handling is different. For an example, all of the monitoring results are published in Japan, but the reports are divided for general monitoring stations and automobile exhaust gas monitoring stations.

However, some stations installed at the beginning in order to monitor the influence of the power plant are sometimes converted to general monitoring stations later. If the power plant was installed and operated continuously in target area, the plant becomes to consist of emission sources to general environment.

The categories of the monitoring stations are not absolute and eternal, but purposes of each monitoring station should be clarified.

2. Number of Stations

Minimum numbers of stations are clearly defined in the Romanian legislation, Ministry Order No. 592/2002.

2.1 SO2, NO2, NOx, PM10, PM2.5, Lead, Benzene, and CO

The criteria is included in the annex 3 of the normative act, A.

2.1.1 Viewpoint of Human Health

Minimum number of sampling points for fixed measurement to assess compliance with limit values for the protection of human health and alert thresholds in zones and agglomerations where fixed measurement is the sole source of information.

a) Diffuse sources

Table 1 Minimum Number of Stations for Diffuse Sources

Population of agglomeration or zone (thousands inhabitants)	If concentrations exceed the upper assessment threshold	If maximum concentrations are between the upper and lower assessment thresholds	For SO2 and NO2, in agglomerations where maximum concentrations are below the lower assessment threshold
0-249	1	1	Not applicable
250-499	2	1	1
500-749	2	1	1
750-999	3	1	1
1 000-1 499	4	2	1
1 500-1 999	5	2	1
2 000-2 749	6	3	2
2 750-3 749	7	3	2
3 750-4 749	8	4	2
4 750-5 999	9	4	2
> 6 000	10	5	3
	For NO2, particulate		

	matter (PM 10 and PM2.5), Benzene and CO: to include at least one urban background station and one traffic-orientated station, if by doing so the number of stations does not increase		

b) Point sources

For the assessment of pollution in the vicinity of point sources, the number of sampling points for fixed measurement should be calculated taking into account emission densities, the likely distribution patterns of ambient-air pollution and the potential exposure of the population.

2.1.2 Viewpoint of Ecosystem and Vegetation

The minimum numbers of sampling points for fixed measurements to assess compliance with limit values for the protection of ecosystems or vegetation in zones other than agglomerations.

Table 2 Minimum Number of Stations for Ecosystem and Vegetation

If maximum concentrations exceed the upper assessment threshold	If maximum concentrations are between the upper and lower assessment thresholds
1 station every 20 000 km^2	1 station every 40 000 km^2

2.2 O3

The criteria are included in the annex 3 of the normative act, B.

The minimum number of sampling points for fixed continuous measurements to assess air quality in view of compliance with the target values, long-term objectives and information and alert thresholds where continuous measurement is the sole source of information.

Table 3 Minimum Number of Stations for O3

Population (× 1 000)	Agglomerations (urban and suburban) (a)	Other zones (suburban and rural) (a)	Rural background
0 – 249		1	1 station/50 000 km2 as an average density over all zones per country (b)
250 – 499	1	2	
500 – 999	2	2	
1000 - 1499	3	3	
1500 - 1999	3	4	
2000 - 2749	4	5	
2750 – 3749	5	6	
> 3 750	1 additional station per 2 million inhabitants	1 additional station per 2 million inhabitants	

(a) At least 1 station in suburban areas, where the highest exposure of the population is likely to occur. In agglomerations at least 50 % of the stations should be located in suburban areas.

(b) 1 station per 25 000 km^2 for complex terrain is recommended.

The minimum number of sampling points for fixed measurements for zones and agglomerations attaining the long-term objectives

The number of sampling points for ozone must, in combination with other means of supplementary assessment such as air quality modeling and co-located nitrogen dioxide measurements, be sufficient to examine the trend of ozone pollution and check compliance with the long-term objectives. The number of stations located in agglomerations and other zones may be reduced to one-third of the number specified in the table above.

Where information from fixed measurement stations is the sole source of information, at least one monitoring station should be kept. If, by reducing the number of stations in one zone would leave us with no remaining station, then, coordination with the number of stations in neighboring zones must ensure adequate assessment of ozone concentrations against long-term objectives.

The number of rural background stations should be 1 per 100 000 km^2.

3. Outline of Suitable Monitoring Stations Positioning

Suitable monitoring stations positioning method, especially on SO_2 and NO_2 for which simulation method has been established, is described in this guideline. The procedures for suitable monitoring stations positioning is shown in Figure 1. Only outline of simulation method is also described.

(1) Establishing Simulation Model

Based on meteorological data, pollutant source inventory, and ambient air quality monitoring data and so on, more accurate simulation model will be established.

(2) Suitable Monitoring Stations Positioning by Simulation Model

Suitable monitoring stations positioning method by simulation is generally used, and the method is very useful if there are a few monitoring stations in target area or new monitoring stations are considered. Adding to those, the method is also useful for re-assessment of existing monitoring stations. In Romania, there exist 114 automated monitoring stations and the monitoring of most pollutants is implemented by these stations. However, air pollution structure such as pollutant emission sources and so on in target area will change in the future and re-assessment of the monitoring network with certain intervals is necessary.

The first step of the procedure for suitable monitoring stations positioning is dividing the target area for SO2 and NO2, respectively with the simulation results. Next, the divided areas are re-divided or corrected to define the representative areas for SO2 and NO2. After that, adjustment between the representative areas for SO2 and NO2 is implemented, and the suitable monitoring stations positioning of ambient air quality monitoring stations including integration and abolition is considered.

(3) Suitable Monitoring Stations Positioning by Ambient Monitoring Stations Data

Suitable monitoring stations positioning by ambient monitoring stations data is useful if there are many existing monitoring stations in target area and some coverage of the stations duplicate. Therefore, similarity of the monitoring data of each station is evaluated by cluster analysis and so on and integration and abolishment of the stations are considered.

(4) Integrated Consideration of Suitable Monitoring Stations Positioning

For the integrated consideration of suitable monitoring stations positioning, the results of suitable monitoring stations positioning by air dispersion simulation, positioning of background stations and specific pollutant source stations are totally investigated and the final suitable monitoring stations positioning is elaborated.

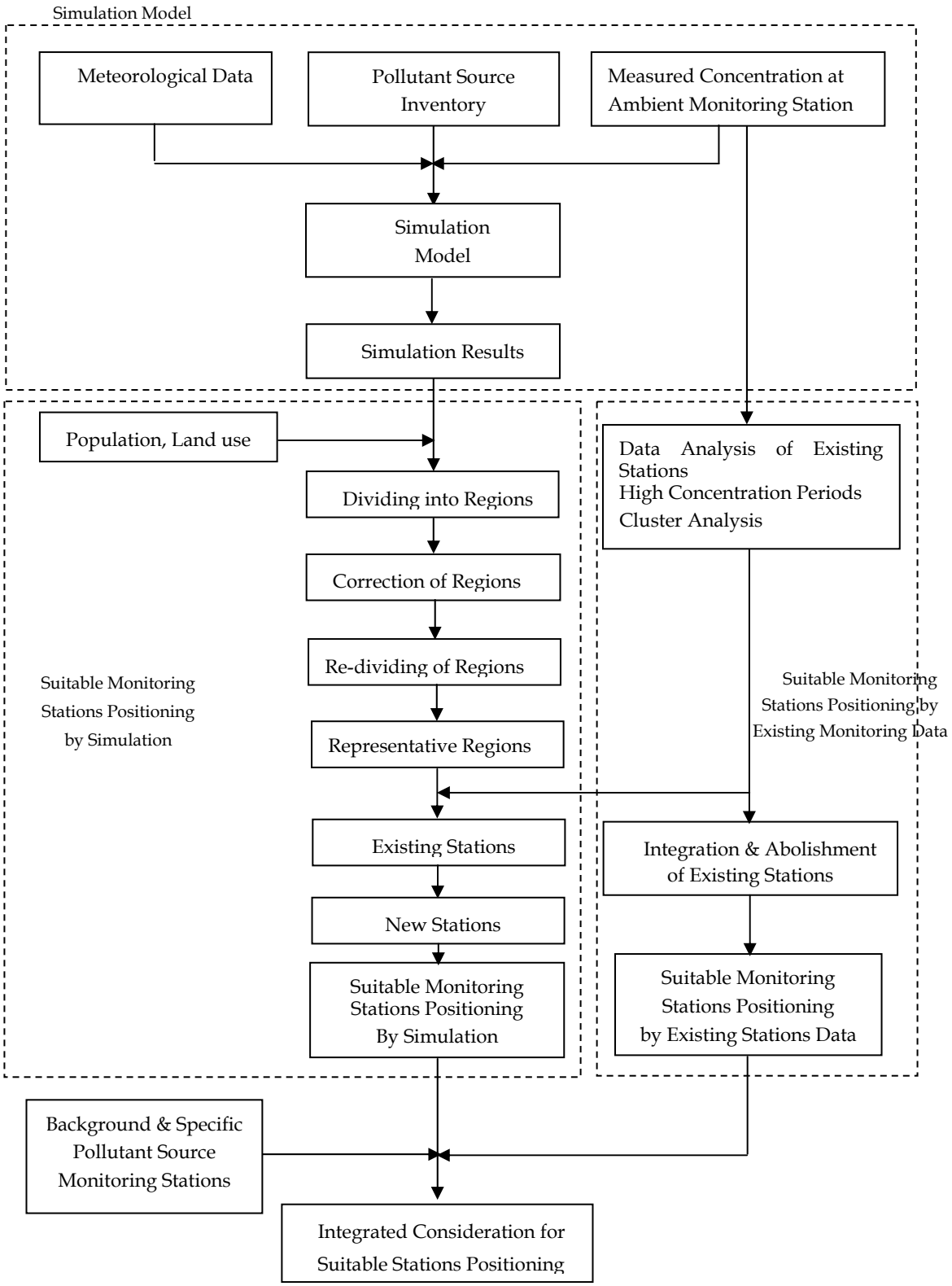


Figure 1 Procedure for Suitable Monitoring Stations Positioning

4. Suitable Monitoring Stations Positioning

Target pollutants are assumed SO2 and NO2 because they have achievements so far. For integrated consideration of suitable monitoring stations positioning, the results on SO2 and NO2 are adjusted as much as possible from the viewpoints of economy, efficiency, continuity, and data evaluation.

4.1 Spatial Representativeness of Monitoring Data

The area with concentration deviation of certain temporal averages below the range of ΔC is represented by a monitoring value. This value is called "Area Representing Value" and the area represented by the value is called "Represented Area". If each station can represent wide region as much as possible and target area can be divided into most suitable regions, the stations are said to have "Region Representativeness". Positioning respective stations to have region representativeness is called "Suitable Monitoring Stations Positioning".

Monitoring values are summarized as instantaneous values, hourly values, daily values, and annual values and so on, but annual average is the most adequate for judging the pollution status of target area, and the evaluation is basically implemented for annual averages. However, if annual average is not enough for judging direct impact from specific pollutant source, hourly values are used as complement.

4.2 Prediction of Ambient Air Concentration of Target Area

To layout stations in target area, empirical layout based on pollutant source positions and major wind directions is possible. However, the method is qualitative one, and cannot endure quantitative evaluation. Therefore, it is necessary to predict concentration distribution in the area in any way and consider suitable monitoring stations positioning by adequate algorithm, which can endure quantitative evaluation.

The prediction methods of concentration distribution in target area are one by simple measurement and another by simulation. SO2 and NO2 concentrations in the area are predicted by these methods.

4.2.1 Target Area Setting

Target area is set as jurisdiction like prefecture and investigation for suitable monitoring stations positioning is implemented. Generally, target area with several tens kilometers by several tens kilometers is divided into grids with around 1 kilometer by 1 kilometer and concentration is predicted by simulation. However, if non-residential area size such as forest, wasteland, lake, and river in each grid exceeds 90%, the grid is excluded from targets for monitoring stations.

4.2.2 Concentration Prediction by Simple Measurement

Theoretically, concentration distribution prediction of target area not by simulation but by simple measurement with passive samplers is possible. However, it is said to be practically impossible to estimate annual average concentrations of respective grids by simple measurement when you consider securing sampler setting sites, obtaining permission for setting, prevention against robbery or interference, manpower for setting, collection, analysis of samplers.

Therefore, concentration prediction by simple measurement is implemented as compensation for simulation results. For an example, simple measurements are implemented at several sites where concentration distribution is preferably confirmed to verify simulation accuracy and calculated concentrations.

4.2.3 Concentration Prediction by Simulation

When you implement simulation for prediction of SO2 and NO2 concentrations in target area, pollutant source inventory and information of dispersion field (wind directions, wind

speeds, atmospheric stability parameters) is necessary. Although considerable efforts and costs are necessary, the methods have advantages of arbitrary selection of averaging times and ability of contribution estimation of new pollutant source planed in the future.

Basic structure of simulation is shown in Figure 2. Input data to simulation model are meteorological data, pollutant source data and ambient concentration data. For meteorological data, data of meteorological and ambient air monitoring stations are processed. For pollutant source data, inventory data are collected and processed as input data for the model.

You might as well use open and approved models such as ISCST3 for simulation.

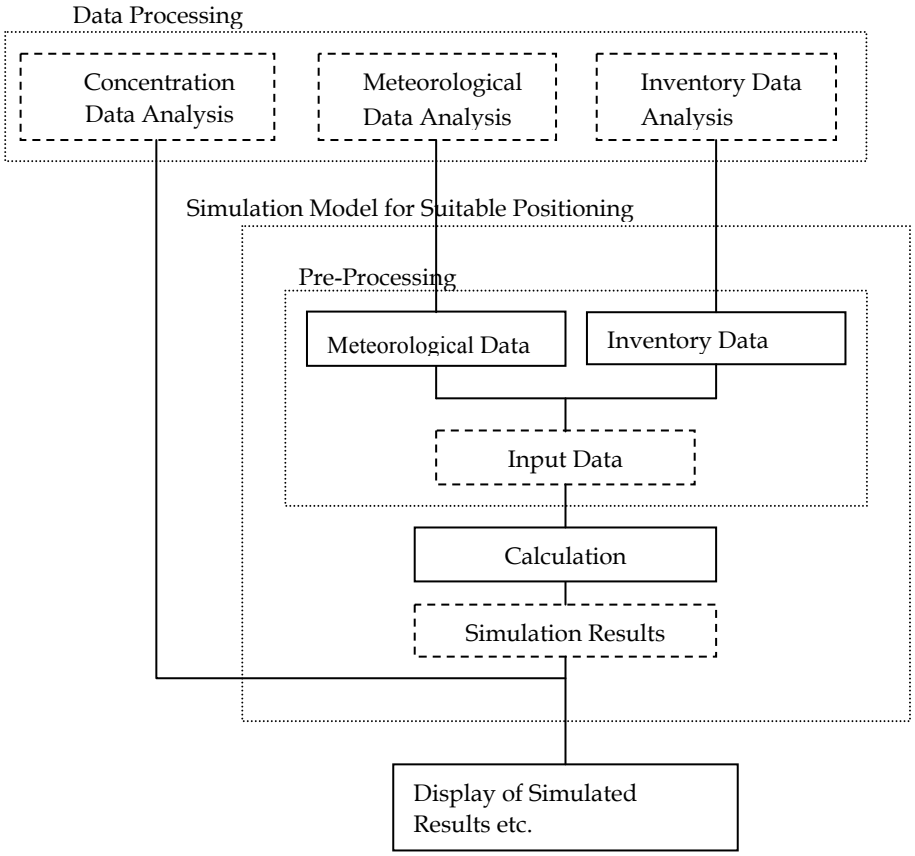


Figure 2 Basic Structure of Simulation

4.2.3.1 Collection, Compilation and Analysis of Basic Information

(1) Collection and Compilation of Basic Information

Basic information for suitable monitoring stations positioning is collected and compiled.

- Maps (Geographical Map, Land use map, Road Network etc.)
- Basic Statistics (Population, Social, Economic, Industrial Statistics)
- Institutional Organizations (Organization Chart, Roles and Scopes)

(2) Collection and Compilation of Ambient Air Concentration Data

Monitoring data of SO2 and NO2 for target area of target year are collected and compiled. To evaluate accuracy of data, data of different years and operation status of each station should be checked. Standard analysis is implemented on collected data.

- Annual Average, Maximum Value, Effective Measurement Hours and Days for Year
- Compliance Status against Air Quality Standard, Monthly, Seasonal, Weekly, Hourly Changes of Concentrations, Multi-Year Trend
- Outline of Wind Directions and Wind Speeds
- Annual, Seasonal, and monthly Wind Roses

If there are enough numbers of existing stations, monitoring data of the stations is analyzed to investigate possible integration and representativeness.

(3) Collection, Compilation and Analysis of Meteorological Data

Necessary data at meteorological and monitoring stations such as wind directions, wind speeds, temperatures, solar radiations, net radiations, cloud covers and so on are collected and compiled. Adding to those, normal values or other year data of wind directions, wind speeds and so on are collected, and comparison and investigation are implemented for annual and monthly values.

4.2.3.2 Collection, Compilation and Analysis of Pollutant Source Inventory

(1) Stationary Source Inventory Data

For simulation, SO2 and NO2 inventory data of large stationary sources as point sources and small stationary sources as area sources are made.

For large sources, inventory data of factories and establishments are collected, and investigation method for the inventory and the data themselves verified. Furthermore, analysis should be made and the adequateness is evaluated with all kinds of data such as energy consumption, industrial production, major industrial sectors, and population and so on.

For small sources, statistical data for areas are collected, and economic, social indicators, energy consumption of the area are compiled and analyzed. The pollutant emissions from these sources are calculated with multiplying adequate emission factors.

(2) Mobile Source Inventory

If existing mobile source inventory is not enough, traffic volume surveys at major roads are implemented to obtain basic information for estimating mobile source emission such as

automobiles. The number of survey points and vehicle types are determined by discussions with relating organizations.

After compilation and check of collected mobile source inventory data, inventory analysis is implemented. Based on the results of the analysis, additional or supplement data is collected. The coordinates of road network is usually confirmed by GIS software.

Emission factors for automobile are set considering vehicle compositions by vehicle ages and deterioration effect with ages.

Necessity of emission estimations of railways, ships, and airplanes is investigated and if necessary, travelling mileages by types with emission factors are used for emission calculations.

4.2.3.3 Prediction of Concentration Distribution by Simulation

Suitable simulation model for target area should be established by improvement of consistency between calculation and measurement as much as possible. By the accuracy -improved simulation model, SO2 and NO2 concentration distributions are predicted.

Typical and necessary check points of simulation model establishment are shown in Table 4.

Table 4 Check Points of Simulation Model

Items	Contents
Pollutant Source Inventory	Check Consistency with Fuel Consumption Flame
	Check on Sulfur Contents, Flue Gas Volume, Operation Pattern, Stack Heights
	Check on Vehicle Mileage, Driving Pattern etc.
Concentration and Meteorological Data	Check on Adequateness of Collected Ambient Air Quality and Meteorological Data (Wind Direction, Wind Speed, Temperature etc.)
Parameters	Check on Diffusion Parameters

4.3 Consideration on Suitable Positioning of Ambient Air Quality Monitoring Stations

Simulation is implemented to investigate SO2 and NO2 concentration distribution in target area and clarify region representativeness of stations. Suitable monitoring stations positioning is examined with the results of region representativeness of the stations. If monitoring stations exist in target area, regions represented by the existing stations should be estimated by information of locations etc.

4.3.1 Consideration on Suitable Stations Positioning by Simulation Results

4.3.1.1 Concentration Evaluation in Target Area for Simulation and Area Dividing

Dividing area into regions is implemented by applying concentration dividing method to SO2 and NO2 concentration distribution predicted by simulation etc. in the target area. There are several concentration dividing methods, and the simplest one, equivalent concentration dividing method is adopted. Equivalent concentration method is to divide grids concentration distribution into concentration ranks by constant dividing intervals of △C and integrate the grids with the same concentration ranks as the same regions.

When you make dividing, you shall pay attentions to the following items.

Use maximum predicted concentration in target area as starting concentration of dividing.

Divide into different regions when grids have the same concentration but are discontinuous.

Determine the dividing intervals △C from maximum and minimum simulated concentrations. In Japan, 5ppb is used as default.

An example of region dividing (divide into regions A to G) by simulation is shown in Figure 3.

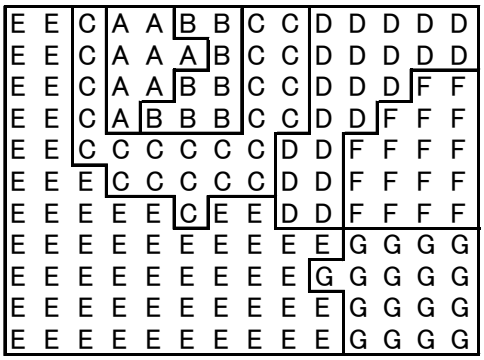


Figure 3 Divided Regions by Simulation Results

4.3.1.2 Re-dividing and Correction of Divided Areas

When the divided regions above take specific shapes or too wide size, the regions should be re-divided into smaller regions. Candidates for re-dividing are as follows.

① Regions with Donut Shape

In case of center part with more than 5 girds belongs to the other region and circular region with less than 3 grids, and peripheral of the circular region taking more than 5 times than width.

② Zone Shape Regions

In case of zone shape region with width of less than 3 grids, and length of more than 5 times of width.

Number of re-dividing of regions is determined on concept of D.A.P. (Dose Area Product).

D.A.P.＝Residential Area Size of Region (km^2)×Median of Region Concentrations(ppb)

To estimate number of re-dividing, D.A.P values of each region divided during the course of procedures so far are calculated. If the D.A.P value of the divided region is less than the standard D.A.P values per one station in Table 5, re-dividing is not implemented. If the D.A.P value is more than the standard values, number of re-dividing is calculated with the following equation.

Number of Re-dividing = D.A.P of Region / Standard D.A.P (Round down)

Table 5 Standard D.A.P. per One Station (km^2 x ppb)

	Donut, Zone Shape	Wide Region
SO_2	300	500
NO_2	500	800

According to the procedure above, number of re-dividing is determined, but how to determine the re-dividing regions definitely is not clear. So, re-dividing regions are determined by the following viewpoints.

- Are regions re-divided by topography?
- How much is effect of ocean, lakes etc.?
- How much is effect of surrounding pollutant sources?
- How much is ratios of urban zones and population densities?
- Which is major wind direction?

An example of re-dividing of the regions is shown below in Figure 4. Region C is re-divided into C1, C2, and C3, and region E is re-divided into E1, E2, and E3.

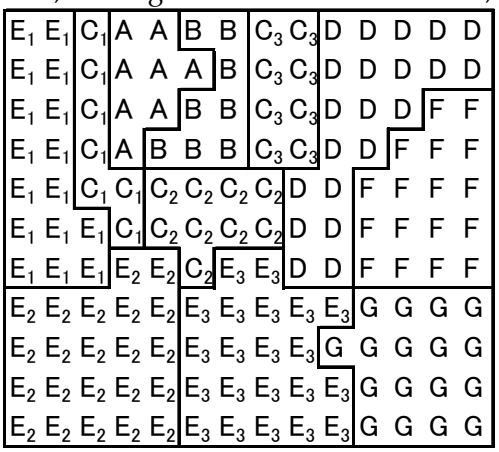


Figure 4 Example of Correction and Re-Dividing of Regions

4.3.1.3 Adjustment of SO_2 and NO_2 Stations Positioning

In general, representative regions of suitable stations positioning for SO2 and NO2 shows relatively different distributions. It is not impossible to locate the stations for respective representative regions for SO2 and NO2, but it is not favorable because of securing effort of setting locations, troublesome work of operation and maintenance, economical reasons etc. The causes of measured concentrations differ and there are troubles with the evaluation of the concentrations. Therefore, arrangement should be conducted to locate the stations at the same position for SO2 and NO2 as much as possible and it is necessary to consider suitable stations positioning to cover the target area with minimum number of the stations.

Figure 5 shows an example of arrangement for SO2 and NO2 stations. The target area is divided into five SO2 regions in upper-left and divided into 4 NO2 regions in upper-right. The arrangement result by locating the stations in order to cover both of the regions as much as

possible is in lower part. Finally, the numbers of the stations which measure SO2 and NO2 concentrations simultaneously become five.

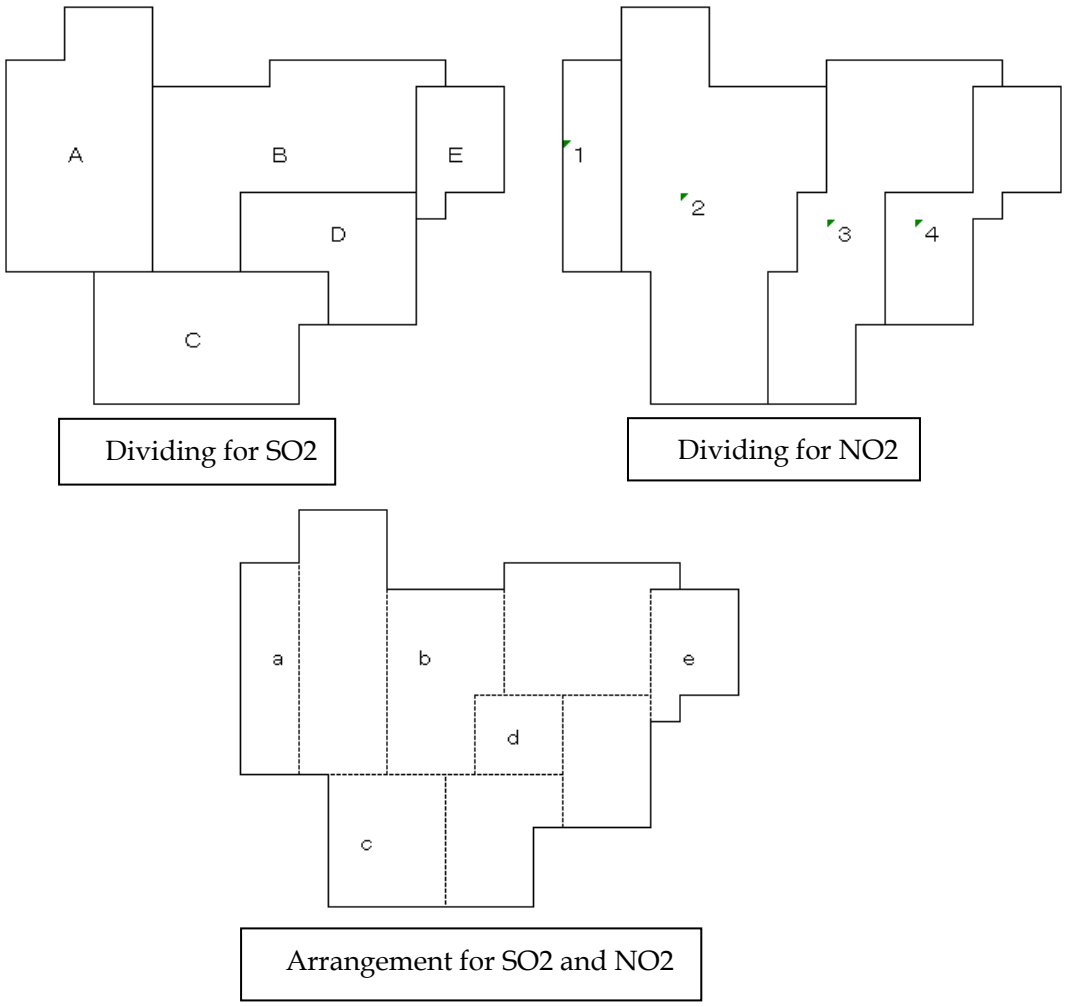


Figure 5 Example of Arrangement of Regions for SO_2 and NO_2

4.3.2 Consideration on Suitable Stations Positioning by Ambient Air Quality Monitoring Station Data

If many stations exist in the target area, the following method is used for investigating integration and abolition of the stations. The methods are such as cluster analysis by correlation of stations with hourly values of high concentration days etc. By judging stations of high correlation should be belonging to the same region or not, dividing of the stations is implemented. The same methods for consideration of suitable positioning by simulation are used for investigations of the existing stations, re-dividing of divided area, examination of

station setting.

Figure6 is the dendrogram as a result of cluster analysis. The X-axis shows each station and Y-axis shows correlation coefficient. The value of 30 of Y-axis is corresponding to correlation coefficient of 0.7. The stations are divided into 5 classes (A+C+B, D+F, E, G, and H) by using the line at value 30 of Y-axis. Multiple stations in the same classes as A+C+B and D+F are integrated or abolished in order to locate one station for each class.

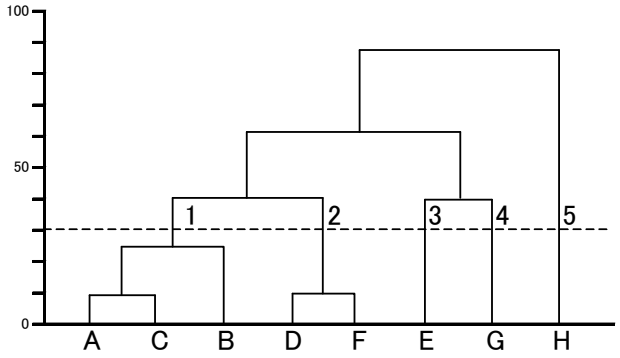


Figure 6 Dendrogram by Cluster Analysis

4.3.3 Integrated Consideration on Suitable Monitoring Stations Positioning

4.3.3.1 Suitable Positioning of Ambient Air Quality Monitoring Stations

(1) Suitable Station Positioning of General Ambient Air Quality Monitoring Stations for SO2 and NO2

The principle is to locate each station in common or representative regions for SO2 and NO2 adjusted in "4.3.1.3 Adjustment of SO2 and NO2 Stations Positioning".

In case of no station in certain representative region, one station shall be located at the center part of the region basically. However, if stations can not be located in all representative regions because of limitations of cost or time, background stations shall have priority.

When multiple stations exist in the target region, representative regions of each station are superimposing and unnecessary station may be found. In a contrary manner, when a few numbers of the stations exist, the existing stations could not cover all representative regions, and new stations have to be set up.

Then, if only one station exist in one region, the station shall be kept. If two stations exist, one station shall be kept according to the suitable station positioning methods, and another station shall be kept if it is suitable for short-term high concentration station. If another station is not suitable for general station or short-term high concentration station, the station shall be decided to be kept or abolished taking into consideration historical continuity. If certain

station doesn't have rationale of existing by the examination so far, the station is the candidate for moving or abolition.

(2) O3 Stations

O3 is rapidly reacted with NO and converted to NO2 under the existence of NO. So, O3 monitoring at site with high NO concentration by automobile exhaust NO etc. needs careful consideration, and NO and NO2 shall be monitored simultaneously with O3 as its characteristics. Generally, because O3 concentration itself shows similar pattern in wide area and locality of O3 is depending on NO concentration, it is desirable to monitor O3 concentration at representative station for SO2 and NO2. Considering from the characteristics of spatial distribution of O3, the spatial resolution of O3 stations can be lower than the ones of SO2 and NO2 representative stations. However, NOx (NO and NO2) shall be simultaneously monitored in case of O3 monitoring.

(3) PM Station and VOC Station

PM and VOC is not a single compound but mixture. Additionally, the concentrations are depending on emission source distribution and producing process, no effective suitable positioning method is established. So, PM and VOC are basically monitored at the general and automobile stations for SO2 and NO2.

4.3.3.2 Consideration on Suitable Positioning of Background Monitoring Stations

Background station is necessary for designing the general ambient air quality monitoring network. However, if only one station can be set in target area, one station should be located at upwind of target area in order to take both of the roles of background station and general station.

4.4 Consideration on Suitable Positioning of Specific Pollutant Source Monitoring Stations

(1) Suitable Positioning of Specific Stationary Pollutant Source Monitoring Stations for SO_2 and NO_2

Under the course of investigation of suitable positioning of SO2 and NO2 stations, positioning of specific pollutant source monitoring stations are almost considered.

Occurrence conditions of high concentrations by specific pollutant source are summarized as follows.

- Low height pollutant source, Calm and weak wind condition
- Low height pollutant source, Surface inversion condition
- High height pollutant source, Unstable atmospheric condition
- High height pollutant source, Strong wind condition
- Geographical effect, Local wind condition

For suitable positioning of specific pollutant source monitoring stations, high concentration conditions described above shall be investigated as possible. The high concentration conditions of low-height pollutant source are not rare and the high concentrations are reflected in annual average concentration, and the concentrations are monitored by representative stations network as a result. Then, necessity of specific stations positioning for this type of high concentration episode is low. So, it does not have much problem to target short term high concentration episode by high height pollutant source with such as more than 20 meters height. In this case, maximum concentration emerging point estimated shall be used for positioning. That is calculating maximum concentration emerging points by cases of wind directions, wind speeds, stability indexes in order to select the totally maximum points for all of the cases, and positioning monitoring stations around the maximum point. Sometimes, multiple stations may be necessary.

(2) Suitable Positioning of Automobile Exhaust Gas Monitoring Stations

For automobile exhaust gas monitoring stations, target roads shall be divided into links with certain characteristics like daily traffic, daytime traffic, heavy duty traffic ratio, road specifications (number of lanes, width of road, existence of footway, flyover, tunnel, rod with bank, over-path, under-path, increasing and decreasing gradient), and the links shall be categorized in order to select the links to be located with monitoring station. In this occasion, one link of each link category is considered to represent all of links in the same category. Stations shall be located at roadside of representative link.

5. Surroundings of Monitoring Stations

The considerations for the surrounding of monitoring stations are defined in the Ministry Order, annex of the normative act, A2 and B2 as "Micro-scale siting".

5.1 SO2, NO2, NOx, PM10, PM2.5, Lead, Benzene, CO

The following guidelines should be met as far as practicable:

a) the flow around the inlet sampling probe should be unrestricted or without any obstructions affecting the airflow in the vicinity of the sampler (normally some meters away from buildings, balconies, trees, and other obstacles and at least 0,5 m from the nearest building in the case of sampling points representing air quality at the building line);

b) in general, the inlet sampling point should be between 1.5 m (the breathing zone) and 4 m above the ground. Higher positions (up to 8 m) may be necessary in some circumstances. Higher siting may also be appropriate if the station is representative of a large area;

c) the inlet probe should not be positioned in the immediate vicinity of sources in order to avoid the direct intake of emissions unmixed with ambient air;

d) the sampler's exhaust outlet should be positioned so that recirculation of exhaust air to the sampler inlet is avoided;

e) location of traffic-orientated samplers:

1. for all pollutants, such sampling points should be at least 25 m from the edge of major junctions and at least 4 m from the centre of the nearest traffic lane,
2. for nitrogen dioxide and carbon monoxide, inlets should be no more than 5 m from the curbstone,
3. for particulate matter (PM 10 and PM 2.5), lead and benzene, inlets should be sited so as to be representative of air quality near to the building line.

The following factors may also be taken into account:

- interfering sources;
- security;
- access;
- availability of electrical power and telephone communications;
- visibility of the site in relation to its surroundings;
- safety of public and operators;
- the desirability of co-locating sampling points for different pollutants;
- town planning requirements.

5.2 O3

The following guidelines should be followed, as far as practicable:

a) The flow around the inlet sampling probe should be unrestricted (free in an arc of at least 270°) without any obstructions affecting the air flow in the vicinity of the sampler, i.e. away from buildings, balconies, trees and other obstacles by more than twice the height the obstacle protrudes above the sampler.

b) In general, the inlet sampling point should be between 1.5 m (the breathing zone) and 4 m above the ground. Higher positions are possible for urban stations in some circumstances and in wooded areas.

c) The inlet probe should be positioned well away from such sources as furnaces and incineration flues and more than 10 m from the nearest road, with distance increasing as a function of traffic intensity.

d) The sampler's exhaust outlet should be positioned so as to avoid recirculation of exhaust air to the sampler inlet.

The following factors may also be taken into account:

1. Interfering sources;
2. Security;
3. Access;
4. Availability of electrical power and telephone communications;
5. Visibility of the site in relation to its surroundings;
6. Safety of public and operators;
7. Desirability of collocating sampling points for different pollutants;
8. City planning requirements.

6. Air Quality Monitoring for New Target Pollutants

The concrete limit value of PM2.5 (1st phase: annual average of 25 micro-grams per cubic meters and deadline of 1st January 2015) was determined in the EU directive published on 31st May 2008. Although the Romania has not decided to transpose the EU directive to their national legislation, full-scale PM2.5 monitoring will be implemented in Romania soon.

Then, the items to be considered, especially on monitoring stations positioning, are explained below when air quality monitoring for new target pollutants will be started.

The method for suitable station positioning for ambient air quality stations are intended to establish effective monitoring by predicting pollutant concentration distributions mainly with simulation model. Then, pollutant source inventory should be created to implement simulation.

However, pollutant source distribution for new target pollutants for monitoring is usually unknown and the method with simulation model cannot be applied for the purpose.

Under this occasion, the possible approach as the first-order approximation to be adopted is to implement air quality monitoring at the existing stations for the other pollutants. One of the justifications of the monitoring at the existing stations is that the stations were selected within highly affected areas by stationary and mobile pollutant sources and areas with highly exposure by concentrated inhabitants. Adding to this, the monitoring of new pollutants at the existing stations has the merit of easier operation and maintenance for operators.

Even though PM2.5 is assumed to be more affected by the secondary particulates generated by chemical reactions than by the primary particulates generated by mechanical processes compared with PM10, which has larger diameters, the similarity of the distributions PM2.5 and PM10 can be expected with a certain extent.

As a result, the monitoring for new pollutants should be implemented at the existing stations first if there is little information on distributions of pollutant source or concentration of the pollutants.

Next, the method for specific pollutant source stations can be used if some influence from certain pollutant source for the new pollutants is assumed. It seems to be adequate to implement the monitoring at the close point to the building like boundary of public and private spaces if the pollutant leaks from the whole building rather than emits from the stack. Not in the case of air parcels with high temperature and large buoyancy emitted from combustion processes, the emitted pollutants don't rise to the high altitude and diffuse from relatively from low altitude, and then the maximum concentration is expected to occur at close point to the emission source. As an example of specific pollutant source monitoring, heavy metals are monitored around metal smelters. The method for specific pollutant source stations is used in this case.

Even though pollutant source inventory for the target pollutant is not known exactly and the existing stations are used, consideration of the characteristics of the target pollutants is possible in some cases. For an example, the diameter of PM2.5 is smaller than the one of PM10, and its residence time of in the atmosphere becomes longer. And the contribution of secondary particulates by chemical reactions becomes larger as mentioned above. Considering these facts, air pollution by PM2.5 tends to spread in wider area, and fewer numbers of stations are considered adequate.

According the guidance for monitoring stations positioning in the US, the scale of the stations in urban area is said to be from 0.5 to 4 kilometers, and the scales characterizing entire city area or in the rural area is from 5 to 50 kilometers.

7. Evaluation of Simulation Model

Simulation model is very useful tool to analyze air pollution structure and is used for suitable monitoring stations positioning. And it is necessary to evaluate and verify accuracy of prediction by the simulation model before it is utilized for some purposes.

The Data Quality Objective is defined for the Modeling Uncertainty in the EU directives, and the prediction accuracy of model is guaranteed by this parameter. However, calculating procedure of the uncertainty is rather ambiguous in the EU directive and more technically superior parameters for evaluation parameters exist. Although the data quality objectives defined in the directives should be satisfied, evaluating prediction accuracy of simulation model with the other parameters is worth implementing in order to understand characteristics of the model.

The uncertainty parameter in the EU directive, general evaluating parameters, the evaluating parameters for photochemical prediction model by USEPA and the parameters for annual average prediction model in Japan are described below.

7.1 Model Uncertainty in the EU Directive

The data quality objectives are defined for simulation model uncertainty as well as air quality monitoring uncertainty in the EU directive.

Table 6 Simulation Model Uncertainty in the EU Directive

	SO2, NO2, NOx, CO	Benzene	PM10, PM2.5, Lead	O3 and related NO, NO2
Hourly Values	50%	-	-	50%
8 Hours Averages	50%	-	-	50%
Daily Averages	50%	-	Not Defined	-
Annual Averages	30%	50%	50%	-

The note is added as follows:

"The uncertainty for modelling is defined as the maximum deviation of the measured and calculated concentration levels for 90 % of individual monitoring points, over the period considered, by the limit value (or target value in the case of ozone), without taking into account the timing of the events."

Although calculating procedure for model uncertainty is not clearly described in the EU directive, the definition can be interpreted as relative maximum error without timing (Relative

Maximum Error, RME), which is the largest concentration difference of all percentile differences normalized by the respective measured value.

$$RME = \frac{\max\left(\left|Co_p - Cp_p\right|\right)}{Co_p}$$

Co_P: Measured value at the percentile (p)
Cp_P: Predicted value at the percentile (p)

When the RME is actually calculated, the largest difference frequently occurs at the maximum measured value.

Another possible interpretation would be considered to take the maximum relative deviation, but the relative deviation usually takes its maximum at the very low measured concentrations. Furthermore, there is a problem of no differences on uncertainty parameters for short-term and long-term values.

The following formula was already proposed for the uncertainty in the EU directive. The proposal defined the uncertainty as the Relative Percentile Error (RPE), which is concentration difference at the percentile corresponding to the allowed number of exceedances of the limit value normalized by the measured value.

$$RPE = \frac{\left|Co_p - Cp_p\right|}{Co_p}$$

For an example, the hourly limit value of SO2 is 350 micrograms per cubic meters and not to be exceeded more than 24 times for a calendar year. One year consists of 8760 hours, and the 25th maximum value corresponds to 99.73 percentile value. According the definition of the RPE, the relative error to 99.73 percentile measured value is calculated for SO2 hourly values.

The former RME represents the relative errors to the outliers like maximum value or low concentrations, but the RPE is calculated for the percentile value which is corresponding to the limit value, and then the RPE is more adequate parameter for the essential purpose of simulation model evaluation. Generally, the persons in charge of air quality monitoring and model simulation are interested in high concentrations. However, high concentrations sometimes result from abnormal measurement or extreme meteorological conditions. Then, the limit values and the air quality standards are frequently defined as percentile values like 98 percentile or so. As a result of the discussion, the RPE defined and calculated as the relative errors for the percentile value which is corresponding to the limit value, is said to be more adequate in technical viewpoints.

7.2 General Model Evaluation Parameters

Evaluation parameters of simulation model evaluation for administrative use are developed in the EU, the US and Japan etc. Adding to those, statistical parameters of simulation model evaluation for research levels are also investigated.

Among those, the four parameters like correlation coefficient (r), fraction bias (FB), root mean square error (RMSE) and normalized mean square error (NMSE) are considered as the basic ones.

Table 7 Major Statistical Parameters for Model Evaluation

Parameters	Formula	Ideal Value
Correlation Coefficient (r)	$r = \frac{\sum_{i=1}^{N}\left(Co_i - \overline{Co}\right)\left(Cp_i - \overline{Cp}\right)}{\sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left(Co_i - \overline{Co}\right)^2}\sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left(Cp_i - \overline{Cp}\right)^2}}$	1.0
Fractional Bias (FB)	$FB = \frac{\overline{Co} - \overline{Cp}}{0.5\left(\overline{Co} + \overline{Cp}\right)}$	0.0
Root Mean Square Error (RMSE)	$RSME = \sqrt{\sum_{i=1}^{N}\left(Co_i - Cp_i\right)^2}$	0.0
Normalized Mean Square Error （NMSE）	$NMSE = \frac{\overline{\left(Co - Cp\right)^2}}{\overline{CoCp}}$	0.0

Note) $\overline{X}$: Mean of X

Adding to the general parameters above, parameter s for simulation model evaluation was devised and one of them, “Index of Agreement (d)” is said to be useful.

$$d = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{N}\left(Cp_i - Co_i\right)^2}{\sum_{i=1}^{N}\left(\left|Co - \overline{Co}\right| + \left|Cp - \overline{Co}\right|\right)^2}$$

7.3 Evaluation Parameter for Photochemical Model by USEPA

USEPA defined three parameters for evaluation of O3 hourly prediction model, and they are maximum prediction accuracy (MPA), normalized bias (NB) and normalized gross error (NGE).

The maximum prediction accuracy is normalized accuracy of domain-wide maximum hourly concentration unpaired in apace and time.

The normalized bias is mean normalized bias of all predicted and observed concentration pairs where the observed concentrations exceed 60 ppb, which is air quality standard of hourly O3 in the US.

The normalized gross error is mean normalized error of all predicted and observed concentration pairs where the observed concentrations exceed 60 ppb.

Table 8 Evaluation Parameters for Photochemical Model by USEPA

Parameters	Formula	Requirement
Maximum Prediction Accuracy (MPA)	$MPA = 100\left(\frac{Cp_{\max} - Co_{\max}}{Co_{\max}}\right)$	$\leq \pm 15 - 20\%$
Normalized Bias (NB)	$NB = \frac{100}{N}\sum_{i=1}^{N}\frac{(Cp_i - Co_i)}{Co_i}$ Co_i >60ppb	$\leq \pm 15\%$
Normalized Gross Error (NGE)	$NGE = \frac{100}{N}\sum_{i=1}^{N}\frac{\lvert Cp_i - Co_i\rvert}{Co}$ Co_i >60ppb	$< 35\%$

7.4 Evaluation Parameters for Annual Average Prediction Model in Japan

In Japan, the manuals for annual average simulation model like NO2, SPM etc. are created and evaluation parameters for the models are described in the manuals.

Table 9 Criteria for Simulation Model Agreement

1. Individual Criteria
(1) $a_0 \leq \frac{1}{3}\left(\overline{Co} - BG\right) + BG$ (2) $a_0 \leq \frac{2}{5}\left(\overline{Co} - BG\right) + BG$ (3) Slope of regression line is within 0.8 to 1.2 and close to 1.0 as much as possible, and correlation coefficient is more than 0.71 and more than 0.8 as much as possible. (4) $\frac{s'}{\overline{Co}} \leq \frac{1}{5}$ (5) $\frac{s'}{\overline{Co}} \leq \frac{1}{4}$ (6) $\frac{s'}{\overline{Co}} \leq \frac{1}{3}$ $a_0 = \overline{Co} - \overline{Cp}$ Note) Mean is calculated with all annual averages by stations here. BG: Background concentration by natural sources etc. $\frac{s'}{\overline{Co}}$: Coefficient of variation from $\overline{Co} = \overline{Cp} + a_0$
2. Integrated accuracy rank criteria
A rank criteria: Satisfy criteria of (1) and (3) and (5), or (1) and (4). B rank criteria: Satisfy (2) and (5). C rank criteria: Satisfy (2) and (6).

ANNEX 5

Training Materials

研修資料

List of Annex 5

5.1.CURS DE INSTRUIRE RELATIV LA TESTAREA PERFORMANȚRLOR ANALIZOARELOR FOLOSIND SISTEME DILUTOARE DE CALIBRARE

Training Course of Performance Analysis of the CO, NOx and SO_2 Analyzer

希釈校正システムを用いた測定機の性能試験に関する研修コース

5.2.CURS DE TEHNICI DE LUCRU ÎN SPECTRROMETRIA DE ABSORBȚIE ATOMICĂ(AAS) UTILIZATE LA DETERMINAREA METALELOR DIN AER

Training Course of Heavy Metal Measurement Technique in the Air

大気中の重金属類の測定技術に関する研修コース

5.3.CURS DE TEHNICI DE LUCRU PENTRU MĂSURAREA CONCENTRAȚIEI DE BENZEN ÎN AER

Training Course of Benzene Measurement in the Air

大気中のベンゼン濃度測定に関する研修コース

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel
021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

5.1. Curs de instruire relativ la testarea performanțelor analizoarelor folosind sisteme dilutoare de calibrare

Training Course of Performance Analysis of the CO, NOx and SO_2 Analyzer

希釈校正システムを用いた測定機の性能試験に関する研修コース

LEPA 研修プログラム　講習要領

LEPA 研修プログラムについての Hotoiu 所長の全体構想のうち、プロジェクトで関与できる範囲は No.1～4 であり、No.5～7 は測定機の保守に関する部分で、プロジェクトの対象外となる。

従って、プロジェクトで提示する研修プログラムとして、次の目次構成をとることとした。

研修プログラム　講習内容

1．大気汚染に関する法令
1.1 省令 546/2008
1.2 法令 CAFE

2．測定機の校正手段
2.1 校正方法の原理
2.2 ゼロガス発生器の特徴
2.3 シリンダー標準ガスの特徴
2.4 パーミエーションチューブ
2.5 GPT
2.6 O3 計の校正

3．校正作業
3.1 稼動パラメータについて
3.2 ゼロ・スパンと感度
3.3 校正の手順
3.4 校正頻度
3.5 校正の許容誤差
3.6 否定された場合に行う作業
3.7 手順の記録に用いられるべき書式

4．測定機性能評価の基準
4.1 稼動パラメータ
4.2 測定機の基本性能
4.3 測定結果の品質の確認方法
4.4 手順の記録に用いられるべき書式

Program de instruire pentru APM Sumarul cursurilor

Din cadrul planului de proiect al doamnei director Hoțoiu referitoare la programul de instruire al APM, temele de la 1 la 4 pot fi associate cu proiectul. Temele de la 5 la 7 sunt relative la întreținerea analizoarelor şi deci nu fac obiectul proiectului.

Aşadar, am decis ca programul de instruire care urmează a fi prezentat în proiect să aibă următoarea structură.

Programul de instruire Descrierea cursurilor

1. Legislatia folosita in domeniul calitatii aerului
   1.1 Ordinul 546/2008
   1.2 Directiva CAFE

2. Mijloace de calibrare a echipamentelor de analiză automată a calității aerului
   2.1 Principiile metodelor de calibrare
   2.2 Caracteristicile sistemului de generare aer-zero
   2.3 Caracteristicile buteliilor de gaz utilizate
   2.4 Tuburi de permeație
   2.5 GPT (titrare în fază gazoasă)
   2.6 Calibrarea analizoarelor automate de ozon

3. Calibrarea sistemelor automate de analiză a calității aerului
   3.1 Parametri de funcționare
   3.2 Zero-ul, capătul de scală şi senzitivitatea
   3.3 Proceduri de calibrare
   3.4 Frecvența calibrărilor
   3.5 Erori tolerabile la calibrare
   3.6 Activități de executat în cazul unei calibrări invalidate
   3.7 Formulare necesar a fi elaborate pentru documentarea procedurilor

4. Criterii de evaluare a performanțelor analizoarelor
   4.1 Parametri de funcționare
   4.2 Performanțe fundamentale ale analizoarelor
   4.3 Proceduri de verificare a calității rezultatelor măsurate
   4.4 Formulare necesar a fi elaborate pentru documentarea procedurilor

LEPA 研修プログラム　Hotoiu 所長の構想

No.	教習項目	詳細	講義用参考資料
1	大気汚染に関する法令	法令、規格など大気質に用いる資料ほか	参考文献、ネットで得られる資料
2	測定機性能の評価基準	語彙 パラメータについての説明 測定結果の品質の確認方法 手順の記録に用いられるべき書式	参考文献、SOP、 作業指示書、取扱説明書、操作マニュアル JICA 文書、ネットで得られる資料
3	測定機の校正方法	校正方法の原理 ゼロガス発生器の特徴 シリンダー標準ガスの特徴 パーミエーションチューブ 手順の記録に用いられるべき書式	SOP、 作業指示書、取扱説明書、操作マニュアル JICA 文書、ネットで得られる資料
4	校正作業	校正の必須手順 Z/S の確認 校正頻度、校正手順 校正の認定基準 否定された場合に行う作業 手順の記録に用いられるべき書式	SOP、 作業指示書、取扱説明書、操作マニュアル JICA 文書、ネットで得られる資料
5	予防保全とアフターサービスの手順	測定機の良好稼動に必要な保守活動 稼動確認のパラメータ 保守活動の頻度 稼動状況の管理文書 専門業者が行うサービス活動の品質上の諸問題	参考文献、SOP 操作マニュアル、JICA 文書 ネットで得られる資料
6	PM10 保守システムの確認手順	良好稼動を確認するためのパラメータ パラメータの測定方法 確認作業の頻度 手順の記録に用いられるべき書式	参考文献、SOP 操作マニュアル JICA 文書、ネットで得られる資料
7	気象観測装置の確認方法	同上	SOP 操作マニュアル JICA 文書、ネットで得られる資料

Programul de instruire APM – Plan întocmit de dna director Hoțoiu

No.	**Tema curs**	**Detalii**	**Suport de curs**
1	Legislația utilizată în domeniul analizei poluanților din aer	Legi şi normative, etc aplicabile în domeniu calității aerului	Bibliografie, materiale procurate de pe internet
2	Criterii de performanță caracteristice sistemelor automate de analiză a calității aerului	Terminologie Descrierea parametrilor caracteristici Proceduri de verificare a calității rezultatelor măsurate Formulare necesar a fi elaborate pentru documentarea procedurilor	Bibliografie Proceduri specifice de lucru Instrucțiuni de lucru Instrucțiuni de utilizare Manuale de operare Documente JICA Materiale procurate de pe internet
3	Sisteme de calibrare a echipamentelor de analiză automată a calității aerului	Principiile metodelor de calibrare Caracteristicile sistemului de generare aer-zero Caracteristicile buteliilor de gaz utilizate Tuburi de permeație Formulare necesar a fi elaborate pentru documentarea procedurilor	Proceduri specifice de lucru Instrucțiuni de lucru Instrucțiuni de utilizare Manuale de operare Documente JICA Materiale procurate de pe internet
4	Calibrarea sistemelor automate de analiză a calității aerului	Etape obligatorii la calibrarea analizoarelor Verificări de “zero” şi capăt de scală Frecvența calibrărilor, proceduri de calibrare Criterii de validare a calibrării Activități de executat în cazul unei calibrări invalidate Formulare necesar a fi elaborate pentru documentarea procedurilor	Proceduri specifice de lucru Instrucțiuni de lucru Instrucțiuni de utilizare Manuale de operare Documente JICA Materiale procurate de pe internet
5	Proceduri de întreținere preventivă şi service	Activități obligatorii în scopul întreținerii bunei funcționări a echipamentelor de analiză automată a calității aerului Parametri urmăriți în scopul confirmării funcționării corecte a echipamentelor Frecvența activităților de întreținere Documente necesar a fi elaborate pentru menținerea unei evidențe a funcționării analizoarelor Aspecte referitoare la calitatea activității de	Bibliografie Proceduri specifice de lucru Manuale de operare Documente JICA Materiale procurate de pe internet

Programul de instruire APM – Plan întocmit de dna director Hoțoiu

		service desfăşurată de firme specializate	
6	Proceduri de verificare a sistemului de prelevare PM_{10}	Parametri urmăriți în scopul confirmării funcționării corecte Modalități de determinare a parametrilor Frecvența activităților de verificare Formulare necesar a fi elaborate pentru documentarea procedurilor	Bibliografie Proceduri specifice de lucru Manuale de operare Documente JICA Materiale procurate de pe internet
7	Proceduri de verificare a echipamentelor de măsurare a parametrilor meteo	idem	Proceduri specifice de lucru Manuale de operare Documente JICA Materiale procurate de pe internet

1. Legislatia folosita in domeniul calitatii aerului

- Ordinul 546/2008 pentru constituirea structurii de coordonare si functionare a Retelei Nationale Automate de Monitorizare a Calitatii Aerului
- Ordinul Ministrului Apelor şi Protecției Mediului nr. 592/25.06.2002 privind aprobarea Normativului privind stabilirea valorilor limită, a valorilor de prag şi a criteriilor şi metodelor de evaluare a dioxidului de sulf, dioxidului de azot şi oxizilor de azot, pulberilor în suspensie (PM10 şi PM2,5), plumbului, benzenului, monoxidului de carbon şi ozonului în aerul înconjurător
- Legea nr. 655/20.11.2001 pentru aprobarea OUG nr. 243/28.11.2000 privind protecția atmosferei
- Legea nr. 265/29.06.2006 pentru aprobarea Ordonanței de urgență a Guvernului nr. 195/22.12.2005 privind protecția mediului
- Ordinul Ministrului Mediului şi Gospodăririi Apelor nr. 448/21.03.2007 (M.Of. nr. 226/03.04.2007) pentru aprobarea Normativului privind evaluarea pentru arsen, cadmiu, mercur, nichel şi hidrocarburi aromatice policiclice în aerul înconjurător
- Directiva 2008/50/CE a Parlamentului European şi a Consiliului privind calitatea aerului înconjurător şi un aer mai curat pentru Europa (Directiva CAFÉ) (in curs de implementare in Romania)

Puncte de atins in programul de instruire

1.1 Ordinul 546/2008 – necesitatea existentei unui astfel de ordin si explicarea modului de functionare a Retelei Nationale Automate de Monitorizare a Calitatii Aerului

1.2 Directiva CAFE
- ce aduce nou in privinta managementului calitatii aerului
- noi cerinte privind monitorizarea poluantilor atmosferici si a metodelor de referinta

Directiva 50/2008 - ce este nou

- **abrogă primele 3 directive-fiică**
- **Pe tema managementului calității aerului**
  - **Noi standarde privind calitatea aerului pentru PM2.5**
  - **Standardele privind calitatea aerului existente rămân neschimbate**
  - **Posibila extensie a perioadei de atingere pentru unele valori limită**
  - **Tratare specială a depăşirilor datorită surselor naturale**
  - **Unele modificări la planurile privind calitatea aerului şi la planurile de acțiune pe termen scurt**
- **Pe tema informării publice**
  - **În ceea ce priveşte extensia perioadei de obținere pentru standardele CA**
  - **Raport anual pentru toți poluanții**

Metode de referință conform Directivei 2008/50/CE

SO2: **EN 14212** (2005) sau echivalent
NOx: **EN 14211** (2005) sau echivalent
CO: **EN 14626** (2005) sau echivalent
Benzen: **EN 14662** (2005) sau echivalent
O3: **EN 14625** (2005) sau echivalent
Pb, Ni, Cd, As: **EN 14902** (2005) sau echiv
PM10: **EN 12341** (1999) sau echiv
PM2,5: **EN 14907** (2005) sau echiv.

Cerințe pentru aparatele de măsurare conform Directivei 2008/50/CE

- **Toate dispozitivele de măsurare noi trebuie să corespundă, de la 11 iunie 2010, metodei de referință sau unei metode echivalente.**

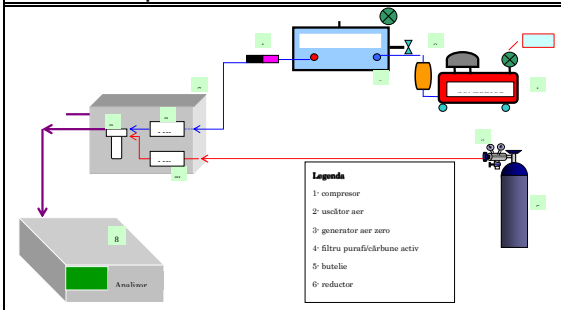
- **Toate dispozitivele de măsurare utilizate la măsurători fixe trebuie să corespundă, de la 11 iunie 2013, metodei de referință sau unei metode echivalente.**

- **La verificarea efectuată în cadrul verificării conformității, dacă dispozitivele îndeplinesc cerințele de randament ale metodei de referință, autoritățile competente acceptă rapoartele de verificare care au fost elaborate în alte state membre de către laboratoare, care sunt autorizate să efectueze verificările de rigoare, conform EN ISO 17025.**

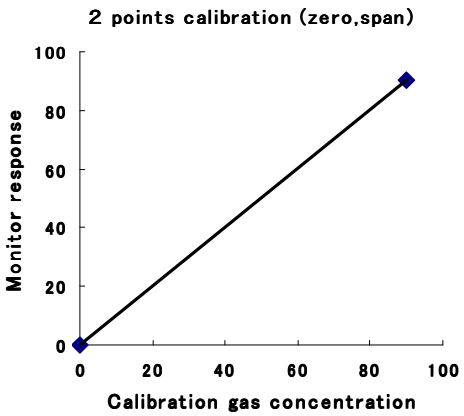
2. Mijloace de calibrare a echipamentelor de analiză automată a calității aerului

2.1 Principiile metodelor de calibrare

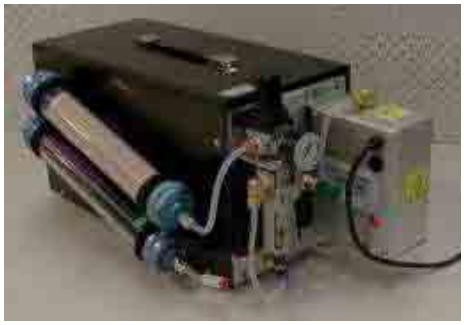
Principiul diluării gazelor

Ecran din prezentare	Elemente prezentate
	Materiale de referință: IL-5.4-11-01
Pentru calculul debitelor de aer zero se va folosi următoarea formulă: $$cgaz = \frac{Dgaz * c_{butelie}}{D_{gaz} + D_{aer}}$$ In care: C_{gaz} = concentrația de gaz pe care dorim să o obținem D_{gaz} = debitul de gaz Daer = debitul de aer zero $C_{butelie}$ = concentrația gazului etalon din butelie	

Ce este calibrarea cu ajutorul gazului-standard?

	In general, un analizor calibrat corect este un analizor care la măsurarea componentelor atmosferice afişează aceeaşi concentrație cu cea reală din atmosferă. De exemplu, în cazul în care analizorul primeşte spre determinare aer atmosferic cu o concentrație a componentului analizat de 50ppb, este necesar ca el să afişeze 50ppb. Reglarea senzitivității analizoarelor în acest scop se efectuează cu ajutorul gazului-standard. In mod obişnuit, reglarea senzitivității analizorului se face în două puncte de concentrație, unul fiind pentru concentrație 0 şi unul pentru 80-90% din domeniul de măsurare. Aceasta se numeşte „Calibrare zero-span”.

2.2 Caracteristicile sistemului de generare aer-zero

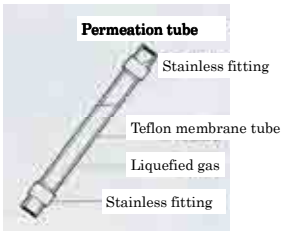
	Material de referință: Manualul AIR 2000 Explicarea procedurii de eliminare a impurităților cu absorbanți şi catalizatori.
CO < 0.05 ppm NOx < 1 ppb Total Hydrocarbons < 70 ppb O3 < 1 ppb SO2 < 1 ppb HCl < 10 ppb	Prezentarea performanțelor de eliminare a impurităților. (Din compararea valorilor din documentele de specificații, generatoarele de gaz-zero din stații sunt întrucâtva superioare celor de la Laboratoarele Naționale de Referință). Se va menționa că folosirea timp îndelungat a absorbanților şi catalizatorilor atrage după sine scăderea calității gazului-zero generat.

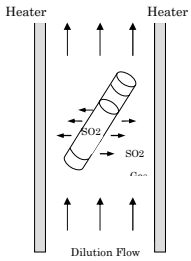
2.3 Caracteristicile buteliilor de gaz utilizate

	• sunt substanțe-etalon pentru analizoarele de substanțe din atmosferăSO2, Nox, CO, etc.) • Sistemul de trasabilitate a etaloanelor
$\mathbf{mg/m^3 \rightarrow ppm}$ $X\ (ppm) = A\ (mg/m^3) \times \frac{22.4}{M} \times \frac{(273+T)}{273} \times \frac{1013}{P}$	Material de referință: Unități de măsură • Se va explica despre unitățile de măsură folosite (presiune, concentrație) • Gaze de concentrație înaltă care afectează sănătatea explicarea concentrației şi a toxicității. Calcul de exemplificare: descărcarea întregii cantități de gaz în stația de măsurare are sau nu efecte asupra corpului uman?
	• Explicarea tipurilor de materiale care pot fi folosite la fabricarea conductelor

The nature of Gas Pollutants	Substance	Recommendable Tube Material
Large Absorption	SO_2, NO2, NMHC	Teflon Boro-Silicate Glass
Easy to be decomposed	O3	
Easy to stick on the inner wall	SPM	Stainless Steal Boro-Silicate Glass Vinyl Chloride(PVC)
Stable to decomposition or Absorption	CO	Teflon Boro-Silicate Glass Vinyl Chloride(PVC)

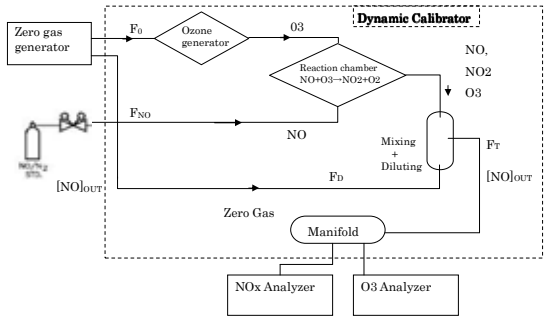
2.4 Tuburi de permeație

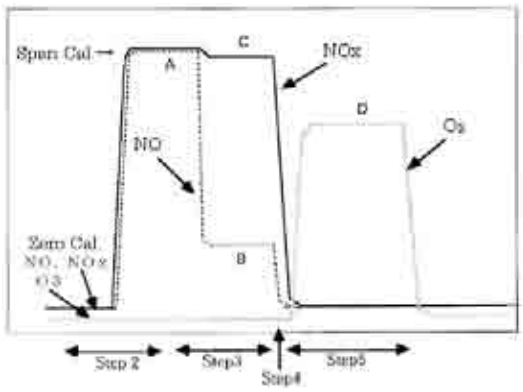




Material de referință:
Calculul ratei de permeație

2.5 GPT





Material de referință: Metoda de titrare în fază gazoasă

- concentrația gazului ozon generat şi a gazului NO2 se pot calcula
- aceste calcule se pot folosi la calibrarea analizoarelor de ozon şi la calculul eficienței de conversie a catalizorului din convertor

- 2.6 Calibrarea analizoarelor de ozon (alte procedee de calibrare a analizoarelor de ozon)

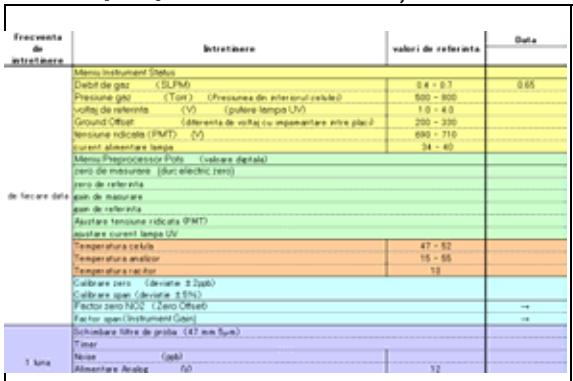
Material de referință: PSL 5.4-07

- standarde secundare (standarde de transfer)

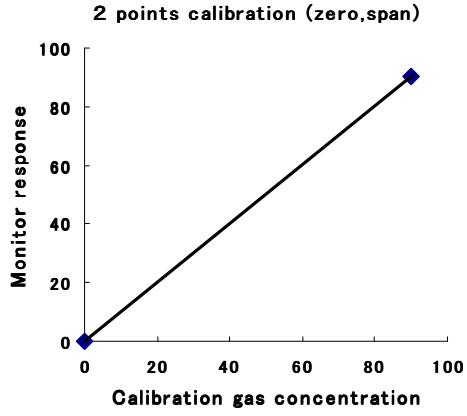
- Standardul primar de stat (SRP pentru O3 al NIST)

3. Operațiunile de calibrare

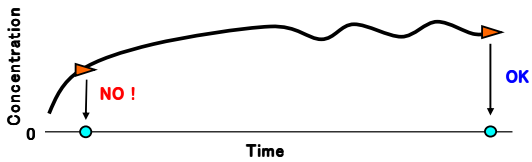
3.1 Despre parametrii de funcționare

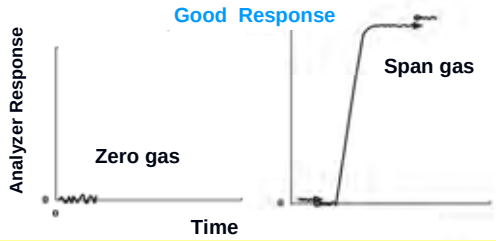
	Materiale de referință: Registrul de control întreținere • Inainte de calibrare se verifică dacă parametrii de funcționare a analizorului sunt normali (este important ca ei să fie înregistrați de fiecare dată) Pentru aceasta, este nevoie ca parametrii de funcționare să fie în limitele normale. • Nu există nici o garanție că după efectuarea calibrării orice analizor va afişa rezultate corecte Oricât s-ar calibra un aparat defect, el nu o să arate valori corecte
(schema traiectelor pentru analizorul de Nox) 	Se va prezenta schema internă a analizorului şi se va preciza fiecare parte şi parametrii ei de funcționare (ce semnale emite fiecare parte)

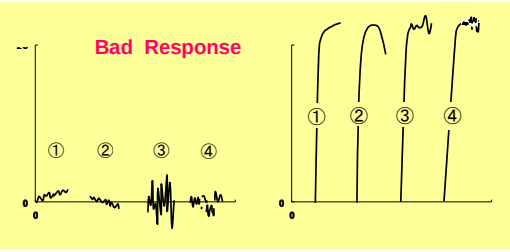
3.3 Zero-ul, capătul de scală şi senzitivitatea

	Material de referință: Puncte critice pt. obținerea de date de calitate • Senzitivitatea analizorului se hotărăşte prin punctul de zero şi capătul de scală • Ea apare în figuri precum o dreaptă Privitor la concentrațiile cuprinse între zero şi capătul de scală, se presupune că liniaritatea este asigurată • Calibrarea presupune introducerea de gaz-zero şi de gaz de capăt de scală (span)

3.3 Proceduri de calibrare







Material de referință:

1) Puncte critice pt. obținerea de date de calitate

2) Materiale de seminar (power point) prezentate de către dl. Ochi

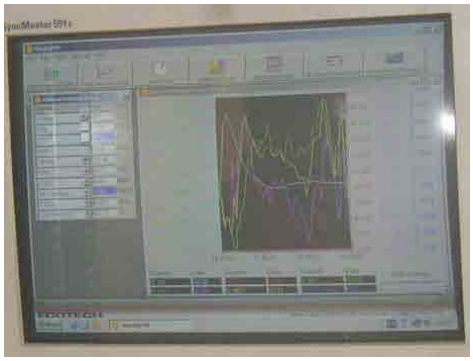
- este bine să se lase gazele (zero şi span) să circule cel puțin 15 minute
- calibrarea se face la stabilizarea răspunsului analizorului

  Intâi se face calibrarea de zero şi apoi cea de span. Lucrând în ordine inversă, calibrarea e incorectă

  După calibrare, senzitivitatea analizorului se schimbă
- Schimbarea senzitivității presupune schimbarea deviației de zero (offset) şi a pantei instrumentului (gain)

  Deviația la zero şi valoarea pantei nu diferă aproape deloc de la o calibrare la alta

- Calibrările se pot efectua fie manual de către personalul de întreținere, fie automat la data şi ora indicată de sistem
- Calibrarea în regim automat nu este întotdeauna corectă, deoarece este făcută indiferent de stabilitatea răspunsului analizorului.

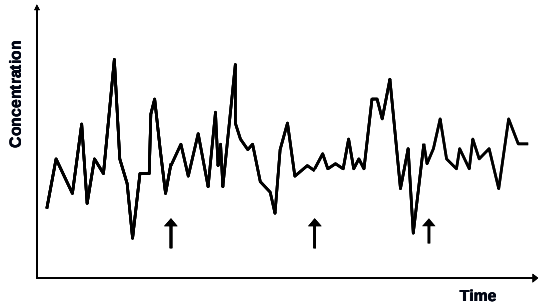


Material de referință:

Materiale de seminar (power point) prezentate de către dl. Ochi

- Stabilitatea răspunsului analizorului la introducerea de gaz de calibrare nu se poate constata decât făcând un grafic cu valorile instantanee ale răpunsului. (e greu de făcut o idee despre variații doar privind numerele).
- valorile instantanee pot fi vizualizate doar pe ecranul computerului conectat la echipamentul de colectare a datelor sau pe un înregistrator grafic. Este bine ca acest înregistrator să fie folosit.

3.4 Frecvența calibrărilor



Materiale de referință:

1) Puncte critice pt. obținerea de date de calitate

2) Materiale de seminar (power point) prezentate de către dl. Ochi

- Calibrarea se face la intervale regulate
- Calibrarea se face pentru câte un analizor o dată
- Frecvența calibrărilor manuale este între o dată pe săptămână şi o dată la trei luni, diferind funcție de organizația regională
- Cu cât intervalele între calibrări sunt mai mari, cu atât este mai nesigur

dacă la introducerea de gaz-standard cu prilejul calibrării se constată că analizorul este defect, nici una din datele colectate începând cu ultima calibrare nu mai poate fi considerată corectă. Ex.: în cazul unei frecvențe a calibrărilor de o dată la trei luni, în cazul de mai sus datele pe ultimele trei luni sunt inutilizabile.

3.5 Erori tolerabile la calibrare

(Date orientative pentru Japonia, nestandardizate)

	Calibrare sau nu?	SO_2 NOx O_3 (CO)	Determinarea PM10
Calibration Zero	Nu e necesara	±1 ppb (ppm)	–
	Este admisa	±2 a ±4 ppb (ppm)	±5 a ±10 μ g/m^3
	Este interzisa	Peste ± 4 ppb (ppm)	Cel putin 10 μ g/m^3
Calibration Span	Nu e necesara	±2% FS	
	Este admisa	±2 a ± 10% din scala intreaga	
	Este interzisa	Depasire cu peste± 10% din scala	

Materiale de referință:

1) Puncte critice pt. obținerea de date de calitate

2) Materiale de seminar (power point) prezentate de către dl. Ochi

- Decizia se face pe baza diferenței între valorile afişate la ultima calibrare față de valorile de la penultima calibrare
- Cu toate acestea, chiar dacă aceste diferențe sunt rezonabile, aceasta nu înseamnă neapărat că aparatul funcționează normal
- Deviația de zero şi panta (gain) sunt valorile pe baza cărora se face decizia asupra stării de funcționare aanalizorului. Decizia se poate face folosind datele din tabel.

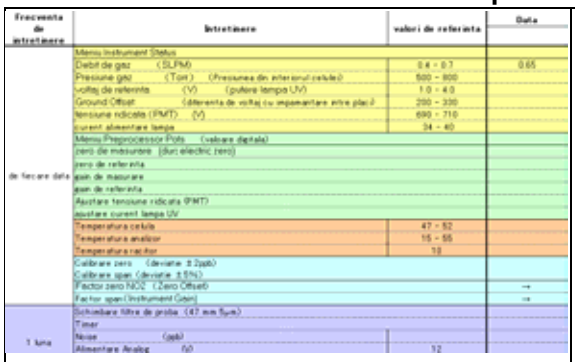
3.6 Activități de executat în cazul unei calibrări invalidate

—

- In cazul în care se decide că funcționarea aparatului este anormală, este interzis a se face calibrarea.

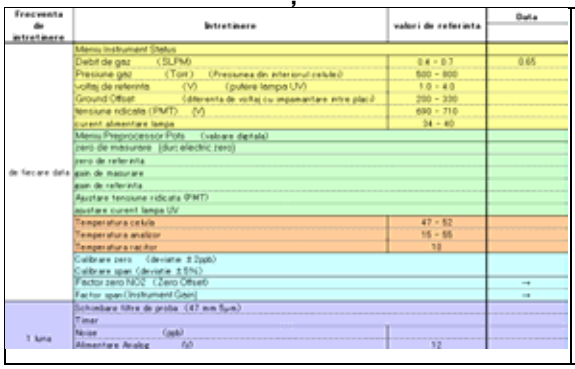
  Aparatul trebuie reparat imediat. Abia după repararea aparatului se poate face calibrarea şi se poate reîncepe folosirea acestuia la determinări.

3.7 Formulare necesar a fi elaborate pentru documentarea procedurilor

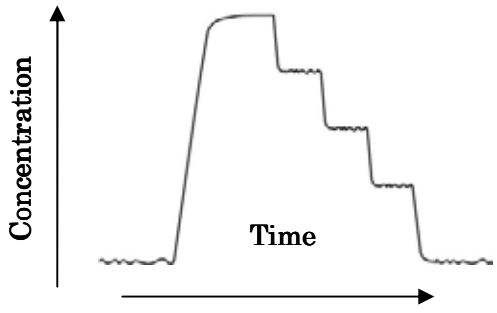
	1) Registrul de control întreținere
	2) Filă cu Răspunsul analizorului la introducerea gazului de calibrare (de examplu, cel vizualizat pe hârtia înregistratorului grafic)

4. Criterii de evaluare a performanțelor analizoarelor

4.1 Parametri de funcționare

	Parametrii de funcționare trebuie să se încadreze între limitele permise

4.2 Performanțe fundamentale ale analizoarelor

	Materiale de referință: 1) PSL 5.4-11 2) SOP Dilutor EDA 2000 (Ver.2) Explicarea procedurii metodei de testare stabilită prin normativele UE şi a metodei de calcul a datelor ・Testarea liniarității ・Testarea deviației de zero (zero-drift) ・Testarea deviației la capătul de scală (span-drift) ・ Testul de repetabilitate ・ Testarea vitezei de răspuns

4.3 Proceduri de verificare a calității rezultatelor măsurate

Tabel 1: Standard ASRO SR EN14211 „Caracteristici de performanță relevante şi criterii”	Prezentarea criteriilor normativelor UE; explicarea posibilității deciziei asupra stării de funcționare a aparatelor pe baza comparării valorilor din normative cu rezultatele de la testele explicate mai sus

4.4 Formulare necesar a fi elaborate pentru documentarea procedurilor

NOx Analyzer Serial No. M2206-M905 **The record of response under introducing NO standard gas** **Span gas setting I** NO Cylinder Conc. (ppm) 75.9 MFC02 (St. gas flow rate) (ml/min 32 MFC03 (Dil. air flow rate) (ml/min) 3000 Introducing time (min) 20 **Response I** Date 25/09/07 26/09/07 27/09/07 28/09/07 Measured Conc. NO (ppb) 782 779 785 Measured Conc. NOx (ppb) 783 779 783 Expected Conc. NO (ppb) 801 Gain 2.103 Offset NO 0.0001 Offset NO2 0.0008	1) Fişa de înregistrare a liniarității 2) Inregistrări ale introducerilor de gaze-standard

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECȚIA LABORATOARELE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ

PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU DILUATORUL PORTABIL OGD – 2000 UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZOARELOR DE CO, NOx, SO_2

COD: PSL 5.4. - 11

APROBAT:

NUME....., Director Executiv

(semnatura)……

ELABORAT:

Nume....., consilier

(semnatura)……

VERIFICAT:

Nume , sef serviciu .....

(semnatura)……

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de față este proprietatea **Laboratoarele Naționale de Referință – Serviciul Laborator Aer** aparținând AGENȚIEI NAȚIONALE PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul ANPM

Copiile sunt numerotate şi controlate.

COD PSL 5.4.-11

Ediția 1/

Revizia 0 /

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL 5.4 -11 in data de Editia 1, Revizia0	Resp. Calit.		Dir. Gen.

Cod: PSL 5.4- 11

Editia 1/data:

Revizia 0/data:

Cuprins

1. Scop

Instrucțiunile de lucru prezintă modul de etalonare a analizoarelor de de SO_2, CO, NOx cu ajutorul diluatorului portabil OGD 2000 PT. Această operație este necesară atât pentru realizarea unor măsurători precise ale concentrațiilor de SO_2, CO, NOx din aerul ambiental, cât şi pentru îndeplinirea cerințelor de controlul calității din stațiile de monitorizare ale Rețelei Naționale de Monitorizare a Calității Aerului.

2. Domeniul de aplicare

Metoda se aplică la analizoarele din stațiile de măsurare ale **Rețelei Naționale de Monitorizare a Calității Aerului**

Frecvența încercării:

- După instalare şi după reparație,
- La doua saptamani sau cand verificarea cetalonarii indica acest lucru

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

1.SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări

2. SR EN 14626/2005 Metoda standard de măsurare a concentrației de monoxid de carbon prin spectroscopie în infraroşu nondispersivă

3. SR EN 1412/ 2005 Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de sulf prin fluorescență în ultraviolet

4. SR EN 14211/ 2005 Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de azot şi monoxid de azot prin chemiluminescență

5. Manualele de operare ale aparatelor

4. DEFINIȚII ŞI PRESCURTĂRI

4.1. Definiții

Etalonare: comparare a răspunsului analizorului la o concentrație cunoscută a gazului cu o incertitudine cunoscută.

Abatere de liniaritate: deviația maximă de la dreapta de regresie liniară a mediei unei serii de măsurări la aceeaşi concentrație.

Domeniu de certificare: domeniul de certificare pentru care este validat analizorul.

Trasabilitate: proprietatea rezultatului unei măsurători sau valoarea unui standard / etalon prin care aceasta poate fi raportată la referințe stabilite, printr-un lanț neântrerupt de comparări toate având incertitudini stabilite, de obicei standarde naționale sau internaționale.

5. Abrevieri

FL – formular de lucru

IL – instrucțiune de lucru

RNMCA – rețea națională de monitorizare a calității aerului

6. Mod de lucru

6.1. Aparatură şi materiale

- Analizor
- Sursă de gaz zero: compresor, generator pentru gaz zero
- Sursă de gaz etalon:butelii cu gaz etalon SO_2 , , **CO, NOx**
- Sistem de dilutie OGD 2000 (doar pentru stațiile care au butelii cu concentrație mare)
- Tuburi de teflon

Sursele de gaz trebuie să furnizeze gaze de etalonare în exces față de necesarul analizorului iar surplusul se elimină prin orificiu al **OGD 2000 PT** (vent). Presiunea de alimentare trebuie să fie suficient de mare astfel încât prin vent să nu intre aerul ambiental (care poate influența determinarea).

6.2. Operatii preliminare

1. *Se verifică* dacă *standardele de transfer* (aer zero, gaz pentru capăt de scală) au fost certificate în ultimele 6 luni. Se verifica informatiile de pe eticheta acestora cât şi înregistrările din formularele statiei
2. Se schimbă filtrul de particule poziționat în spatele analizorului, conform IL-stație -01- Instrucțiuni de lucru privind efectuarea operațiilor de întreținere preventivă
Operația se înregistrează în FL-stație -01 Formular de inregistrare a operațiilor de **verificare şi** întreținere a aparaturii şi a sistemului de prelevare din stație
3. *Se pregătesc formularele pentru înregistrarea* operațiilor efectuate:

- cod FL –stație-02 Formular de inregistrare a operațiilor de etalonare
- cod FL -01- Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului

6.3. Montarea aparaturii

6.3. 1. Conectarea sursei de aer zero

- se verifică/realizează legatura dintre compresor şi racordul generatorului de aer zero (**AIR IN)** printr-un tub de teflon
- se realizeaza legatura dintre racordul generatorului de aer zero (**HIGH PRESSURE OUT)** si sistemului de dilutie **OGD 2000** la **AIR IN** Pe acest traseu, se montează un scruber cu purafill/cărbune activ (acesta este si sensul, întâi purafil apoi carbune)

6.3. 2. Montarea buteliei cu gaz etalon

a) Se montează reductorul de presiune:

- Se fixează garnitura de etanşare dintre robinetul buteliei şi reductorul de presiune. Garnitura trebuie să fie în stare ireproşabilă.
- Reductorul de presiune se va racorda prin fixarea colierului şi strângerea şurubului de presiune.
- Se verifică dacă garnitura este în stare bună prin deschiderea lentă a robinetului buteliei şi apoi prin închiderea acestuia; presiunea afişată pe manometru trebuie să fie constantă. În cazul în care presiunea scade, garnitura de etanşare trebuie înlocuită.

b) *Se elimină eventualele impurităţi prin purjare*:

- Se deschide robinetul buteliei
- Se deschide imediat ventilul reductorului de presiune lasând gazul să iasă din reductor
- Se inchide ventilul reductorului de presiune şi apoi cel al buteliei

Se repetă operația de cel puțin trei ori.

c) *Se montează traseul pentru gazul etalon*:

- pe tubul de teflon se introduc piulița şi garnitura, apoi se introduce tubul de teflon în racordul de ieşire al reductorului şi se înşurubează piulița.
- Celălalt capăt al tubului de teflon se introduce Ia racordul de intrare **GAS 1** al sistemului de dilutie **OGD 2000**

6.3. 3. Conectarea analizorului

- Se conectează ieşirea OUT de la sistemului de dilutie **OGD 2000** la *filtrul de particule poziționat în spatele analizorului* care este conectat la intrarea INLET a analizorului printr-un tub de teflon.

6.4. Pornirea aparaturii

a) Se conectează sistemul de dilutie **OGD 2000** la la sursa de curent, se comută butonul de pornire pe poziția **I** şi se aşteaptă circa 45 min pentru a intra în regim.

b) *Alimentarea cu aer zero*

- se conectează compresorul la sursa de curent
- se conectează generatorul de aer zero la sursa de curent, se comută butonul de pornire pe poziția **I**

- se deschide robinetul compresorului
- se regleză presiunea gazului la generatorul de aer zero la 2 bari prin utilizarea butoanelor de reglare.
- se așteaptă până când ledul portocaliu se stinge (pentru a ne asigura că generatorul funcționează la parametrii optimi).

Atenție! Dacă se aprinde ledul roșu, generatorul nu funcționează corect și trebuie anunțat personalul de service

Sursa de gaz trebuie să furnizeze gaze de etalonare în exces față de necesarul analizorului iar surplusul se elimină printr-un orificiu al piesei în formă de T (vent). Presiunea de alimentare trebuie să fie suficient de mare astfel încât prin vent să nu intre aerul ambiental (care poate influența determinarea).

c) *Alimentarea cu gaz etalon*:

- Se deschide încet ventilul buteliei, se verifică dacă presiunea indicată de primul manometru este mai mare decat presiunea reziduala a buteliei (10% din presiunea totala de 150 bari). Se notează presiunea din cilindru

Important: Se urmareste ca in timpul calibrarii presiunea indicata de primul manometru sa nu scada sub 10% din presiunea specificata pe eticheta buteliei

- Se deschide încet ventilul manometrului și se verifică dacă presiunea indicată de al doilea manometru este în jur de 2 bari

d) *Ponirea sistemului de dilutie* ***OGD 2000***

- Se pune gaz devider pe poziția MANUAL
- Pe manometrul din spatele gaz devider se stabilește valoarea 0,5 bari (pe scala neagră).
- Se fixează pe **AIR FLOW REGULATION** valoarea pentru concentrația la care se verifică analizorul, calculată pentru **gazul zero** conform celor prezentate în anexa.....
- Se fixează pe **CYLINDER FLOW REGULATION** valoarea pentru concentrația la care se verifică analizorul, calculată pentru **gazul etalon** conform celor prezentate în anexa.....

6.5. Verificarea concentrațiilor

Se verifica daca concentratia calculata este identica cu cea indicata de catre analizor . La fiecare concentrație (inclusiv zero) trebuie efectuate cel puțin două citiri individuale. Citirile concentrațiilor se realizează după stabilizarea acestora, după minim 15 minute.

Se calculează mai întâi debitele de aer zero și gaz etalon necesare fiecărei concentrații.

Se au în vedere următoarele:

- Debitul maxim al regulatorului pentru aer zero este de 10 000 cc/min (indicata în manualul de operare al acestuia) iar cifra care corespunde la debitul maxim este de 999
- valoarea maximă a debitului regulatorului pentru gaz de 200 cc/min (indicata în manualul de operare al acestuia) și valoarea care corespunde debitului maxim de 999.
- Nu se recomandă debite pentru gazul etalon mai mici de 20 cc/min

- Se verifica ca debitul furnizat de catre sistemul de dilutie **OGD 2000** sa asigure debitul necesar pentru analizor (indicat în manualul de operarea al acestuia) şi un exces de min. 10%.

6.5.1. Calculul debitelor necesare

Pentru calculul debitelor de aer zero se va folosi următoarea formulă:

$$cgaz = \frac{Dgaz * c_{butelie}}{D_{gaz} + D_{aer}} \qquad (1)$$

In care:

C_{gaz} = concentrația de gaz pe care dorim să o obținem
D_{gaz}= debitul de gaz
Daer = debitul de aer zero
$C_{butelie}$= concentrația gazului etalon din butelie

6.5.1. Mod de lucru

1. Se setează valoarea debitului de aer zero calculat prin introducerea cifrelor corespunzătoare la AIR FLOW REGULATION
2. Se apasa butonul AIR IN pentru a permite alimentarea cua aer zero
3. Se setează valoarea debitului de gaz de etalonare calculat prin introducerea cifrelor corespunzătoare la CYLINDER FLOW REGULATION
4. Se apasa butonul INPUT Gas 1 , INPUT Gas2 sau INPUT Gas 3 , functie de intrarea aleasa pentru a permite alimentarea cu gaz etalon.
5. Se aşteapta pana cand valorile citite pe **DILUTION AIR FLOW** si respectiv pe **CYLINDER FLOW REGULATION** sunt stabile.
6. Se citesc valorile afisate si se noteaza cu **$D_{gaz\ citită}$, (**cea de pe **DILUTION AIR FLOW) si,** respectiv **$D_{gaz\ citită}$**
7. Se aşteaptă până când valorile afişate pe display-ul analizorului sunt stabile
8. Se recalculează concentrația de gaz cu debitele de aer şi gaz indicate de diluatorul portabil utilizând formula (1) de mai sus
9. Se verifică dacă după 20 de minute valoarea indicată pe ecranul analizorului diferă de cea calculată cu mai mult de 5 ppb. Daca difera, se realizeza etalonarea aparatului conform punctului urmator

Se trec valoarile în cod FL –stație-02 Formular de inregistrare a operațiilor de etalonare şi valoarea Instrument Gain în FL -01-01 Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului

6.5. 2. Reglarea analizorului la capăt de scală

Dacă după 20 de minute valoarea indicată pe ecranul analizorului diferă de cea calculată cu mai mult de 5 ppb, se face ajustarea de capăt de scală astfel:

- Din ecranul principal al analizorului apăsăm sageată jos. Va apărea START MANUAL CALIBATION.
- Alegem opțiunea YES.
- cu tasta SELECT merg Ia cifra pe care vreau să o schimb
- cu SAGETI SUS/JOS cresc sau descresc valoarea (se introduce valoarea concentratiei de pe butelie)
- se tastează ENTER . Va apărea Instrument Gain modificat
- tastăm din nou ENTER pentru a salva noua valoare a acestuia.

Se trece noua valoare a Instrument Gain în cod FL –stație-02 Formular de inregistrare a operațiilor de etalonare şi în FL -01-01 Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului

6.6. Demontarea aparaturii de etalonare

După stabilizarea valorilor de pe display se deconectează sistemul de etalonare astfel:

a) Demontarea buteliei cu gaz pentru capăt de scală

- se închide robinetul buteliei
- se închide robinetul regulatorului de presiune
- se demontează tubul de teflon de Ia intrarea INPUT GAS 1 a sistemul de dilutie **OGD 2000**
- Se închide INPUT GAS 1

b) Deconectarea sursei de aer zero

- se închide generatorul de aer zero comutând butonul de pornire pe poziția **O,**
- se deconectează generatorul de aer zero de la sursa de curent
- se deconectează compresorul de la sursa de curent
- se închide robinetul compresorului
- se deconectează generatorul de aer zero de la de Ia intrarea AIR IN a sistemul de dilutie **OGD 2000**
- Se închide AIR IN

c) Se închide sistemul de dilutie **OGD 2000**

7. Întreținerea periodică

Operațiile de întreținere periodică cele sunt prezentate în POS.

8 RESPONSABILITĂȚI

Responsabilitățile personalului sunt cele sunt prezentate în POS.

9. Norme privind tehnica securității în muncă

Normele privind tehnica securității în muncă sunt cele sunt prezentate în POS.

10.Evaluare şi documente

Etalonarea se va trece în registrul stației cod FL –stație-02 Formular de inregistrare a operațiilor de etalonare iar valorile Zero Offset şi Instrument Gain se notează şi în FL -01-01 Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului de SO_2 ML 9850B .

11. Inregistrări

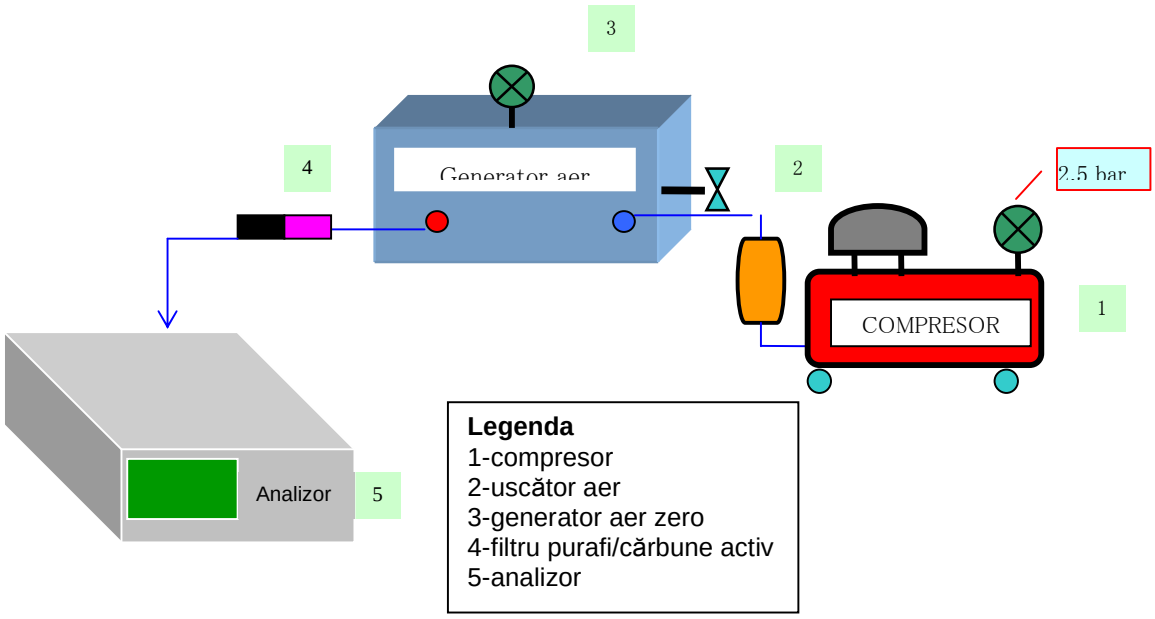
Nr. crt.	Denumire înregistrare	Cod document	Persoana care efectuează înregistrarea	Loc de arhivare-durată (ani)
1.	Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare	FL- laborator -01		Laborator……/ 5 ani
2.	Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare	FL- laborator -02		Laborator……/ 5 ani
3.	Formular de solicitare intervenție tehnica	FL-laborator -03		Laborator...../ 5 ani
4.	Formular de verificare a	FL -05 -01		Laborator...../

	parametrilor de funcționare ai analizorului de CO ML 9830B			5 ani
5.				

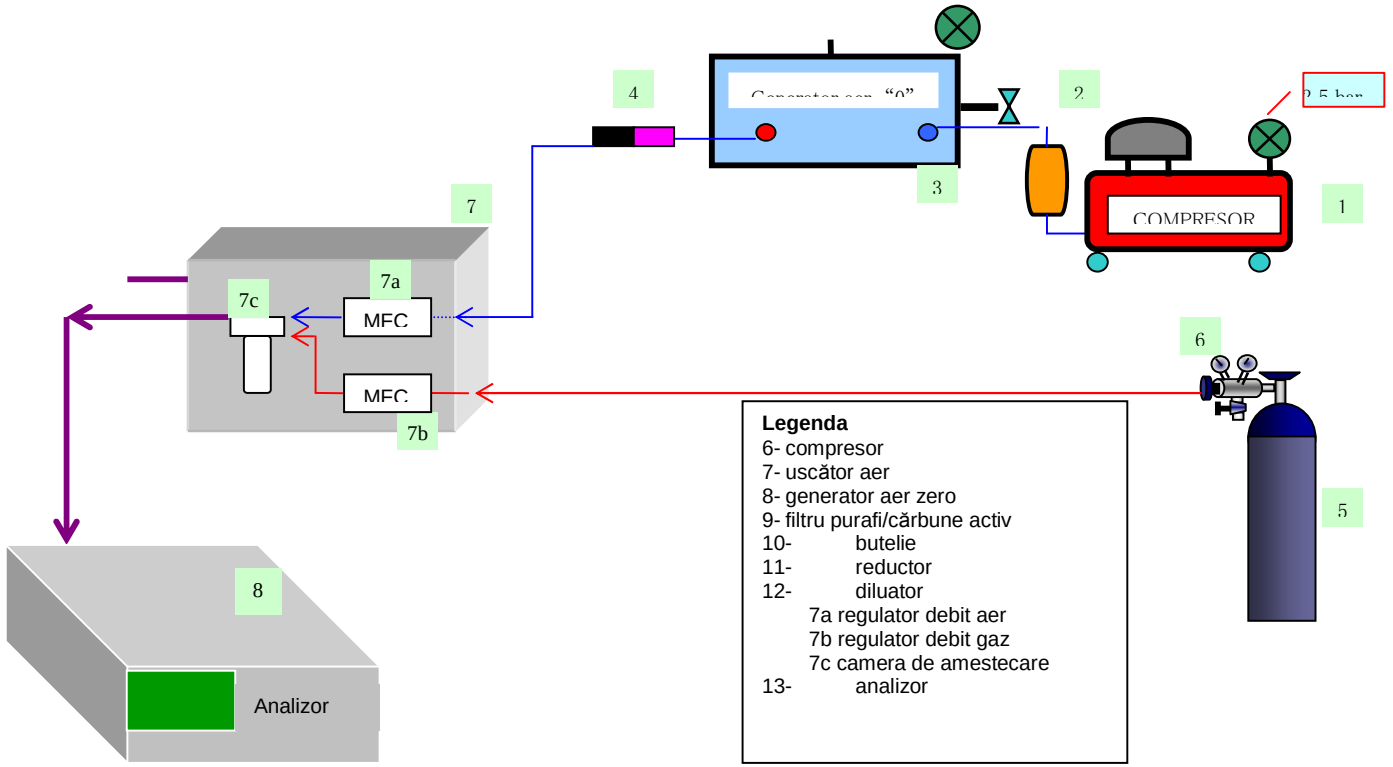
12. Anexe

Nr. Crt.	**Denumire înregistrare**	**Cod document**	**Loc de arhivare-durată (ani)**
1.	Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului ML 9830B	IL 05 – 01	Laborator……/5 ani
2.	Instrucțiuni de lucru pentru conectarea şi pornirea sistemului de etalonare	IL 05 - 02	Laborator……/5 ani
3.	Instrucțiuni de lucru pentru realizarea etalonării analizorului	IL 05 - 03	Laborator...../5ani
4.			

Anexa nr. 1. Montarea aparaturii pentru etalonarea de zero a analizorului



Anexa nr. 2. Montarea aparaturii pentru etalonarea la capăt de scală (span) a analizor



AIR GENERATOR

Mod. AIR-2000

INSTRUCTION MANUAL

Rev. 1 of 30/08/04

This document contains information of Orion S.r.l. property.
All the information contained cannot be published, reproduced, copied, divulged or used for purposes different from those of the present document, without a written authorization of an official representative of this company.

All the correspondence shall be sent to:

Advice instruments and plants office.
Orion S.r.l.
Via A.Volta n.25/B
35030 Veggiano (PD)
Phone (+39) 049 9006911 - Fax (+39) 049 9006939

INDEX

Introduction	page 4
Chap. 1° Working theory	page 5
Chap. 2° Generator configuration	page 6
Chap. 3° Installation	page 7
3.1 Unpacking	page 7
3.2 Connections	page 8
3.3 Starting	page 8
Chap. 4° Maintenance	page 9
4.1 Weekly	page 9
4.2 Yearly	page 9
Chap. 5° Spare parts	page 10

INTRODUCTION

The synthetic air generator Mod. AIR-2000 has been developed thanks to the knowledge and experience matured across the years by ORION S.r.l. staff.
The main purpose of the generator is to supply "zero grade" air to the environmental analyzers (immissions) and for emissions.
A minimum maintenance is required. The filters installed in the plant must be controlled periodically in order to guarantee an optimal use of the instrument.
The air produced by the generator is tested by our skilled staff and certified in the company laboratories. The independent exits - refer to the appendix drawings - placed on the back of the generator, enable to have the gas in pressure, until a max of 5 Bar or at atmospheric pressure for the subdued analyzers.

The synthetic air generator uses a palladium active element catalyzation system contained in a cartridge which must be periodically replaced in order to maintain its characteristics.

The conceived generator allows to supply:

a) zero air to the environment analyzers: CO, SO2, NOx, O3, HC.
   And to those for emissions: CO, CO2, HC, O2 (span), HCl, etc...
b) burning air for analyzers F.I.D.

The synthetic air generator AIR-2000 produces air in pressure which, otherwise, should be supplied through rechargeable cylinders.
Unlike these latter, the generator AIR-2000 does not require important maintenances and above all does not require any recharge. Moreover it allows a high autonomy, since the air in pressure is supplied by a compressor "OIL FREE", which enables the direct delivering of air for nearly a hour, with a tank of 24 Lt. charged at 9 Bar in normal working conditions.
The not continuative use of the compressor "OIL FREE", whose main feature is to avoid the "dirtiness" of stored air, allows a very reduced wear contributing to a long duration of the synthetic air generator AIR-2000.

CHAPTER 1°

WORKING THEORY

The synthetic air generator ORION Mod. AIR-2000 is based on the principle of the following filtering of an ambient air sample.
At every passage the "polluted" gas is purified, through a filter, by the specific pollutant of that filtration.

Now let's analyze in details the several filtration phases:

a) Air is drawn, from the environment around the compressor, by the pump itself, which compresses in the tank of 24 Lt. at the pressure of 7 Bar.
In this first phase, air is filtered from the dust in a coarse way by the filter fixed on the compressor.

b) At the exit of the compressor, a pressure regulator with manometer and condensation discharger is assembled.
Air, getting out of the tank in pressure, gets in the condensation discharger.
Here the air flow condenses and separates from water, which accumulates in the bottom, where it is discharged with a manual valve system, or automatically through a special steel capillary.
Air passes through a pressure regulator, which brings it to values around 1 or 1,5 Bars in order to supply the purification system.

c) A manometer fixed on the front of the instrument is assembled at the entry of the synthetic air generator. See appendix drawings.
The water filtration guarantees dry air in exit from the generator. It could happen that air, after exceeding the compressor, drags some condensation, caused by the lowering of pressure in exit of the compressor itself.
Water dragging is very dangerous since, when it reaches the instruments, it may damage them.
The first condensation filtration thus ends.

d) Air passes through the filter F1 (in some cases it can be double), which erases SO2, O3, NO, NO2 from the gas. See appendix drawings.
The second filtration phase thus ends.

e) Lastly air meets the catalytic converter at 400°C, which erases CO and hydrocarbons. By this last process the filtration phase ends. Air now is ready to be used and is sent to the several exits.

CHAPTER 2°

CONFIGURATION GENERATOR Mod. AIR-2000

TECHNICAL FEATURES

Supplying: 220V/50Hz

Air supplying pressure: until 7 Bar, from external compressor (option)

Absorption: 250VA

Execution: rack drawer 19" height 3 HE

Dimensions: 483 x 133 x 435 mm (l x h x p)

Weight: 7,0 Kg.

FEATURES AIR IN EXIT

CO	< 0,05 ppm
NOx	< 1 ppb
THC	< 70 ppb
O3	< 1 ppb
SO2	< 1 ppb
HCl	< 10 ppb

CHAPTER 3°

INSTALLATION

The model AIR-2000 installation includes the unpacking of instrument from the protective wrapping, the connection to the compressor (optional), the connection with the zero air transport line and the connection to supplying 220V/50Hz.

3.1 UNPACKING

The AIR-2000 model of ORION S.r.l. is supplied in two containers.
Should any clear signs of damage in the package be checked at delivery, contact the carrier to agree for an eventual inspection.
The carrier, and not ORION S.r.l., is responsible for any damage occurred during transport.
The packages contain, besides the generator and the compressor, a three-polar power cable (phase, neutral and ground) and the user manual.
To unpack the AIR-2000 model, follow this procedure:

1) Take off the instrument from the package and install it on a rack 19" (the telescopic guides are optional), or put in on a desk, verifying if it is possible to approach both the frontal part and the back.
2) Take off the upper cover of the instrument removing the two screws placed on the back. Verify that all the parts composing the generator are entired. Effect the same verification for external accessories.
3) Verify the absence of damages during transport.
4) Put again the cover and screws.
5) Take off the compressor from the package.
6) Verify its integrity after transport.

3.2 CONNECTIONS

1) Use a tube of 6mm ϕ ext. and 4mm ϕ int.
   Recommended materials:
   PTFE, Rilsan, Nylon, PVDF, PVC and Steel for special uses to connect the compressor to AIR-2000 model. The connection must be effected between the rapid exit connection of pressure regulator of compressor to one of the generator initialed *IN AIR*.
2) Control that the compressor is equipped with a power cable, connect it to the supplying box, placed on the back of the instrument (see appendix drawings) under the switch, as indicated by the connecting terminals.
3) Plug in the power cable, included in the equipment, and the one of the two sockets compressor 220V/50Hz.

3.3 STARTING

1) Close the manual exit valve of the compressor. Switch it by pressing the supplying switch. The compressor will start filling the tank and the pressure will be visible on the manometer. It will stop automatically when it reaches 7 Bar.
2) Open the manual valve. The pressure is regulated in laboratory at nearly 1,5 Bar. It may be regulated with the pressure regulator, placed at the exit of the tank.
3) Now regulate the pressure on the generator (usual value 1,5 Bar) with the pressure regulator placed on the back of the air generator AIR-2000.
   Air will start getting outside the connections to reach the instruments.

   The pressure regulator calibration takes already place in ORION S.r.l laboratories, for the most common use of AIR-2000, for other kind of application it is suggested to advise our company in order to use the generator in the most suitable way.
4) Switch the generator on, by pressing the supplying switch placed on the back, under the socket. The lamps will switch on, the former *Power on* indicating the presence of tension, the latter *Heater* signalling the thermostatation phase of the catalyzing element. When the lamp *Heater* signalling the thermostatation starts flashing, the converter has reached 400°C and the generator is ready to use.
5) The compressor has an intermittent working. Verify that the pressure does not go below 1 Bar.

CHAPTER 4°

MAINTENANCE

The synthetic air generator ORION model AIR-2000, has been developed with highly reliable and long lasting materials and parts. The maintenance has been conceived to be easy and quick. It is difficult to foresee the duration of filtering elements and the generator. The duration may depend on:

- Pressure
- Flow
- Pollutants level to filter

For many applications it is advisable to follow this scheme for the maintenance:

4.1 WEEKLY

If the compressor is not equipped with the automatic condense discharger (optional) it must be discharged manually, making a pressure on the water discharge valve, until it is removed completely.

Empty the compressor tank from eventual condense, acting on the valve placed under the cylinder. If air features are supposed to have a high rate of humidity, follow the operation more frequently.

4.2 YEARLY

Control the state of Purafill. When it is new its colour is purple. When it is exhausted it becomes brown. It must be replaced when, inside the filter, only 20% is still purple coloured. Unscrew the filter cap and proceed to replacement. Both the filtering elements must be replaced in the double filters composed by Active Carbon and Purafill.

Replace the catalytic converter charge placed inside the instrument.

It is sufficient to open the synthetic air generator as described in the 3.1 paragraph, disconnect the connection tubes and extract the bulb containing the catalyzer, which must be replaced completely. The air generator AIR-2000 model is equipped with a counter placed on the back in order to supply the customer with a further control on the catalyzer working time.

ORION S.r.l. recommends to replace the converter charge after nearly 9000 ÷ 9200 working hours.

CHAPTER 5°

SPARE PARTS

- Dry external compressor "OIL-FREE"
- Condense separator with pressure regulation
- Active Carbon filter
- Fan
- Manometer
- Flow-meters with flow regulator
- Temperature control card
- Steel coil completed of connections
- Heating resistance (240V – 250W)
- Pt100
- Lamps with bayonet-joint

1. Units of measure

1.1 Explanation

Continuous air monitoring analyzers indicate the concentration of each pollutant in Air.
We must pay attention to the Unit of concentration for understanding the environmental concentration correctly.

In chemistry, **concentration** is the measure of how much of a given substance there is mixed with another substance. This can apply to any sort of chemical mixture, but most frequently the concept is limited to homogeneous solutions or gas where it refers to the amount of solute in a substance.

The **"parts-per" notations** are used to denote extremely low concentrations of chemical elements. Also known as mixing **ratio**s, are often used to denote the relative abundance of trace elements in the Earth's crust, or levels of pollutants in the environment.

- *Parts per hundred* (denoted by "%" and very rarely "pph") — denotes one particle of a given substance for every 99 other particles. This is the common percent. One part in 10^2. This is equal to 0.6 second out of a minute, or (864 seconds) 14 minutes, 24 seconds of a day.
- *Parts per thousand* (denoted by "‰", the permille symbol, and occasionally "ppt") denotes one particle of a given substance for every 999 other particles. This is roughly equivalent to one drop of ink in a cup of water, or one second per 17 minutes. "Parts per thousand" is often used to record the salinity of seawater. One part in 10^3.
- *Parts per million* ("ppm") denotes one particle of a given substance for every 999,999 other particles. This is roughly equivalent to one drop of ink in a 150 litre (40 gallon) drum of water, or one second per 280 hours (11 days, 16 hours). One part in 10^6 — a precision of 0.0001%.
- *Parts per billion* ("ppb") denotes one particle of a given substance for every 999,999,999 other particles. This is roughly equivalent to one

drop of ink in a lane of a public swimming pool, or one second per 32 years. One part in 10^9.

- *Parts per trillion* ("ppt") denotes one particle of a given substance for every 999,999,999,999 other particles. This is roughly equivalent to one drop of ink in a shipping canal lock full of water , or one second every 320 centuries. One part in 10^{12}.

Of all the *pp* variants, *ppm* is by far the one in most common usage; *ppb* is also frequently used, particularly in reference to trace gases present in the atmosphere; *ppt* is sparing used in the same context.

- Users of *ppb* and beyond should be aware of the intercultural issues of the Long and short scales and the potential for misunderstandings.

--- Quotation from US internet site ----

It is a term with several variants in meaning, so the meaning should be made clear if this term is used. In particular, the ratio can be expressed in terms of particles as above, volume (used in particular for gases) or mass.

The usage is generally quite fixed inside most specific branches of science, leading some researchers to believe that their own usage (mass/mass, volume/volume or others) is the only correct one. This, in turn, leads them not to specify their usage in their research, and others may therefore misinterpret their results. For example, electrochemists often use volume/volume, while chemical engineers may use mass/mass as well as volume/volume. Many academic papers of otherwise excellent level fail to specify their usage of the part-per notation. The difference between expressing concentrations as mass/mass or volume/volume is quite significant when dealing with gases and it is very important to specify which is being used. It is quite simple, for example, to distinguish ppm by volume from ppm by mass or weight by using *ppmv* or *ppmw*.

The metric system is the most convenient way to express this since metric units go by steps of ten, hundred and thousand. For example, a milligram is a thousandth of a gram and a gram is a thousandth of a kilogram. Thus, a milligram is a thousandth of a thousandth, or a millionth of a kilogram. A milligram is one part per million of a kilogram thus, one part per million (ppm) by mass is the same as one milligram per kilogram. Just as part per million is abbreviated as ppm, a milligram per kilogram has its own symbolic form -- mg/kg, which unlike ppm is unambiguous.

- By mass:
  - one milligram in a kilogram is 1 ppm by mass.
  - one milligram in a metric tonne is 1 ppb by mass.
- By volume:
  - one millilitre (or cubic centimetre) in a cubic metre (or kilolitre) is 1 ppm by volume. For most gases (those behaving much like an ideal gas) this is numerically equivalent to µmol/mol on the basis of molecules (not atoms). See Avogadro's law.
- By mass/volume ratio for dilute aqueous solutions (ppm *w/v* or ppm *m/v*):
  - 1 litre (L) of water has mass of approximately 1 kg[1], so 1 milligram per litre (mg/L) is, loosely speaking, 1 ppm, and 1 microgram per litre (µg/L) is 1 ppb, for small concentrations in a water solution[2].
- By number of particles or moles:
  - one micromole per mole can also be called 1 ppm.
  - one nanomole per mole is 1 ppb.
  - one picomole per mole is 1 ppt. This is $6.022 \cdot 10^{11}$ molecules.

1) Properly speaking it is approximately 1 ppm *by mass* or *by weight* in solution. When solids dissolve, they can increase or decrease the total volume they occupy, and even increase or decrease the total volume of the solution. Adding 1 ppm by weight will rarely produce a solution that is 1 ppm by volume to the same precision. The notation *ppm w/v* or *ppm m/v* demonstrates the exact nature of the ratio and is therefore the most precise.

2) The definition given above is that parts per notation refers to numbers of particles (equivalent to moles), but the parts per notation can also be used by mass or volume. Those using the notation need to state their usage to avoid confusion.

3) **In atmospheric chemistry** and **in air pollution** regulations, the parts per notation is **commonly expressed** with a **v** following, such as **ppmv**, to indicate parts per million by volume. This works fine for **gas concentrations** (e.g., ppmv of carbon dioxide in the ambient air) but, for concentrations of ***non-gaseous substances*** such as aerosols, cloud droplets, and particulate matter in the ambient air, the concentrations are commonly expressed as ***μg/m³ or mg/m³*** (e.g., μg or mg of particulates per cubic metre of ambient air).

Because the gas volume is easy to change by its temperature and pressure, it is need to add the condition parameters.
Generally, concentration data is reported after converting to **standard condition**, which described in uniform temperature and pressure.
In this notation, Temperature and Pressure value must be attached to its concentration value like '20 centigrade, 1 atom' or '0 centigrade, 1 atom'

1.2 Conversion μg/m³ to ppm

(allow to apply to gaseous substance)

mg/m³ → ppm

$$X\ (\text{ppm}) = A\ (\text{mg/m}^3) \times \frac{22.4}{\mathbf{M}} \times \frac{(273+\mathbf{T})}{273} \times \frac{1013}{\mathbf{P}}$$

1.3 Other Unit (SI; Systeme International'd Unit)

1.3.1 Basic Unit (7 units)

Length (m) Time (s) Mass (kg) Thermodynamic temperature (K)
Electric current (A) Amount of substance (mol) Luminous intensity (cd)

1.3.2 Combined Unit used in Air monitoring

Speed	Acceleration
Area	Volume

Pressure

Pressure gauge : Most of all the gauge indicate the barometric pressure as zero
1 atm＝1013 hPa＝0.1 MPa＝ 1 .03 kgf/cm2
＝1313 mmbar＝760mmHg＝14.7 psi (pound square inches)

Concentration

SO2, NOx, O3, CO analyzer: ppm, mg/m3, (μg/m3)
HC analyzer: **ppmC, ppbC**
PM10 analyzer: mg/m3, (μg/m3)

Flow rate: Mass flow rate; g／s , Volumetric flow rate; m3／s

Energy, Quality of heat Jurle (J), Watt-sec (W・s), Watt-hour (W・h), Calorie

Solar radiation meter (Pyranometer) : **J／cm²・h, 0.01MJ** (／m2・h)

2. The Risk of exposure to Concentrated Gas (used in monitoring station)

2.1 Explosion

Generally, Fuel, Oxygen, and Flam are essential for the burning process (The things to be oxidized, oxidizer, and energy)

1) Flammable gas (Fuel gas) ･･･CO, H2, CH4, C3H8

An Example of Explosion limit

Flammable gas	Explosion limit
CO	Approx. 12.5～75 %

H_2	Approx. 4.0～75 %

2) Oxidizing gas ･･･ O2, O3

2.2 Suffocation

None-activate gas ･･･ N2

High concentration gas ･･･ CO etc.

2.3 Toxicity

SO2、NO、NO2、O3、CO

Toxicity: divided to Acute and Chronic. Acute and Chronic are mixed in next table.

Toxic Gas	Lower limit (ppm)	Exposed Time	Exposed Object	Application	The example of Inner Pressure in Standard gas cylinder	
					Gas	Cylinder Concentration (ppm)
SO2	10	10 min	Man	LCL_0	SO2 ／N2	**45**
NO	320	?	Mouse	LCL_0	NO ／N2	40、90、**450**
NO2	3	8hr＊5days	Man	TLV／TWA	GPT operation Cylinder is not installed in monitoring station	
H2	None (Suffocation)	－	－	－	Provided by H2 generator for HC analyzer	
N2	None (Suffocation)	－	－	－	N2	99.999%
CO	5000 50	5 min 8 hrs	Man	LCL_0 The max conc. for 8hrs working	CO ／N2	10
CH4	None (Suffocation)	－	－		CH4 ／Air	5、10
C3H8	None (Suffocation)	－	－		C3H8 ／Air	3
O3	80	8hrs＊5days	Man	TLV／TWA	Generated from O3 generator installed in NOx analyzer	

2.4 Up or Down?

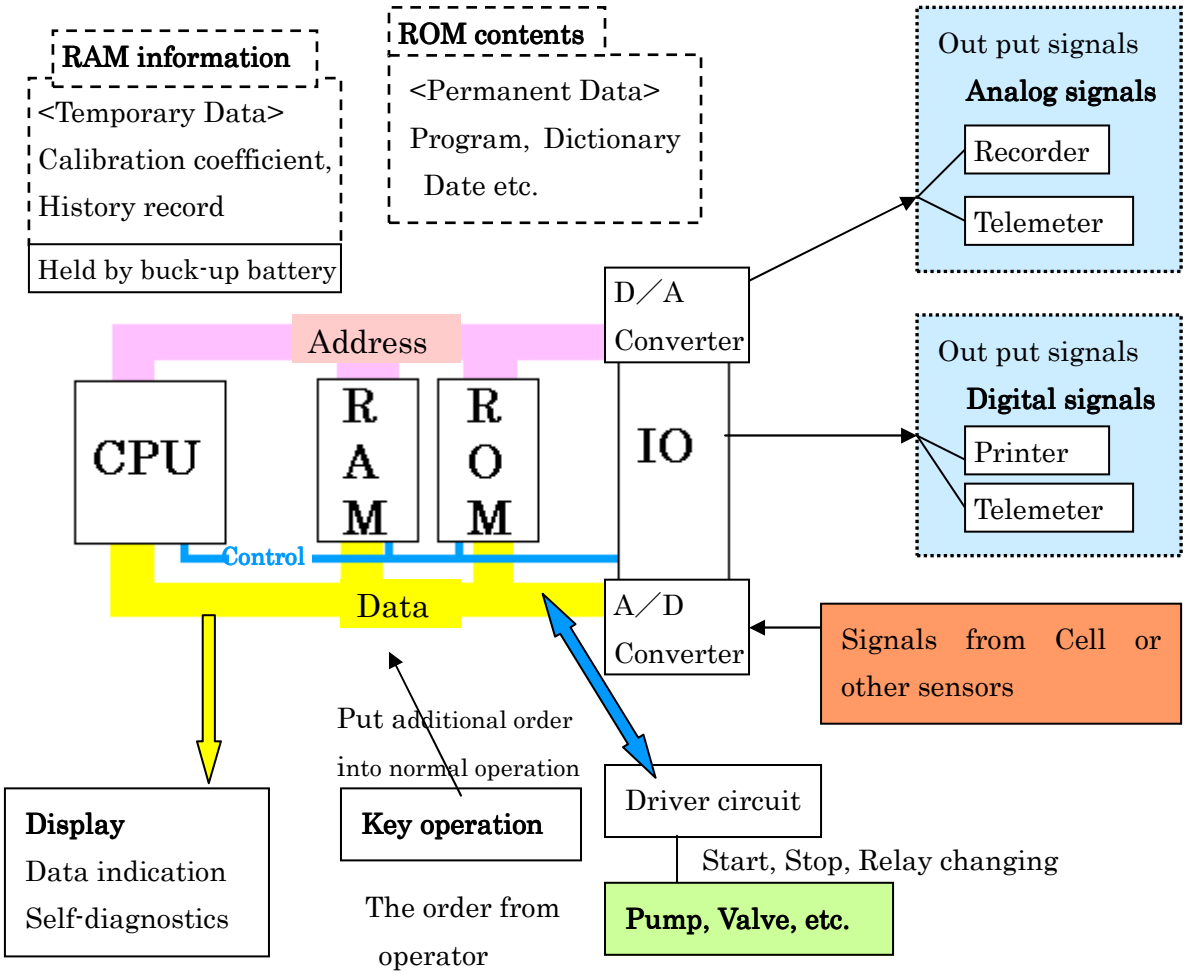
Gas	Molecular weight
SO2	64
NO	30
NO2	46
CH4	16
C3H8	44
O3	48

Averaged molecular weight of air = 28.8

2.5 If gases leak out from cylinder?

Caliculation in CO gas cylinder

Signal / Control / Output

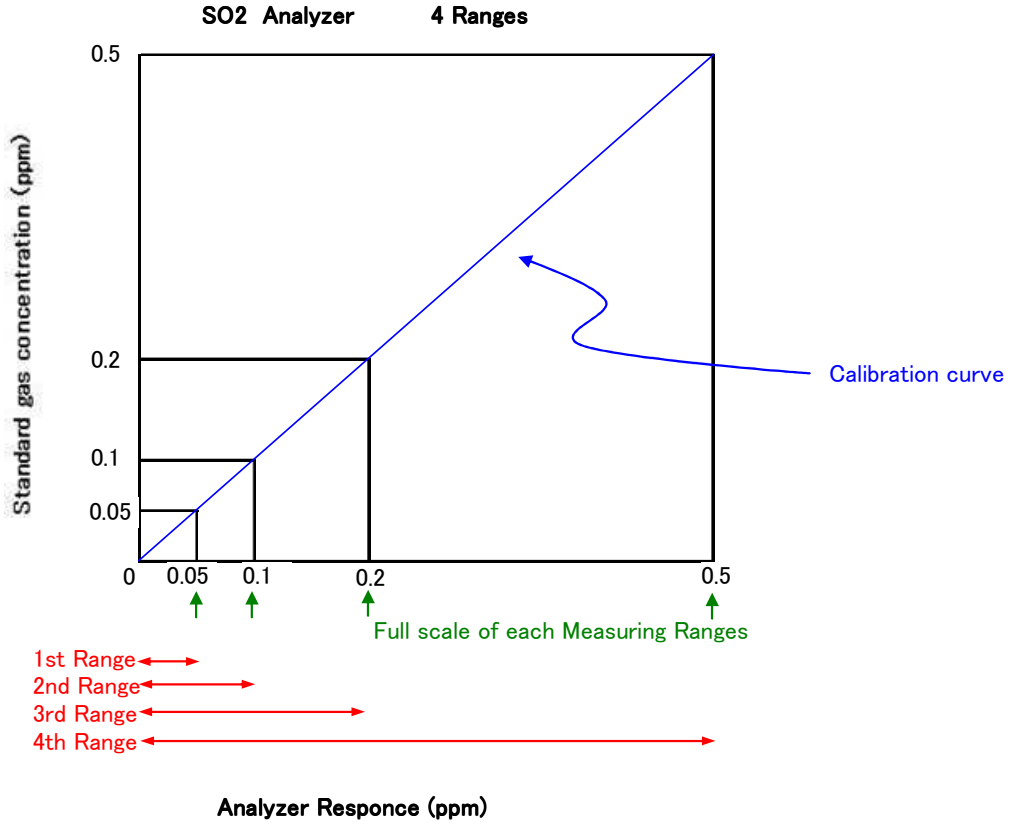


The Nature of Gas Pollutants and Material of Tubes

The nature of Gas Pollutants	Substanse	Recommendable Tube Material
Large Absorption	SO_2、NO2、NMHC	Teflon Boro-Silicate Glass
Easy to be decomposed	O3	
Easy to stick on the inner wall	SPM	Stainless Steal Boro-Silicate Glass Vinyl Chloride(PVC)
Stable to decomposition or Absorption	CO	Teflon Boro-Silicate Glass Vinyl Chloride(PVC)

Length limit 20m(Teflon Tube)

Calibration curve, Range

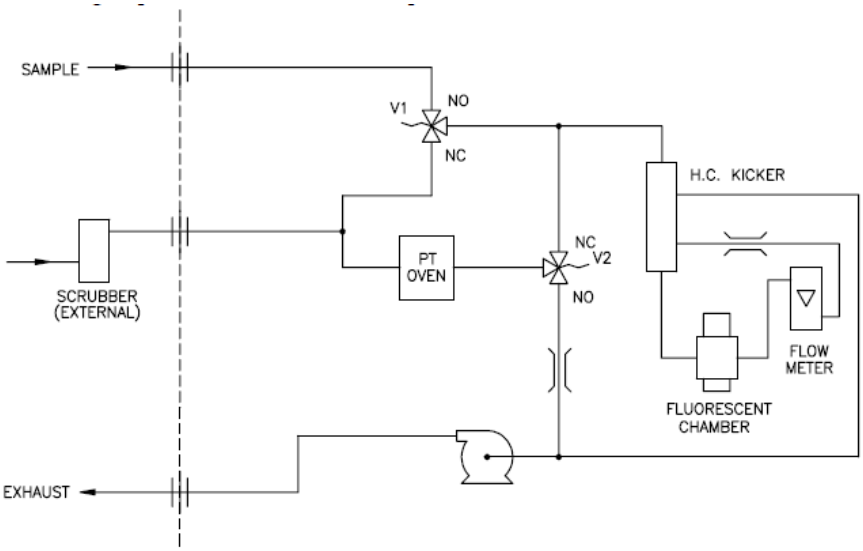


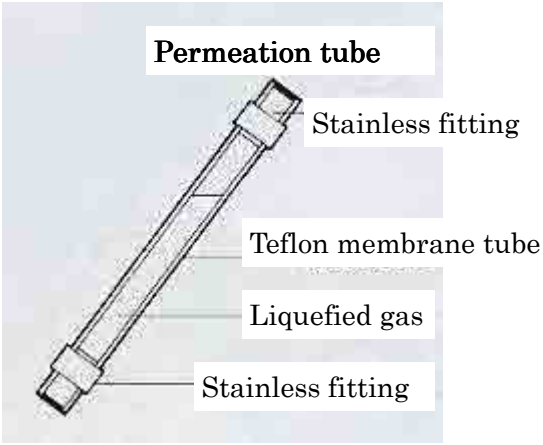
Calculul ratei de permeaţie

1. Generalităţi

Tuburile de permeaţie folosesc la generarea de gaz-standard, fiind incluse ca produse opţionale IZS (Internal Zero Span) la analizoarele automate de SO2 şi Nox (se află înăuntrul cuptorului PT din figura de mai jos).

Tuburile generează gaz-standard pe toată durata timpului de funcţionare a analizoarelor. Gazul-standard este îndrumat spre celulele de analiză numai atunci când se dă comanda de introducere a gazului (cu alte cuvinte, în timpul măsurării obişnuite gazul standard generat este evacuat laolaltă cu aerul atmosferic analizat).



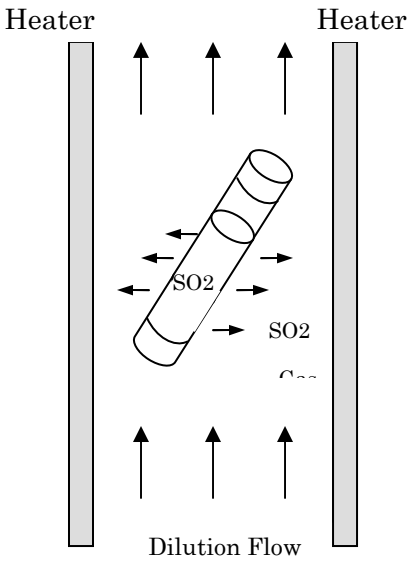


Tubul de permeaţie este un tub din răşini fluorurate cu textură uniformă în care sunt închise ermetic lichide sau gaze lichefiate cu presiune de vaporizare relativ înaltă de înaltă puritate. Tubul este astfel construit încât, în cazul în care este păstrat la o

temperatură constantă, pereții săi să permită într-un timp scurt dispersarea prin permeație a unei cantități constante de gaz lichefiat.

Cantitatea de gaz permeat (generat) depinde de tipul de lichid, materialul tubului, temperatura şi presiunile parțiale ale componentelor introduse în tub.

Astfel, prin introducerea în tubul de permeație păstrat la o temperatură constantă şi umiditate scăzută a unui debit fix de gaz diluant (aer sau azot), se poate genera în mod continuu gaz de calibrare de concentrație scăzută.

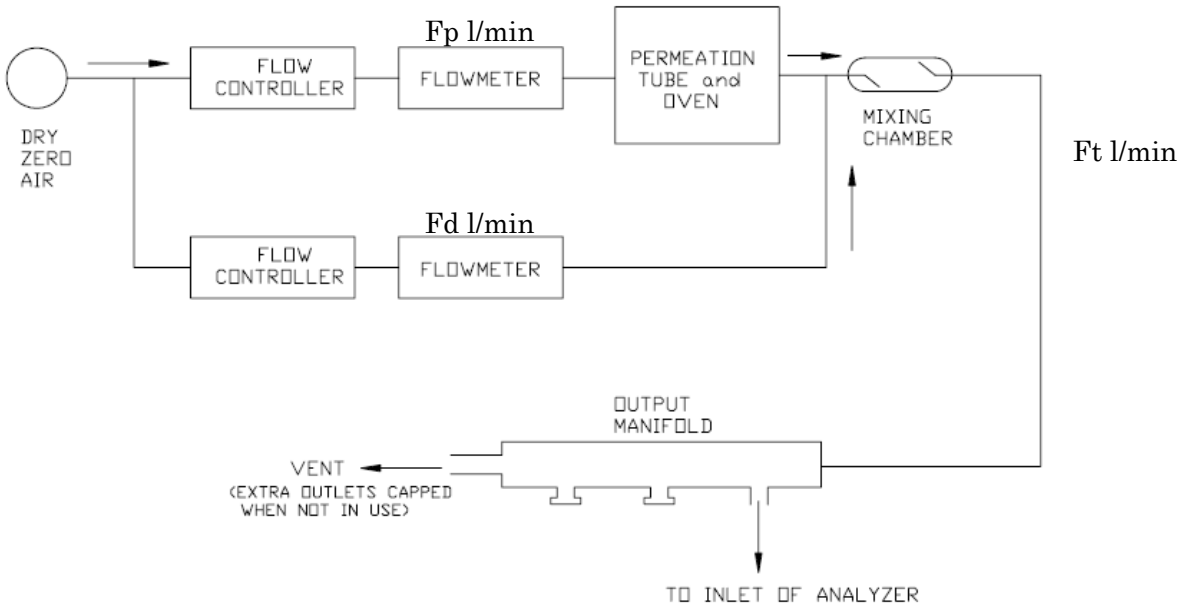


Concentrația gazului-standard generat de tubul de permeație se decisă de cele trei condiții de mai jos:

① Rata de permeație (diferită de la tub la tub)

② Temperatura gazului-standard generat (la temperatura de control din cuptor)

③ Debitul de gaz diluant (Fp, Fd)



Atenţiune!

① Este interzis să se atingă tuburile direct cu mâna. Murdărirea pereţilor tubului produce schimbări ale vitezei de permeaţie.

② Variaţiile de temperatură influenţează puternic viteza de permeaţie. Temperatura cuptorului (camerei) de temperatură constantă în care se află tubul este menţinută în general în limita de ±0.1℃.

③ In cazul analizoarelor de oxizi de azot, gazul-standard generat cu ajutorul tuburilor de permeaţie este NO2. Nu se poate genera gaz-standard NO cu ajutorul tuburilor de permeaţie. Gazul-standard NO2 generat cu ajutorul tuburilor de permeaţie poate fi folosit la verificarea senzitivităţii canalului de oxizi de azot şi la testarea eficienţei convertorului.

④ In mod obişnuit gazul-standard generat cu ajutorul tuburilor de permeaţie este folosit la verificarea senzitivităţii şi nu la ajustarea ei (calibrare).

⑤ Valoarea numerică a ratei de permeaţie este înscrisă la data cumpărării pe fiecare din recipienţi.

2. Procedura de calcul a ratei de permeaţie

Verificarea ratei de permeaţie se poate face şi după cumpărare, prin testare. Se foloseşte faptul că după funcţionarea tubului de permeaţie pentru o perioadă de timp fixată, lichidul închis înăuntru scade. Astfel, se cântăreşte tubul înainte şi după testare şi se calculează rata de permeaţie pe baza diferenţei dintre măsurători.

In acest scop este necesar ca temperatura cuptorului şi debitul de gaz diluant să fie fixate cu precizie, astfel că înainte de efectuarea testului este nevoie să se verifice precizia controlului temperaturii şi al debitului. De exemplu, există posibilitatea ca analizorul să afişeze o temperatură a cuptorului de 45 ℃, dar temperatura reală să fie sub 44℃. Din această cauză nu trebuie avută încredere în valorile afişate de analizor, ci este necesar să se verifice condiţiile de control cu ajutorul unui alt aparat standard.

După confirmarea corectitudinii condiţiilor de temperatură şi debit se va calcula rata de permeaţie şi se va lua decizia asupra tubului.

1. Se calibrează analizorul cu ajutorul unui tub de permeaţie validat sau cu gaz-standard dintr-o butelie.
2. Se opreşte analizorul şi se introduce în cuptor tubul de permeaţie de testat.
3. Se porneşte din nou analizorul.
4. După pornire se aşteaptă 2-3 zile până la stabilizarea concentraţiei generate de tubul de permeaţie.
5. Se scoate tubul din cuptor cu mare atenţie (interzis a se atinge direct cu mâna: pericol de astupare a porilor sau de murdărire). Se cântăreşte cu o precizie de 0.1 mg (aceasta va fi valoarea anterioară). Cântărirea trebuie efectuată cât mai rapid.

6. Se reintroduce tubul imediat în cuptor şi se porneşte. Se notează data şi ora de pornire.
   Se setează analizorul astfel încât acesta să măsoare permanent gazul-standard generat de tubul de permeație.
7. Se menține în stare de funcționare pentru cel puțin 2 săptămâni.
   In timpul funcționării, în fiecare zi se inspectează şi se notează: debitul de gaz diluant care trece prin tubul de permeație (Fp), debitul de gaz diluant îndrumat direct în mixer (Fp), temperatura cuptorului, temperatura gazului-standard, valoarea măsurată de analizor. Valorile trebuie să fie stabile.
8. Se opreşte funcționare şi se notează ziua şi ora la care a fost oprită.
   Se scoate tubul de permeație şi se cântăreşte cu o precizie de 0.1mg (aceasta va fi valoarea ulterioară). Cântărirea trebuie efectuată cât mai rapid.
9. Se reintroduce tubul de permeație în cuptor.
10. Se calculează diferența de greutate a tubului G (în micrograme).
11. Se repetă paşii 4-8 în aceleaşi condiții şi se măsoară încă o dată diferența de greutate. Diferența între măsurători trebuie să nu depăşească 1-2%.

---

12. Intervalul dintre pornirea şi oprirea testului se exprimă în minute.
13. Se calculează rata de permeație P (μ g/min) cu formula de mai jos:

$$P = \frac{G}{T}$$

Ca idee, se poate compara corectitudinea ratei de permeație cu valoarea obținută pe baza concentrației de gaz afişată de analizor, pe baza formulei de mai jos.

$$C = \frac{P \times K}{Ft}$$

Unde:

C este concentrația afişată de analizor (ppm)

Ft(debitul total după mixer) ＝Fp (debit de gaz trecut prin tub)+ Fd（debit de gaz-zero intrat direct în mixer）

K este parametru de conversie între greutatea moleculară şi volum (la 25℃ şi 1 atm). (0.382 pentru SO2).

Gas Phase Titration Method

The Gas Phase Titration Method (GPT) was opened by USEPA in 1971 and it is the method that produces standard nitrogen oxide (No, No2) and ozone with the same concentration as the concentration of the environmental air.

We can decide with high accuracy the concentration of O3 gas and of No2 gas, which is produced on the basis of the standard NO gas whose known concentration is supplied by the high pressured cylinder, and we can use this in the O3 calibration and when investigating the efficiency of converting from NO2, which is loaded in the NOx analyzer to the converter catalyser NO.

Investigating the converting efficiency (NO2→NO) of converting catalyzer which is loaded in the NOx analyzer.

1) Materials used

Main equipment in GPT operation

1.	NO standard gas in cylinder
2.	Calibrator (Zero gas generator, Dilutor with GPT function)
3.	NOx analyzer
4.	O_3 analyzer
5.	Strip chart recorder or Data logger (Sampling capability of record a datum every few seconds)

2) The principle of GPT

The heavily concentrated NO gas (loaded in the cylinder) is diluted using the calibrator and, in this way, low concentrated NO is produced. Afterwards, O3 gas is produced by the O3 generator inside the calibrator and NO2 is produced in a fixed quantity using the reaction between NO and O3.

$$NO + O3 \rightarrow NO2 + O2$$

In order to

Because GPT operation can provide the same concentration of NO2 equal to the concentration of the O3 produced, it is possible to provide NO, NO2 with a very accurate concentration. In the same time the concentration of the produced O3 can also be measured accurately.

In fact, after the reaction, there remains some NO because a lot of concentrated NO is inserted not because of the O3 concentration.

In fact, there remains some NO gas after the reaction, because the larger amount of NO is added than O3 at the starting.

$$NO + O_3 \rightarrow NO_2 + O_2 + NO$$
$$10 \quad 7 \quad 7 \quad 7 \quad 3$$

(In the above chemical formula , 10mol of NO and 7mol of O3 is added, and there remains 3mol of NO after the reaction takes place.)

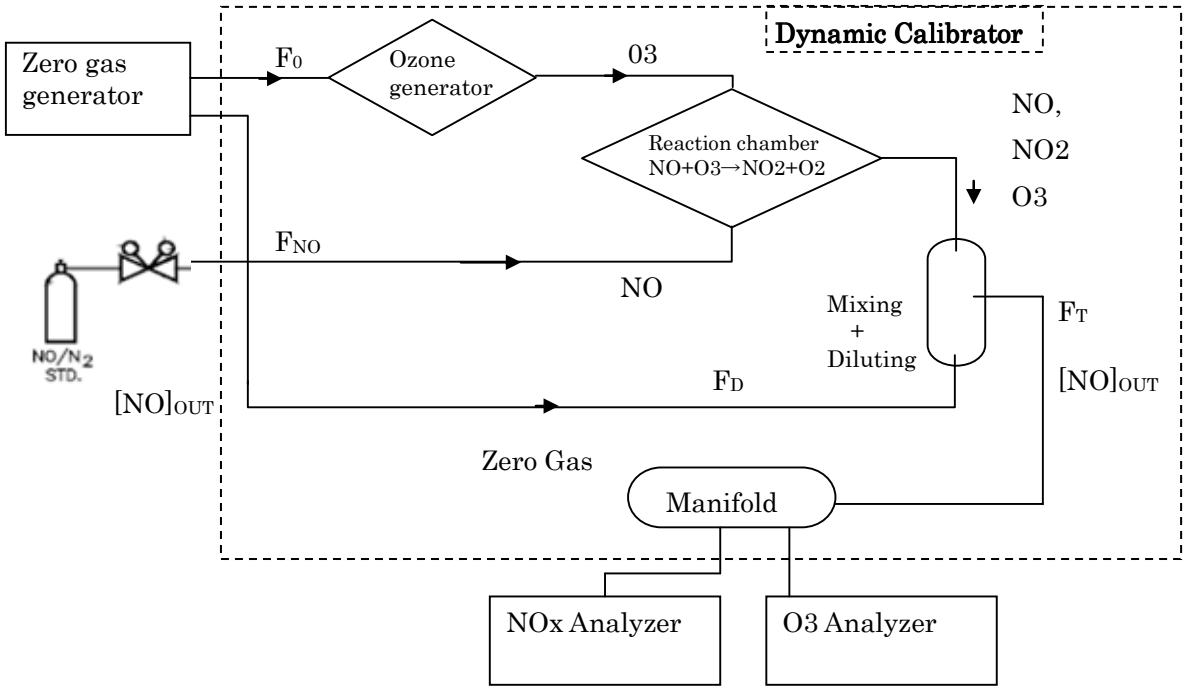


Fig. 1 GPT Calibration System – Outline

3) GPT calibration procedure

< Step 1 > Preparing the equipment

- The NOx analyzer and the O3 analyzer are left for warming up for more than one hour
- The established values are inserted in the diluter (Dynamic Calibrator)

< calibrator : established parameter >

1. the type of the standard gas : NO
2. the concentration of the NO standard gas with high concentration : $[NO]_{STD}$ (the concentration written on the NO cylinder)
3. the NO concentration introduced in the NOx analyzer : $[NO]_{OUT}$ (almost 80% of the concentration of the established range)
4. the flow rate at the exit of the calibrator : F_T
5. the concentration of the generated NO_2

Warning / Notice :

① According to the type of the calibrator, sometimes there is the need to establish the parameters of every flow rate (F_O, F_{NO}, F_D).

② There are a lot of diluters that reject automatically the settings which can break the dilution power of the calibrator

③ the maintenance of the calibrator : before using the calibrator, every flow sensors inside the calibrator has to be measured by a standard flow meter, according to the conditions used (the type of the gas, the pressure)

- The measured range of the NOx is fixed according to the introduced NO concentration. Some analyzers establish the range automatically (see the manufacturer's manual)

- First the zero calibration takes place and afterwards the prescribed method
- O3 analyzer must be zero calibrated previously according to uniformed methed.

< Step 2 > The calibration of the NOx analyzer

The concentration of the NO_2 which resulted after the reaction is calculated from the values recorded on the NO channel of the NOx analyzer. That is why, the calibration of the NOx analyzer must always be done before doing the GPT.

- The zero calibration of the NOx analyzer is made introducing the zero gas
- The span sensitivity of the NOx is decided by measuring the NO channel and the NOx channel of the NO analyzer using standard NO gas with the concentration of $[NO]_{OUT}$
  (the concentration of $[NO]_{OUT}$ is shown in table 5.3.3 as " A "
- In the high concentrated NO standard gas inside the cylinder, NO2 is included as a impure substance, and, if its concentration is known , it can be added at the

calculations so as to decide the span sensitivity of the NOx channel accurately.

- While introducing the zero gas or the span gas, in both cases, the stability of the response of the NOx is checked for at least 10 minutes.

< Step 3 > O3 adding, NO2 producing, the efficiency test of the converting catalyser

- The O3 generator inside the calibrator is turned on and the GPT is started. The concentration of the NO2 produced is calculated from the value of NO and the value of NOx indicated in the NOx analyzer.

See table 5.3.2 and 5.3.3 The concentration of NO2 = C – B Only when the efficiency of the converter is 100 % , A = C

- The efficiency of the converter is calculated. (if it is 95 – 100 % it is possible to be used)
- The stability of the response of the NOx analyzer is verified for at least 10 minutes.

< Step 4 > The NO gas is stopped

- For the span calibration of the O3 analyzer , the supply of the NO gas to the Reaction Chamber is stopped by using the calibrator. O3 gas comes out of the calibrator with a concentration of (D)= A – B

< Step 5 > The span calibration of the O3 analyzer

- The calibration is done with a O3 gas of D concentration. The stability of the response of the O3 analyzer is verified for at least 10 minutes.

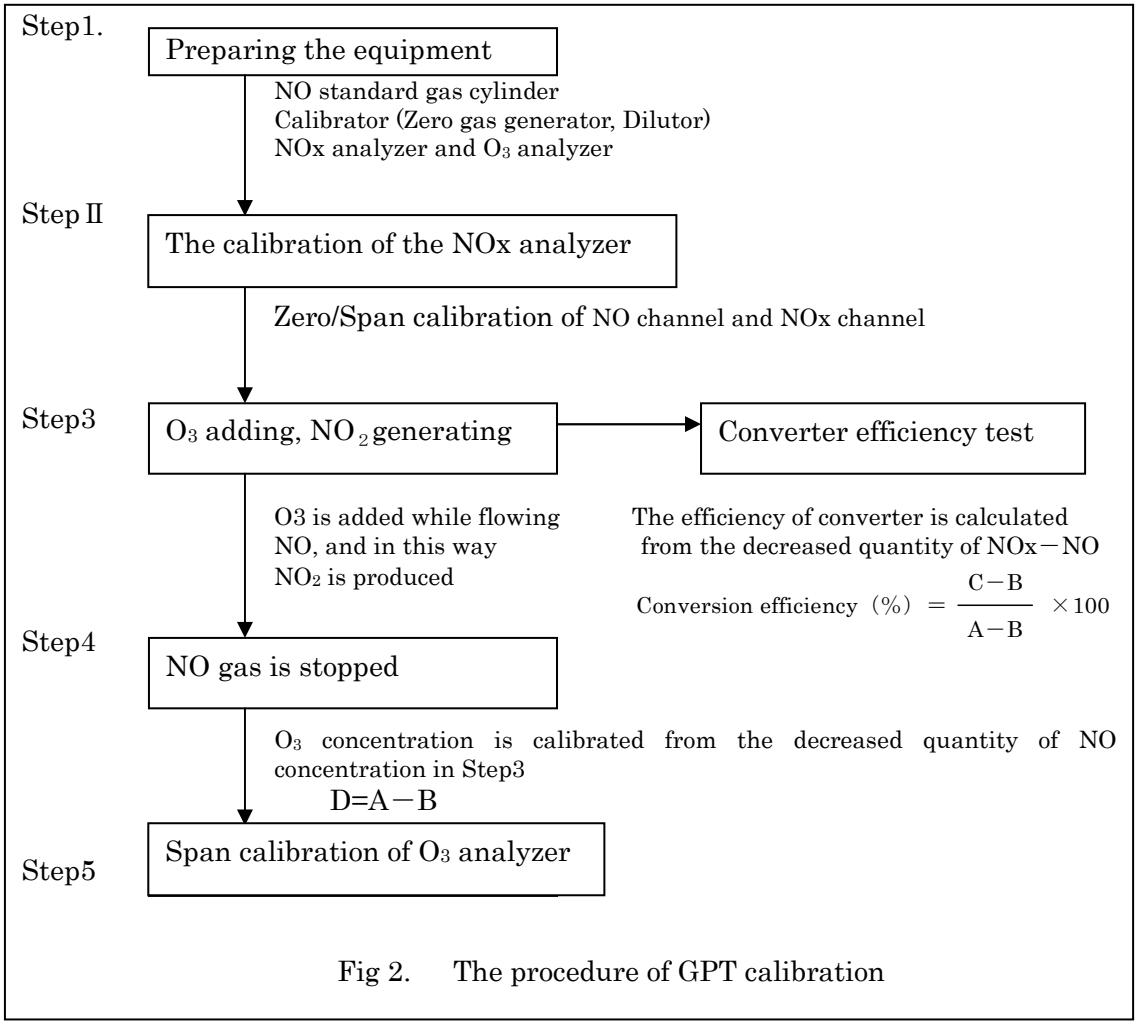


Fig 2. The procedure of GPT calibration

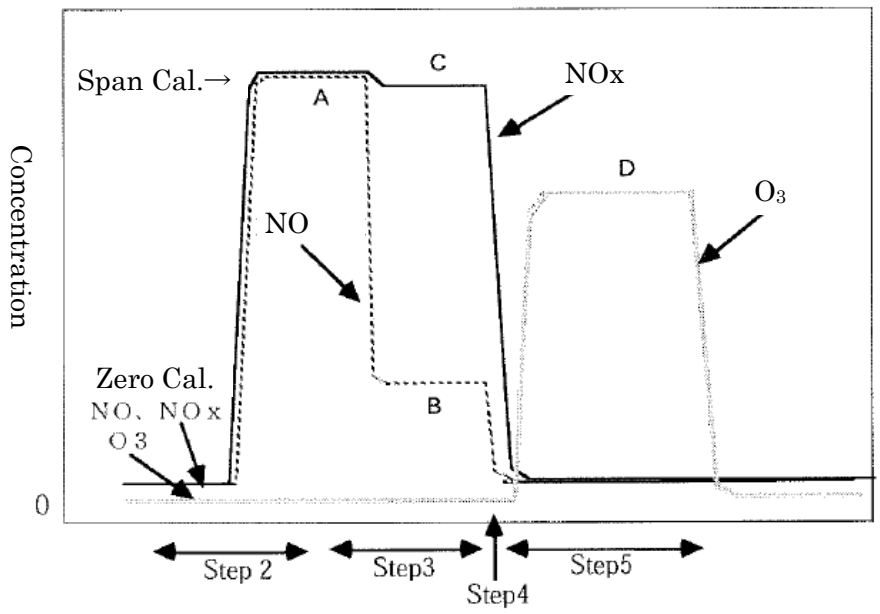


Fig.3 Concentration changes in GPT operation

4) To be taken into consideration

When doing the GPT calibraton, the established range of the NOx analyzer is set on automatic and , if calibrating with a NO gas of a relatively high concentration of , for example, 450 ppb, the sensitivity of the NOx analyzer can be decided by the biggest range (for example a range of 0.5 ppm). In this case (because the usuallz range is of 100 ppb), another calibration of the Nox analyzer will be made ata arange of 100 ppb.

5) Diagram of GPT Calibration system

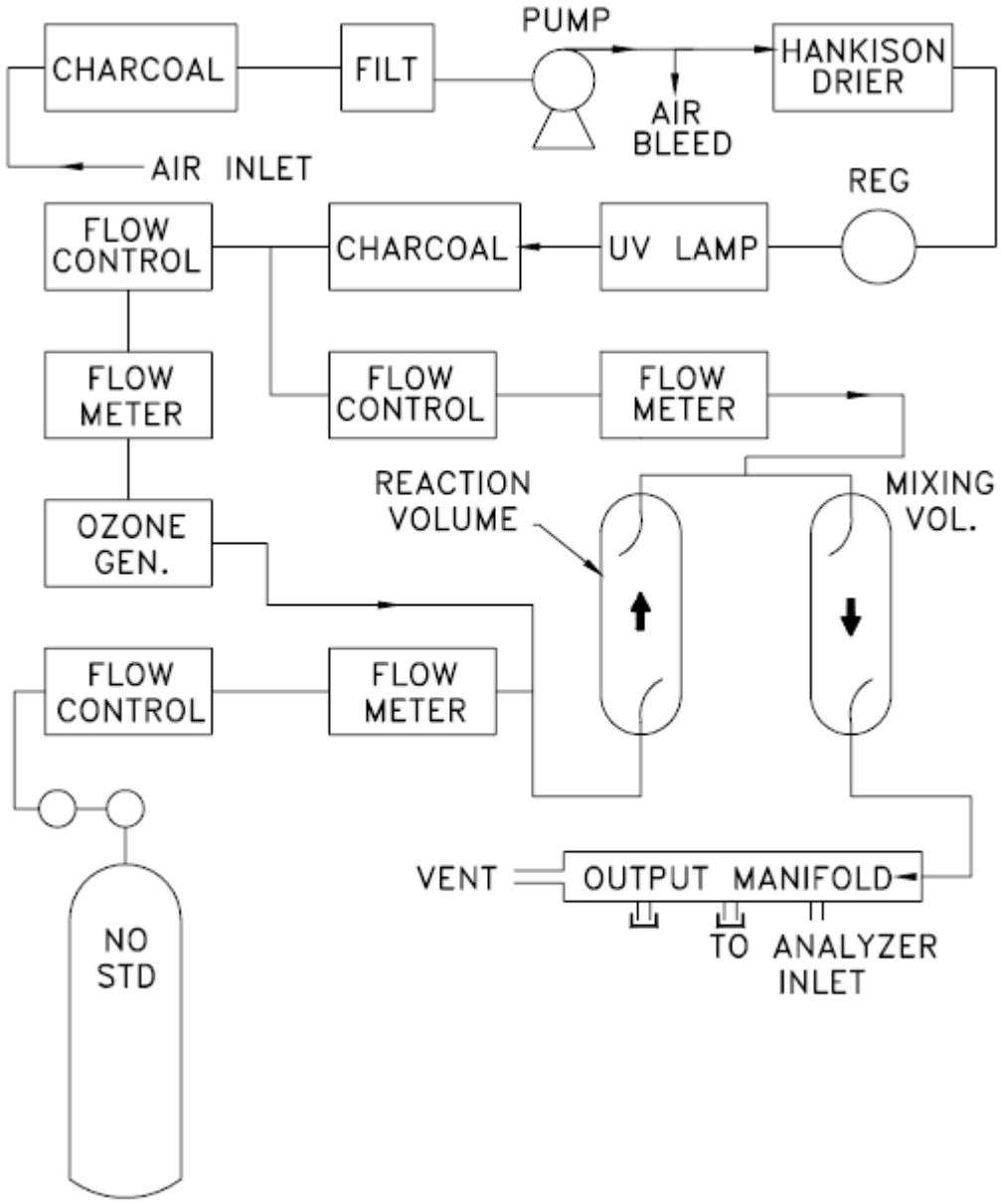


Fig. 4 Diagram of GPT Calibration system （Source: API operating manual）

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ

PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU GENERATORUL DE OZON UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZORULUI DE OZON

COD: PSL 5.4. - 07

APROBAT:

NUME....., Director Executiv

(semnatura)……

ELABORAT:

Nume....., consilier

(semnatura)……

VERIFICAT:

Nume , sef serviciu .....

(semnatura)……

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de față este proprietatea **Laboratoarele Naționale de Referință - Serviciul Laborator Aer** aparținând AGENȚIEI NAȚIONALE PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul ANPM

Copiile sunt numerotate şi controlate.

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Ediția/ revizia	Identificări modificare Capitol, subcapitol, pagina modificată, conținut modificări	Nume, prenume, semnătura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
1		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL 5.4–07 in data de Editia 1, Revizia 0			Dir. Gen.

Cuprins

1. Scop.....5
2. Domeniul de aplicare.....5
3. Documente de referință.....5
4. Definiții şi prescurtări.....6
4. 1. Definiții.....6
4.2. Prescurtări 6
5. Diagrama de flux a procesului de lucru.....7
6. Descrierea activității.....8
6.1 Principiul de funcționare a generatorului de ozon.....8
6.2 Principiul metodei de analiză a analizorului de O_3.....8
6.2.1. Interferenți.....9
6.3. Echipamente şi subansamble.....9
6.3.1. Generatorul de ozon.....9
6.3.2. Analizor de ozon.....10
6.3.3. Pompa de prelevare.....10
6.3.4. Generator de aer zero şi compresor.....11
6.4. Materiale, reactivi şi gaze standard.....12
6.5. Modul de lucru.....12
6.5. 1. Pregătirea aparatelor 12
6.5.1.1.Pregătirea generatorului de ozon 13
6.5.1.2. Pregătirea analizorului de ozon.....13
6.5.1.3. Pregătirea generatorului de aer zero.....14
6.5.2. Etalonarea analizorului.....15
6.5.3. Verificarea şi întreținerea preventivă a analizorului.....15
6.5.4. Intreținerea preventivă a generatorului de ozon.....16
7. Asigurarea şi controlul calității.....16
7.1.Generalități.....16
7.2. Frecvența etalonărilor, verificărilor şi întreținerii.....18

7.3. Etalonarea analizorului.....18

7.4. Verificări la zero şi la capăt de scală.....18

7.5. Abaterea de liniaritate.....19

7.6. Verificare trasee de circulație a gazelor.....19

7.7. Verificarea funcționării generatorului de aer zero.....19

7.8. Verificare generator de ozon.....20

8. Întreținerea periodică.....20

8.1 Înlocuirea şi întreținerea consumabilelor, controlul deşeurilor.....20

9. Norme privind tehnica securității în muncă.....20

10. Responsabilități.....21

10.1. Şef Laborator.....21

10.2. Responsabilul de încercare.....22

11. Inregistrări.....23

12. Anexe 23

1. SCOP

Prezenta procedură prezintă modul de utilizare a generatorului de ozon folosit la verificarea şi etalonarea analizorului de ozon din Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

Scopul acestei proceduri este de a utiliza corect generatorul de ozon în vederea etalonarii analizorului de ozon folosit la determinarea concentrației standardelor de transfer cu care se realizează trasabilitatea în RNMCA.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Generatorul de ozon se utilizează la verificarea şi etalonarea analizoarelor de ozon conform SR EN 14625/2005 în Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

Pentru că este un aparat mobil, poate fi folosit şi ca standard de transfer, atunci cand se face o verificare a funcționalității analizoarelor din stațiile de monitorizare.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

3.1. SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări

3.2. SR EN 14625/2005 pentru măsurarea concentrației de ozon prin UV

3.3. Manualele de operare ale aparatelor

3.4. IL 06 – 01 Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului de ozon ML 9810 B

3.5. IL - 06 - 02 Instrucțiune de lucru pentru verificarea analizorului de ozon

3.6. IL - 07- 01 Instrucțiune de lucru pentru generatorul de ozon

4. DEFINITII ŞI PRESCURTĂRI

4.1. Definiții

Etalonare: comparare a răspunsului analizorului la o concentrație cunoscută a gazului cu o incertitudine cunoscută.

Abatere de liniaritate: deviația maximă de la dreapta de regresie liniară a mediei unei serii de măsurări la aceeaşi concentrație.

Domeniu de certificare: domeniul de certificare pentru care este validat analizorul.

Trasabilitate: proprietatea rezultatului unei măsurători sau valoarea unui standard / etalon prin care aceasta poate fi raportată la referințe stabilite, printr-un lanț neântrerupt de comparări toate având incertitudini stabilite, de obicei standarde naționale sau internaționale.

4.2. Prescurtări

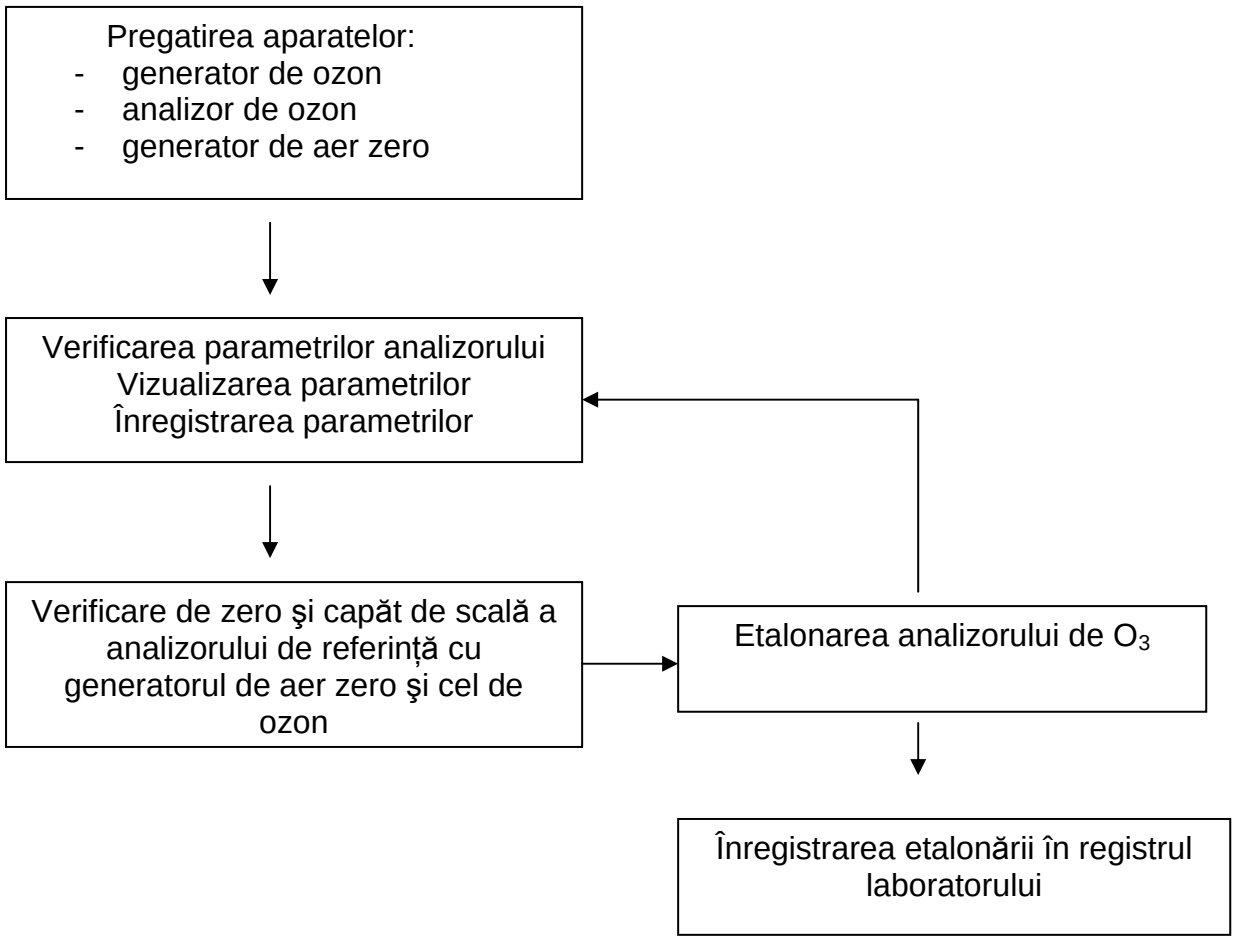
IL – instrucțiune de lucru

FL – formular de lucru

RNMCA – rețea națională de monitorizare a calității aerului

5. DIAGRAMELE DE FLUX

5.1. Diagrama de flux a procesului de lucru



6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Principiul de funcționare al generatorului de ozon

Generatorul de ozon 3000 este un aparat care generează o cantitate de ozon cunoscută cu ajutorul unei lămpi cu raze ultraviolete. Pentru a genera ozon lampa cu raze ultraviolete are nevoie de o cantitate de aer zero.

Concentrația de O3 generată este stabilită în funcție de debitul de aer zero şi de intensitatea luminii emise de către lampa cu raze ultraviole şi de aceea trebuie să se ajusteze potrivit condițiilor scrise în tabelul de calibrare (distribuit de către producator).

Schimbarea concentrației generată de ozon se va face schimbându-se curentul electric care este transmis spre lampa cu raze ultraviolete. Acest lucru se realizează prin schimbarea valorii de la butonul digital **Ozone regulator**, conform tabelului din certificatul emis de producător.

6.2. Principiul metodei de analiză a analizorului de O_3

Analizorul de ozon ML 9810B de O_3 este un aparat care măsoară exact concentrațiile de ozon din aer. Ozonul prezintă o absorbție puternică în spectrul ultraviolet de aproximativ 250 nm. Analizorul de ozon poate măsura cu acuratețe concentrațiile de ozon la mai puțin de 0.5 ppb. O lampă cu vapori de mercur este folosită ca sursă şi o fotodiodă solară cu vacumm este folosită ca detector. Un tub de sticlă serveşte ca celulă de absorbție.

În timpul *ciclului de referință* aerul este transmis printr- un scruber, care îndepărtează ozonul, către fotometru şi se determină intensitatea luminoasă (I_0). Valva este apoi comutată pentru a permite aerului ambiental să umple celula. Pe parcursul acestui ciclu de măsurare este determinată intensitetea luminoasă (I). Legea Beer/ Lambert indică relația între intensitățile luminoase astfel determinate şi concentrația de ozon conform ecuației:

$$(O_3)_{OUT} = \left(\frac{-1}{al}\ln\frac{I}{I_0}\right)\left(\frac{T}{273}\right)\left(\frac{760}{P}\right)\left(\frac{10^6}{L}\right) \qquad \text{(ec. 1)}$$

unde:

$[O_3]_{OUT}$ = concentrația de ozon în ppm

a = coeficientul de absorbție al ozonului la 254 nm = 308 atm^{-1} cm^{-1} la 0^0C şi 760 tor (760 torr = 101kPa)

1 = lungimea drumului optic, cm

T = temperatura probei, ^0K

P = presiunea probei, torr

L = factorul de corecție pentru pierderile de ozon.

6.2.1. Interferențe

Metoda fotometrică UV nu este supusă interferenței cu nici un poluant gazos comun din aerul înconjurător la concentrații mai mici de 100 nmol/mol. Sunt totuşi raportate interferențe de aproximativ 1nmol/mol în echivalent ozon pentru o concentrație de 125 nmol/mol de dioxid de sulf şi de 1 nmol/mol în echivalent ozon pentru o concentrație de 500 nmol/mol dioxid de azot.

Interferența principală în aerul prelevat este reprezentată de vaporii de apă.

6.3. Echipamente şi subansamble necesare

6.3.1 Generatorul de ozon 3000

Generatorul de ozon 3000 produce concentrații cunoscute de ozon folosite la verificarea la capăt de scală a analizorului de ozon. Acesta are în interior un generator de ozon (lampa UV) pentru generarea ozonului, 2 manometre pentru presiune, 2 valve de reglarea presiunii şi un debitmetru.

Aerul zero intră pe la racordul **Air In**, trece prin cele două manometre de presiune (P1 şi P2), între care se află o valvă de reglare a presiunii R1 şi apoi este împărțit în două părți, o parte intră în generatorul de ozon unde are loc generarea ozonului dar şi diluarea acestuia, iar cealaltă parte iese pe vent, conform schemei din figura 1 de mai jos. Vent reprezintă ieşirea prin care se elimină surplusul de aer zero pentru a se face constant debitul care trece prin generatorul de O3.

Presiunea indicată la P1 este stabilită în funcție de presiunea gazului de aer zero furnizat de generatorul de aer zero. Atunci când cantitatea furnizată de aer zero este prea mare şi când se micşorează presiunea de la P2 închizând puțin din R1, presiunea de la P1 devine prea mare şi depăşeşte scara. În acest caz trebuie să se scadă presiunea furnizată de către generatorul de aer zero. Atunci cand se face constantă presiunea P2 folosindu-se valva R1 şi R2, şi debitul indicat de debitmetrul care se afla la presiunea din partea inferioara de scurgere (low flow pressure) devine constanta. Acest debit indica debitul care trece prin generatorul de O3.

În figura 1 de mai jos este prezentată schema generală a generatorului de ozon.

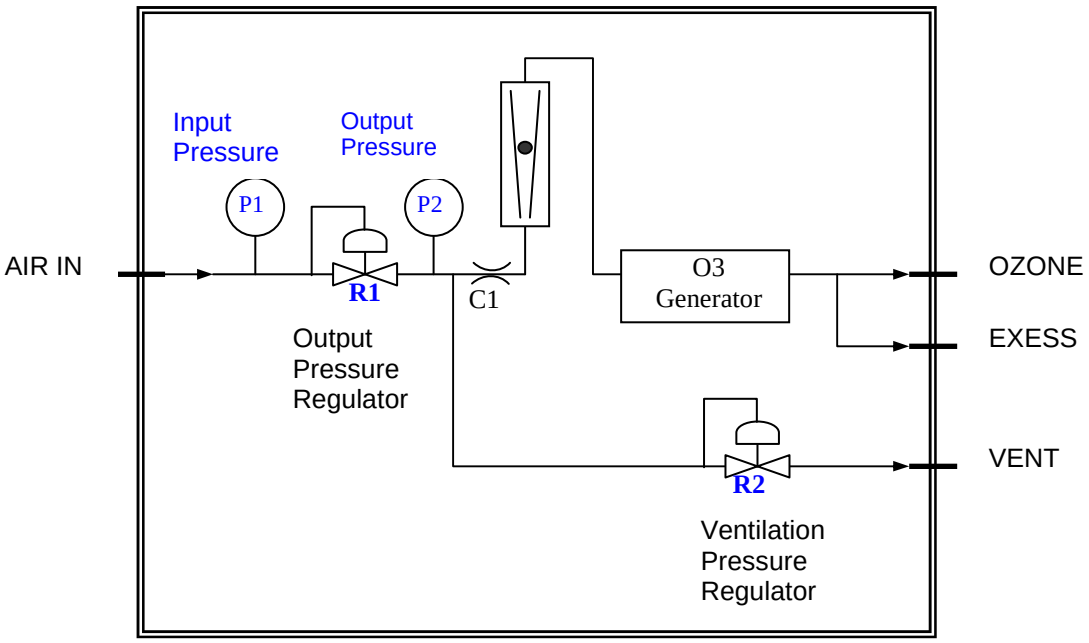


Fig. 1 Schema generală a generatorului de ozon

Atenționare

Intensitatea luminii lămpii cu raze ultraviolete flosită de generatorul de O3 este puterninc influențată de temperatura din jurul lămpii. De aceea, acest aparat trebuie folosit într-o camera în care temperatura este stabilizată.

Trebuie să se aibă grijă să nu intre praf sau gunoaie de la gura de intrare a aerului zero, acest lucru poate cauza probleme.

6.3.2. Analizor de ozon

Analizorul de referință este compus dintr-un modul de alimentare/ microprocesor şi un modul de sonzor. Extern are conectată o pompă pentru aspirarea probei de gaz, conform Diagramei generale a sistemului din figura 2.

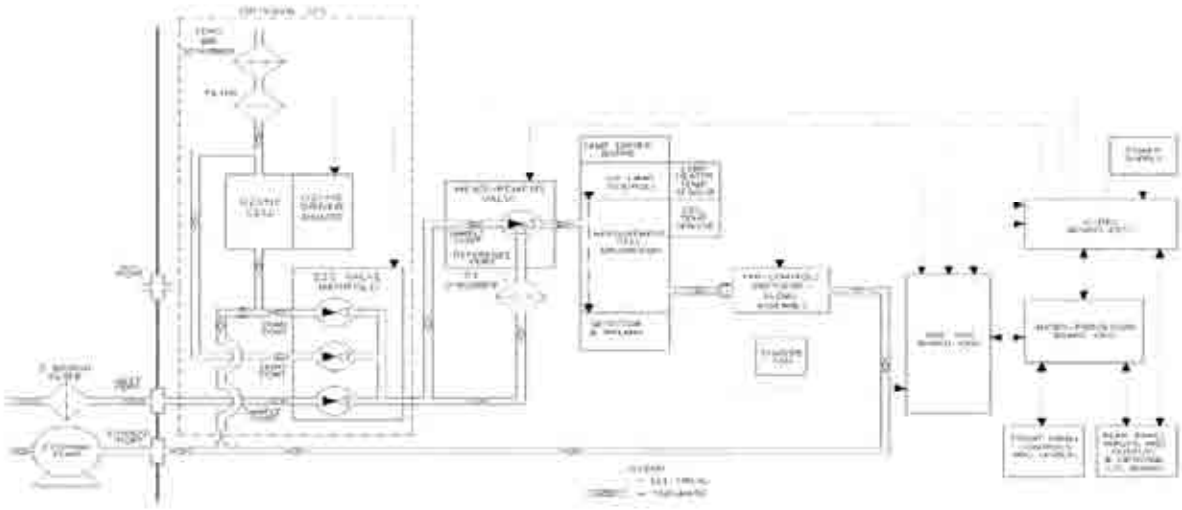


Fig. 2 Diagrama generală a sistemului

Proba de gaz intră în analizor prin valva de admisie probă trecând înainte printr-un filtru de 5 microni şi apoi trece printr- un scruber pentru a înlătura tot ozonul.

Proba intră apoi într- o celulă de măsurare iradiată de o lumină UV generată de o lampă UV cu vapori de mercur care operează la 10mA cu o sursă de alimentare regulată şi detectată cu detectorul UV care este o fotodiodă solară cu vacuum sensibilă doar în regiunea spectrală unde absoarbe ozonul.

Microprocesorul măsoară intensitatea luminii în timpul ciclului de trecere a gazului prin scruber şi în timpul ciclului de probă. Raportul intensităților este proporțional cu concentrația de ozon.

6.3.3. Pompă: aspiră proba de gaz de la sistemul de etalonare în analizor pentru a fi analizată şi apoi eliminată din analizor. Are doua racorduri: unul de intrare care se leaga la racordul **exhaust** al analizorului şi celălalt care se leagă la racordul de evacuare a gazelor.

6.3.4. Generator de aer zero cu compresor pentru furnizarea gazului de aer zero necesar la generatorul de ozon pentru generarea dar şi diluarea ozonului utilizat la verificarea la capăt de scală a analizorului de ozon. Aerul zero se mai utilizează şi pentru verificarea de zero a analizorului de ozon.

6.4. Materiale, reactivi şi gaze etalon

Trasee, tubulaturi, fitinguri

Materialele folosite pentru trasee, tubulaturi trebuie să fie din materiale inerte care să nu interfereze cu proba cum ar fi cele din teflon ori sticlă borosilicată. Verificați dacă nu există particule materiale colectate în tuburi şi efectuați curățarea acestuia. Toate fitingurile şi garniturile trebuie să fie din teflon sau oțel inoxidabil.

Filtru de particule: montat la intrarea în analizor a probei de gaz etalon.

Filtru cu cărbune activ şi cu purafil: se foloseşte la curățarea aerului zero produs de generatorul de aer zero pentru etalonarea de zero/ span a analizorului.Se montează pe tubul pe care iese aerul zero de la generatorul de aer zero înainte de a intra în analizor.

Gaze etalon: sunt gazele de ozon produse de generatorul de ozon cu concentrații cunoscute.

Aer zero: este produs cu ajutorul generatorului de aer zero şi este necesar pentru realizarea etalonării.

6.5. Modul de lucru

6.5.1. Pregătirea aparatelor

Pregătirea aparatelor presupune o serie de operații preliminare cum ar fi: instalare, pornire, operații de punere în funcțiune şi de verificarea unor parametrii, realizarea conexiunilor aferente.

6.5.1.1. Pregătirea generatorului de ozon

Operațiile care se efectuează pentru pregătirea generatorului de ozon, cum ar fi: conectarea la curent, pornirea aparatului, conectarea tuburilor, fixarea concentrației se găsesc scrise în instrucțiunea IL – 07 – 01 Instrucțiune de lucru pentru generatorul de ozon 3000.

6.5.1.2. Pregătirea analizorului de ozon

Verificarea etalonării analizorului de ozon presupune efectuarea unor operații preliminare de pregătire a aparatului cum ar fi: instalarea aparatului pe raftul de lucru, operații de punere în funcțiune şi de verificarea unor parametrii ai acestuia, pornirea sistemului de etalonare şi realizarea conexiunilor aferente conform instrucțiunii IL 06 – 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului de ozon.

1. Instalarea şi pornirea inițială a analizorului

Înainte de instalarea analizorului se verifică dacă acesta nu este deteriorat. Dacă se observă deteriorări, trebuie contactat personalul de întreținere. Instalarea analizatorului trebuie să se facă într- un loc în care variația de temperatură, praf şi umezeală să fie minime. Locul trebuie să fie foarte bine aerisit şi să permită accesul operatorului la panoul principal în vederea efectuării operațiunilor de control.

2. Operații de punere în funcțiune a analizorului

Operațiile de punere în funcțiune a analizorului de fac conform instrucțiunii IL- 06 – 01 Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului de O_3 ML 9810B.

3. Verificarea parametrilor de funcționare

Se verifică parametrii de funcționare pentru a vedea dacă analizorul funcționează corespunzător, atât la instalare, cât şi înaintea oricărei etalonări. Aceştia trebuie să se încadreze în valorile indicate de manualul analizorului. Dacă se constată că valorile

parametrilor ies din valorile indicate de manual se anunță personalul de întreținere. Valorile de la fiecare citire a parametrilor se trec într-un formular FL –06 - 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B sub forma unui tabel care se păstrează în laborator. În tabelul de mai jos sunt prezentați parametrii ce trebuie verificați şi valorile de referință indicate de manual.

Tabelul 1 Parametrii de funcționare ai analizorului de ozon ML 9810B

Frecventa de intretinere	**Intretinere**	**Valori de referinta**
de fiecare dată	**Meniu Instrument Status**	
	Debit de gaz (SLPM)	0.42 - 0.53
	Presiune gaz (Torr)(Presiunea din interiorul celulei)	550 - 750
	Voltaj de referință (V)	1.0 - 4.0
	Conc. Voltage (V) (output celula)	0 - 4.5
	Ground Offset (diferenta de voltaj cu împământare între plăci)	200 - 325
	Curent lampă (mA)	9.5 - 10.5
	Meniu Preprocessor Pots （valoare digitala）	
	zero de masurare (dur:electric zero)	62 (10-90)
	Măsurarea fină de zero	42 (0-99)
	input	68 (10-90)
	reglare lampă	58 (40-80)
	voltaj de referință (V)	1 - 4
	O3 (ppm)	0 - 20
	Conc. Voltage (V) (output celula)	0 - 4.5
	curent lampă	9.5 - 10.5
	Meniu Temperatures （℃）	
	Temperatură celulă	20 - 60
	Temperatură lampă	45 - 55
	Temperatură analizor	15 - 55
	Temperatură gaz	45 - 55
	Calibrare zero （ deviatie ± 0,1ppm ）	
	Calibrare span （deviatie ± 0.5％）	
	Factor zero （Zero Offset）	
	Factor span（Instrument Gain)	

6.5.1.3. Pregatirea generatorului de aer zero

Operațiile care se efectuează pentru pregătirea generatorului de aer folosit pentru producerea de aer zero necesar generatorului de ozon pentru generarea ozonului utilizat la verificarea analizorului de ozon, cum ar fi: conectarea la curent, pornirea aparatului, conectarea tuburilor, se găsesc scrise în instrucțiunea IL – 07 – 01 Instrucțiune de lucru pentru generatorul de ozon 3000.

6.5.2. Etalonarea analizorului

Etalonarea analizorului se realizează prin compararea concentrației indicate de analizor cu concentrația gazelor standardizate de concentrații cunoscute. Dacă aceasta este mai mare cu ± 10%, atunci se ajustează valoarea indicată de analizor.

La 1 lună se efectuează o etalonare a analizorului cu un standard certificat şi după operațiile de înreținere şi reparație a analizorului.

Concentrația care se foloseşte este de cca.70 - 80% din domeniul de certificare.

Abaterea estimată a gazului span este $\leq$ 5%.

Puritatea gazului Zero este mai mică decât limita de detectare a analizorului

Etalonarea analizorului se realizează în două etape:

1. Etalonare manuală de zero.
2. Etalonare manuală de span.

1. Etalonare manuală de zero

Constă în verificarea analizorului cu aer zero. Dacă la verificarea cu aer zero analizorul arată valori mai mari de 0,003 trebuie să facem ajustare de zero conform instrucțiunii IL - 06 - 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului. Pentru etalonare de aer zero se foloseşte aer zero produs de generatorul de aer zero cu ajutorul unui compresor.

Etalonarea de zero se face o dată pe lună şi atunci când analizorul necesită etalonare, cu gaz zero care trebuie să aibă o puritate mai mică de limita de detecție a analizorului.

2. Etalonare manuală de span

Constă în verificarea analizorului la capă de scală (span) cu gaz standard certificat. Dacă la span analizorul arată valori diferite de cele indicate de generatorul de ozon

trebuie să se facă ajustarea de span conform instrucțiunii IL -06 - 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului.

Etalonarea manuală de span se face o dată pe lună şi atunci când analizorul necesită etalonare. Pentru etalonare manuală de span avem nevoie ozon produs de un generator de ozon şi de aer zero produs de generatorul de aer zero.

Etalonarea se va trece în registrul laboratorului în formularul FL – laborator – 02 Formular de înregistrarea operațiilor de etalonare, iar valorile ***zero offset*** şi ***instrument gain*** se notează şi în formularul FL -06- 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B.

Pe baza valorilor măsurate se va calcula abaterea de la liniaritate.

6.5.3. Verificarea şi întreținerea preventivă a analizorului

Întreținerea preventivă are ca scop funcționarea corectă a analizorului, precum şi creşterea duratei de viață a acestuia.

Operațiile de întreținere preventivă şi reparații precum şi perioadele recomandate pentru efectuarea acestora sunt prezentate în tabel 6.2

Tabelul 6.2. Întreținerea preventivă a analizorului ML 98100B pentru determinarea O_3

1 luna	Schimbare filtre de particule probă[1), 2)]	
	Verificare -Alimentare Analog [1)] (V)	11.6 -12.2 (12)
	Verificare -Alimentare digitala [1)] (V)	4.8 - 5.2 (5)
	Verificare de zero/span	
3 luni	Etalonarea analizorului cu un standard trasabil	
6 luni	Înlocuire scruber de aer zero	
1 an	Înlocuire filtru DFU	
	Schimbare filtru cu cărbune activ	
	Verificare /înlocuire scruber de ozon	
	Ajustare Curent Output (4-20mA)	
	Verificare Test Function	
	Verificare/inlocuire lampa UV	
	Verificarea scăpărilor în sistemul pneumatic	
	Curățarea recipientului cu filtre pentru particule [1)]	

Când este cazul	Înlocuire diafragmă (membrană) pompă	

[1)] operație efectuată de operatorul stației

[2)] intervalul de înlocuire se va stabili funcție de concentrația de pulberi din aer

Efectuarea operațiilor de întreținere preventivă se face de către firma de service cu excepția operațiilor notate cu 1) care se efectuează de către operatorul stației conform instrucțiunii IL- laborator -01 Instrucțiuni de lucru privind efectuarea operațiilor de întreținere preventivă şi se înregistrează în registrul laboratorului în formularul FL – laborator - 01 Formular de înregistrare a operațiilor de întreținere preventivă şi reparații a aparaturii din laboratorul de etalonare.

Raportul elaborat de firma de service, se păstrează în registrul laboratorului.

6.5.4. Întreținerea preventivă a generatorului de ozon

Deoarece oxidarea ozonului este puternică, atunci când rămîne în interiorul tuburilor interne, pereții interni ai tuburilor ruginesc, afectând performanțele aparatului, trebuie să se efectueze o curățare a acestuia după fiecare folosire. Acest lucru se face prin introducerea de gaz zero câteva minute la generatorul de ozon şi oprirea generării de ozon prin aducerea la zero a valorii de la **Ozone regulator**.

Trebuie să avem grijă să nu intre praf sau gunoaie de la gura de intrare a aerului zero, acest lucru poate cauza probleme.

7. Asigurarea şi controlul calității

7.1. Generalități

Controlul calității aparaturii este necesar pentru a realiza o verificare corectă a standardelor de transfer cu ajutorul cărora se efectuează etalonările analizoarelor din Rețeaua Națională de Monitorizare a Calității aerului.

7.2. Frecvența etalonărilor, verificărilor şi întreținerii

Verificările şi etalonările precum şi frecvența lor sunt prezentate în tabelul nr. 7.1. Sunt prezentate, de asemenea, criterii pentru reajustarea, etalonarea şi întreținerea analizorului.

Tabelul 7.1– Frecvență cerută pentru etalonare, verificare şi întreținere

Etalonări, verificări şi întreținere	Paragraf	Frecvență	Criteriu de acțiune
Etalonare			
Etalonarea analizorului	6.4.2.	1 lună	
Verificare			
Verificarea parametrilor analizorului	6.4.1.3	Înaintea fiecărei determinări	
Verificarea abaterii de liniaritate (a se efectua în laborator sau în teren)	7.5.	Într-un interval de un an după instalare şi după reparație; frecvența ulterioară depinde de rezultatul încercării	Abaterea de liniaritate > 6,0% din valoarea măsurată
Verificarea traseelor de circulație a gazelor	7.6	La şase luni	
Verificarea funcționării generatorului de aer zero	7.7	La 1 an	
Întreținere			
Schimbarea filtrelor de particule de la intrarea în analizor a gazului	6.4.4.	La 2 luni	Reacția la gazul de capăt de scală care trece prin filtru este ≤ 97 %
Schimbarea filtrelor cu purafil şi cărbune activ	7.7.	La 1 an	Dacă este cazul
Întreținerea regulată a componentelor analizorului		La 1 an	

7.3. Etalonarea analizorului

Etalonarea efectuată o dată pe lună va da o indicație mai bună asupra deplasării şi performanței analizorului. Se realizează conform instrucțiunii IL- 06- 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului de ozon.

Gazele de etalonare trebuie neapărat introduse prin filtrul de particule din spatele analizorului pentru a se respecta condițiile din timpul prelevării probelor. Înaintea oricărei etalonări acest filtru trebuie schimbat. Conform instrucțiunii IL-laborator -01Instrucțiuni de lucru privind efectuarea operațiilor de întreținere preventivă.

Etalonarea se înregistrează în formularul FL – laborator – 02 Formular de înregistrarea operațiilor de etalonare, iar valorile **zero offset** şi **instrument gain** se notează şi în formularul FL -06- 01 Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B.

7.4. Verificări la zero şi la capăt de scală

Verificarea de zero şi capăt de scală se realizează inaintea oricărei certificări a standardelor de transfer (generator de ozon) cu scopul de a seziza orice deviație de la etalonarea analizorului.

Gazele de zero şi cele de capăt de scală trebuie introduse în analizor pentru o perioadă de timp suficient de mare încât citirile să fie stabile, minim 10 min pentru fiecare gaz. Dacă diferența între valoarea calculată şi cea indicată pe ecranul analizorului diferă cu mai mult de 0,004 ppm pentru zero şi cu până la15% pentru span este necesară etalonarea analizorului conform instrucțiunii IL – 06 - 02 Instrucțiuni de lucru pentru etalonarea analizorului de ozon.

7.5. Abaterea de liniaritate

Abaterea de liniaritate a analizorului trebuie verificată folosind următoarele concentrații: **0 %, 20 %, 60 % şi 95 %** din domeniul maxim certificat. La fiecare concentrație (inclusiv zero) trebuie efectuate cel puțin două citiri individuale.

Se acceptă valoarea abaterii de liniaritate la o specificație mai mică (de exemplu ± 6 % din valoarea măsurată). Dacă analizorul nu trece această specificație, acesta trebuie înlăturat din amplasament, abaterea de liniaritate supunându-se mai departe unei verificări mai riguroase.

Frecvența încercării

Testarea se realizează odată la 6 luni şi după verificarea anuală sau după reparații.

7.6. Verificare trasee de circulație a gazelor

Este necesară o dată la şase luni să se realizeze o verificare a traseelor deoarece tuburile de teflon pot suferi degradări sau pot apărea scăpări de gaze la îmbinarea acestora.

7.7. Verificarea funcționării generatorului de aer zero

În cazul funcționării incorecte a generatorului de aer zero, acesta nu elimină în totalitate conținutul de monoxid de carbon sau de interferenți şi poate influența acuratețea măsurătorilor.

Schimbarea filtrelor de cărbune activ şi purafil se realizează de către personalul din laborator.

Toate operațiile sunt înregistrate în formularul FL - laborator -01 Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare.

7.8. Verificare generator de ozon

Acest aparat controleaza concentrația generată de O3 cu ajutorul lămpii cu raze ultraviolete. Atunci când lampa cu raze ultraviolete se deterioreaza după o folosire îndelungată, aceasta poate genera valori mai mari sau mai mici de ozon decăt cele trecute în certificatul acestuia influențând acuratețea măsurătorilor, de aceia aparatul trebuie dus constant pentru verificare la o institutie de calibrare care deține aparat de referinta O3 sau la producator.

8. Întreținerea periodică

8.1 Înlocuirea şi întreținerea consumabilelor, controlul deşeurilor

Prezentul aparat nu are consumabile care trebuie inlocuite. In privinta curățirii aparatului, este suficient să se facă o purjare după fiecare folosire. Pentru că nu există consumabile nu este nevoie nici să se facă mentenața reziduurilor.

9. Norme privind tehnica securității în muncă

1.Cablurile electrice trebuie sigilate şi protejate pentru a nu exista pericol de electrocutare.

2.Folosirea prizelor şi a prelungitoarelor cu împământare pentru evitarea producerii scurtcircuitelor.

3.Verificarea etanşeității conexiunilor de la analizor, la generatorul de ozon pentru a nu avea scăpări de gaze în laborator.

4.Verificarea etanşeității conexiunii pompei analizorului la tubul de evacuare gaz standard de la analizor pentru a nu exista scăpări de gaz în laborator.

5.Verificarea conexiunilor pneumatice, dacă sunt efectuate în conformitate cu diagramele şi în conformitate cu ceea ce indică manualul de utilizare a analizorului.Conexiunile trebuie să fie strânse bine.

6.Folosirea de plăcuțe de identificare care să permită recunoaşterea fiecărei componente din circuitul pneumatic şi electric.

7.Dacă este necesară intervenția în interiorul analizorului în timp ce acesta operează, trebuie să se lucreze cu foarte mare atenție datorită voltajului ridicat la unele subansamble. Inspectați cu regularitate sistemul pentru a observa dacă este întreg, complet.

10. Responsabilități

10.1. Şef Laborator

- Îndrumă operatorul care deserveşte laboratorul;
- Urmăreşte buna funcționare a laboratorului: starea aparaturii şi a altor componente din laborator, înregistrarea operațiilor efectuate în registrul de laborator, etc.
- Anunța firma de service în legatură cu disfuncționalitățile/defecțiunile apărute în funcționarea echipamentelor prin completarea FL-laborator -03 - Formular de solicitare interventie tehnica;
- Propune DBFA -ului, în urma unei selecții, firma care va asigura întreținerea şi reparația echipamentelor;
- Informează şeful ierarhic superior asupra problemelor deosebite apărute;

- Informează firma service cu privire la problemele tehnice apărute care necesită intervenția acesteia;
- Transmite şefului ierarhic superior propunerile pentru bugetul laboratorului.

10.2. Responsabilul de încercare

- Utilizează echipamentele în modul în care este indicat în POS, Manualul de operare a aparatelor;
- Efectuează operațiile de verificare şi operare curentă şi periodică a echipamentelor din laborator, conform POS şi manualelor de operare a aparatelor;
- Înregistreză operațiile şi parametrii conform formularelor anexate;
- Înregistrează verificările efectuate de către firma service în Registrul laboratorului şi anunță şeful ierarhic superior;
- Informează şeful ierarhic superior în legătură cu funcționarea aparaturii din laborator, a operațiilor efectuate (etalonări, întreținere, verificări, etc.);
- Anunță şefului ierarhic superior problemele deosebite apărute în cel mai scurt timp.
- Etc

11. Inregistrări

Nr. crt.	Denumire înregistrare	Cod document	Persoana care efectuează înregistrarea	Loc de arhivare-durată (ani)
1.	Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare	FL- laborator - 01		Laborator……/5 ani
2.	Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare	FL- laborator -02		Laborator...../5ani

3.	Formular de solicitare interventie tehnica	FL-laborator -03		Laborator...../5 ani
4.	Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de O_3 ML 9810B	FL -06- 01		Laborator...../5 ani

12. Anexe

Nr. Crt.	**Denumire înregistrare**	**Cod document**	**Loc de arhivare-durată (ani)**
1.	Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului ML 9810B	IL– 06.01	Laborator……/5 ani
2.	Instrucțiuni de lucru pentru realizarea etalonării analizorului	IL– 06.02	Laborator……/5 ani
3.	Instrucțiuni de lucru pentru generatorul de ozon 3000	IL – 07 – 01	Laborator……/5 ani

NRL **Analizor de masurare a aerului Registru de intretinere**			Analizor SO2 ML9850		Nr. model aparat		
Frecventa de intretinere	**Intretinere**	**valori de referinta**	**Data**				
de fiecare data	Meniu Instrument Status						
	Debit de gaz (SLPM)	0.4 – 0.7	0.65				
	Presiune gaz (Torr) (Presiunea din interiorul celulei)	500 – 800					
	voltaj de referinta (V) (putere lampa UV)	1.0 – 4.0					
	Conc. Voltage (V) (output celula)						
	Ground Offset (diferenta de voltaj cu impamantare intre placi)	200 – 330					
	tensiune ridicata (PMT) (V)	690 – 710					
	curent alimentare lampa	34 – 40					
	Meniu Preprocessor Pots (valoare digitala)						
	zero de masurare (dur:electric zero)						
	zero de referinta						
	gain de masurare						
	gain de referinta						
	Valoare masurata de proba? (Test Measure)						
	Ajustare tensiune ridicata (PMT)						
	ajustare curent lampa UV						
	Meniu Temperatures (° C)						
	Temperatura celula	47 – 52					
	Temperatura analizor	15 – 55					
	Temperatura racitor	10					
	Calibrare zero (deviatie ±2ppb) Calibrare span (deviatie ±5%)						
	Factor zero NO2 (Zero Offset)		→	→	→	→	→
	Factor span(Instrument Gain)		→	→	→	→	→
1 luna	Schimbare filtre de proba (47 mm 5μm)						
	Timer						
	Noise (ppb)						
	Alimentare Analog (V)	12					
	Alimentare digitala (V)	5					
	Verificarea Pozitie zero cu cilindrul de aer zero						
3 luni	3.1.7.1Masurarea puterii lampii cu osciloscopul potrivit manualului de mentenanta						
	Verificarea Pozitie zero cu cilindrul de aer zero						
1 an	Schimbare carbon activ						
	Curatarea recipientului cu filtre pentru aer						
	Masurarea puterii de absorbtie a lampii (Bar)						
	Investigarea fuzionare electricitate GUV 2.10 / DIN 57701						
	Ajustare Curent Output (4-20mA)						
	Basic Performance test						
timpul potrivit	Inlocuire KICKER						
	Inlocuire lampa UV(In functie de puterea lampii UV)						
	Curatarea celulei						
	Inlocuire diafragma pompa						
	Inlocuire cilindru cu gaz de referinta (atentie la perioada de garantie)						
Observatii:							
	Operatia (si operatia de inregistrare) se incepe la cel putin 1 ora dupa pornirea aparatului.						
	Nu trebuie sa porneasca alarma						
Semnatura persoanei care a executat mentenanta							

NRL **Analizor de masurare a aerului Registru de intretinere**			Analizor O3 ML9811		Nr. model aparat		
Frecventa de intretinere	**Intretinere**	**valori de referinta**	**Data**				
de fiecare data	**Meniu Instrument Status**						
	Debit de gaz (SLPM)	0.42 – 0.53					
	Presiune gaz (Torr) (Presiunea din interiorul celulei)	550– 750					
	voltaj de referinta (V)	1.0–4.0					
	Conc. Voltage (V) (output celula)	0–4.5					
	Ground Offset (diferenta de voltaj cu impamantare intre placi)	200 – 325					
	curent lampa	9.5–10.5 MA					
	Meniu Preprocessor Pots (valoare digitala)						
	zero de masurare (dur:electric zero)	62 (50–90)					
	masurareafina de zero	42 (1–99)					
	imput	68 (10–90)					
	reglare lampa	58 (40–80)					
	voltaj de referinta (V)	`1–4	0				
	O3 ppb	0–20					
	Conc. Voltage (V) (output celula)	0–4.5	0				
	curent lampa	9.5–10.5					
	Meniu Temperatures (° C)						
	Temperatura celula	20–60					
	Temperatura lampa	45–55					
	Temperatura analizor	15–55					
	Temperatura gaz	45–55					
	Calibrare zero (deviatie ±2ppb) Calibrare span (deviatie ±5%)						
	Factor zero (Zero Offset)		→	→	→	→	→
	Factor span(Instrument Gain)		→	→	→	→	→
1 luna	Schimbare filtre de proba (47 mm 5µm)						
	Timer						
	Noise (ppb)						
	Alimentare Analog (V)	11.6–12.2					
	Alimentare digitala (V)	4.8–5.2					
3 luni							
	Verificarea Pozitie zero cu cilindrul de aer zero						
1 an	Schimbare carbon activ						
	Curatarea recipientului cu filtre pentru aer						
	curatare elemente pneumatice						
	Investigarea fuzionare electricitate GUV 2.10 / DIN 57701						
	Ajustare Curent Output (4–20mA)						
	verificare/inlocuire lampa UV						
	verificare/inlocuire scruber ozon						
	Basic Performance test						
	reglare detector de semnal verificarea etanseitatii						
timpul potrivit	Inlocuire diafragma pompa						
	Inlocuire cilindru cu gaz de referinta (atentie la perioada de garantie)						
Observatii:							
	Operatia (si operatia de inregistrare) se incepe la cel putin 1 ora dupa pornirea aparatului.						
	Nu trebuie sa porneasca alarma						
Semnatura persoanei care a executat mentenanta							

NRL **Analizor de masurare a aerului Registru de intretinere**			Analizor NOx ML9841		Nr. model aparat		
Frecventa de intretinere	**Intretinere**	**valori de referinta**	**Data**				
de fiecare data	Meniu Instrument Status						
	Debit de gaz (SLPM)	0.64	1				
	Presiune gaz (Torr) (Presiunea din interiorul celulei)	168					
	Presiune ambientala (Torr) (manometrul debitului superior)	625					
	Conc. Voltage (V) (output celula)	—					
	Ground Offset (diferenta de voltaj cu impamantare intre placi)	200 – 330					
	Voltaj (tensiune) ridicat (PMT) (V)	650	634				
	Meniu Preprocessor Pots (valoare digitala)						
	Input Gain		40				
	Valoare masurata de proba？ (Test Measure)		0				
	Ajustare tensiune ridicata (PMT)		53				
	NO (ppm)		0.028				
	Conc. Voltage (V) (output celula) proportional to NO (ppm)		0	0	0	0	0
	Meniu Temperatures (° C)						
	Temperatura celula	50	50.7				
	Temperatura convertor	315	318.8				
	Temperatura analizor	15 – 55	36.1				
	Temperatura gazului care se scurge	55	55.3				
	Temperatura racitor	10	10.7				
	Calibrare zero (deviatie ±2ppb) Calibrare span (deviatie ±5%)						
	Factor zero NO (Zero Offset)		0.0001→	→	→	→	→
	Factor zero NO2 (Zero Offset)		0.0003→	→	→	→	→
	Factor span(Instrument Gain)		2.510→2.103	→	→	→	→
1 luna	Schimbare filtre de proba (47 mm 5μm)		–				
	Timer		OK				
	Noise (ppb)		3.714				
	Alimentare analog (V)	12	11.913				
	Alimentare digitala (V)	5	5.014				
	Verificarea diferentei de sensibilitate datorata gazului standard de concentratie mica						
	Verificarea Pozitie zero cu cilindrul de aer zero						
3 luni	Verificarea Pozitie zero cu cilindrul de aer zero		1 min				
	Purjare cilindru cu gaz span NO						
1 an	Curatarea recipientului cu filtre pentru aer						
	Masurarea puterii de absorbtie a pompei(Bar)						
	Investigarea fuzionare electricitate GUV 2.10 / DIN 57701						
	Ajustarea curentului Output (4-20mA)						
	Verificarea eficientei convertorului (prin GPT)						
	Basic Performance test						
Timpul potrivit	Inlocuire carbune activ(din fata pompei) Change the Deozonizer						
	Verificare Permapure Dryer de la linia O3 (daca tubul din interior este murdar, se inlocuieste)						
	Inlocuire catalizator convertor (＜95%)						
	Inlocuire DFU de la linia O3						
	Curatare celula de masurare						
	Inlocuire diafragma pompa						
	Inlocuire cilindru de gaz standard (atentie la perioada de garantie)						
Observatii:							
	Operatia (si operatia de inregistrare) se incepe la cel putin 1 ora dupa pornirea aparatului.						
	Nu trebuie sa porneasca alarma						
Semnatura persoanei care a executat mentenanta							

NRL **Analizor de masurare a aerului Registru de intretinere**		Analizor CO ML9830	Nr. model aparat		
Frecventa de intretinere	**Intretinere**	**valori de referinta**	**Data**		
de fiecare data	**Meniu Instrument Status**				
	Debit de gaz (SLPM)	0.9 – 1.3			
	Presiune gaz (Torr) (Presiunea din interiorul celulei)	430– 800			
	voltaj de referinta (V)	3.8 – 4.2			
	Conc. Voltage (V) (output celula)	0–4.5			
	Ground Offset (diferenta de voltaj cu impamantare intre placi)	200 – 320			
	Meniu Preprocessor Pots (valoare digitala)				
	zero de masurare (dur:electric zero)	67 (50–80)			
	masurare zero fin	4 (1–99)			
	imput (indica puterea sursei IR)	42 (10–90)			
	voltaj de referinta (V)	3.8 – 4.2	0		
	CO	0–200 ppm			
	Conc. Voltage (V) (output celula)	0–4.5	0		
	Meniu Temperatures (° C)				
	Temperatura celula	47 – 53			
	Temperatura convertor	87–93			
	Temperatura analizor	15 – 55			
	Temperatura gaz	45–50			
	Temperatura racitor	1.0–1.2			
	Temperatura oglinda	47–53			
	Calibrare zero (deviatie ±0,1ppm) Calibrare span (deviatie ±0.5%)				
	Factor zero CO (Zero Offset)		→	→	→	→	→
	Factor span(Instrument Gain)		→	→	→	→	→
1 luna	Schimbare filtre de proba (47 mm 5µm)						
	Timer						
	Noise (ppm)						
	Alimentare Analog (V)	12					
	Alimentare digitala (V)	5					
	Verificarea diferentei de sensibilitate datorata gazului standard de concentratie mica						
	Verificarea Pozitie zero cu cilindrul de aer zero						
3 luni							
	Verificarea Pozitie zero cu cilindrul de aer zero						
1 an	Schimbare filtru intrare capilara (sintered)						
	Curatarea recipientului cu filtre pentru aer						
	verificarea /inlocuire convertor CO-CO2						
	Investigarea fuzionare electricitate GUV 2.10 / DIN 57701						
	Ajustare Curent Output (4–20mA)						
	Basic Performance test						
	verificarea etanseitatii						
timpul potrivit	Inlocuire diafragma pompa						
	Inlocuire cilindru cu gaz de referinta (atentie la perioada de garantie)						
	Inlocuire DFU						
Observatii:							
	Operatia (si operatia de inregistrare) se incepe la cel putin 1 ora dupa pornirea aparatului.						
	Nu trebuie sa porneasca alarma						
Semnatura persoanei care a executat mentenanta							

NRL Dilutor **Registru de intretinere**					Dilutor EDA-2000	
Frecventa de intretinere	**Intretinere**	**Data**				
de fiecare data	gazul standard folosit SO2 concentratie presiunea ramasa／presiunea secundara	ppm ／ Mpa				
	gazul standard folosit NO concentratie presiunea ramasa／presiunea secundara	ppm ／ Mpa				
	gazul standard folosit CO concentratie presiunea ramasa／presiunea secundara	ppm ／ Mpa				
	conectarea la Inletul de la gazul standard	practica				
	folosire Dilutor					
	Trasarea curbei de calibrare, Noise test, Lower limit test,					
	Drift(Zero, Span)、Repeatability、Response time					
	purjarea inauntrul tuburilor (la final)	practica				
1 an	Schimbare oxidizer(Purafil)・absorbant(Activated carbon)					
timpul potrivit						
Semnatura persoanei care a executat mentenanta						

NRL Generatorul de aer zero Registrut de intretinere

Zero air generator AIR-2000

Frecventa de intretinere	Intretinere	Data				
de fiecare data	generator de gaz zero presiunea primara / presiunea secundara 2.0 psi	psi				
	compresor presiunea primara / presiunea secundara	／ Bar				
	Automated exaust – Drainage	verificare				
	Inlocuire convertor					
1 an	schimbare oxidizer(Purafil)					
	schimbare absorbant (Activated carbon)					
timpul potrivit						
Semnatura persoanei care a executat mentenanta						

Points to secure the quality data

A. How to secure the accuracy of good data

The maintenance stuff would be always suspecting whether the measuring data from analyzers are correct or not while he is under all the maintenance works in a monitoring station.

Maintenance staff had better check the surroundings of the monitoring station by using his five senses fully whether unusual event happens near the station before starting his maintenance work. For instance smell the odor, hear the unusual sound in outside air, and check the present meteorological conditions such as wind speed or rain falling etc. It is useful for make sure if analyzers are working normally or not.

Maintenance staff would inspect and verify the normality of analyzers only depends on little kind of information from devices. One is the operational parameters like flow rate, inner pressure etc. that indicated on analyzers, two from the attached equipment like sample air supplying system, and others are the plenty of collected data from analyzers.

Many kinds of sensors are mounted in one analyzer, and inform the data of each parameter continuously. The alarm signals are indicated only when its measured value exceed the established limit.

But many kind of troubles will not expected to be indicated by sensor-alarming systems so that it's not sufficient for maintenance staff to verify the normal working of analyzers only relies on display information.

This is the basic explanation of how to inspect the data from the analyzers and how to keep the good data quality.

A1. Checking points of collected data, performed by maintenance staff

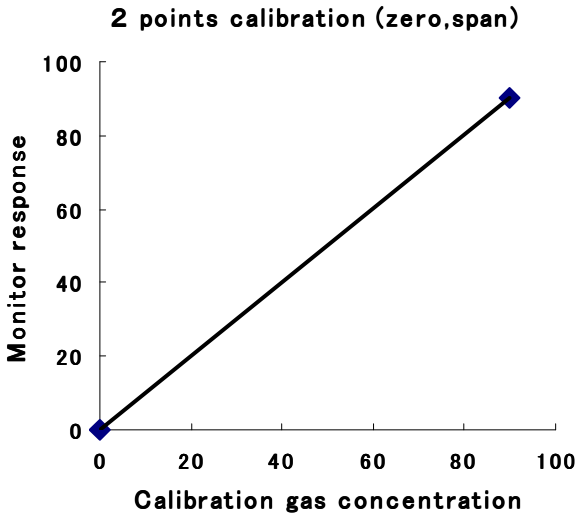
2 kinds of data precision confirmation can be performed by maintenance staff at site work. "Check the fluctuation of analyzer's response while the zero/span gas introducing" and "The comparing time-trending of collected data among each measuring items". However, it is required strictly that every parameter of the equipment and the working condition should be in the normal condition.

Please note that these data checking process does not prove the normal operation of analyzer, if it's in a bad operational condition.

A1.1 Fluctuation of analyzer's response while the zero/span gas introducing

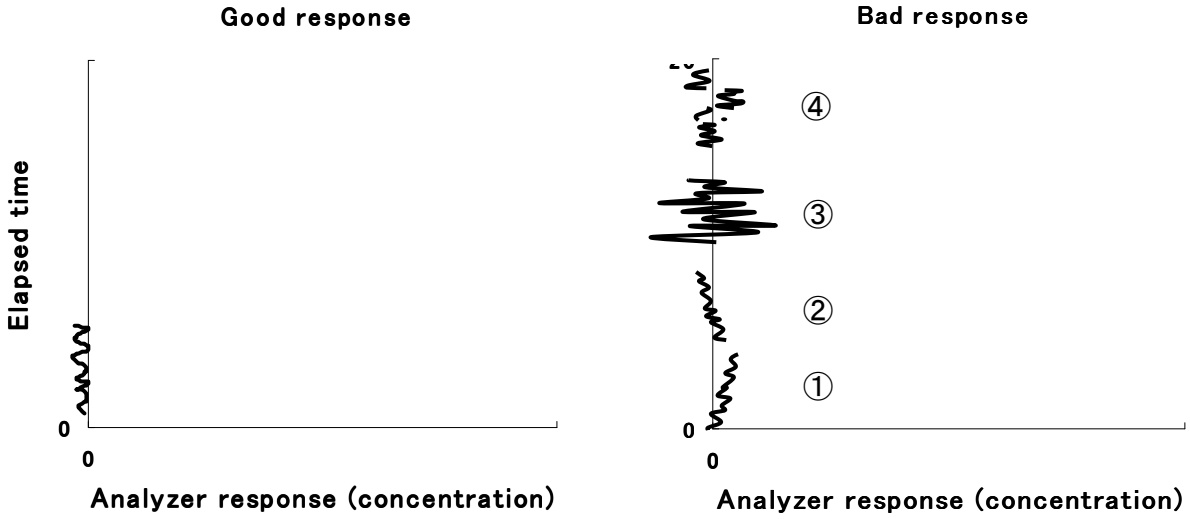
We usually introduce the zero/span calibration gas to analyzers in every 2 weeks, and watch the fluctuation of analyzers response during the calibration gas introducing for

confirm whether analyzer is in normal working.



Because analyzer response is changing so quickly, you would easy to lose the memory of lots data, and not to be able to understand the whole image of fluctuations only by looking instantaneous data.

It is strongly recommended that all the responses should be recorded on the Chart recorder or the logger which can describe the data graph like following Figures.



(1) Fluctuation of analyzer's response while the zero gas introducing

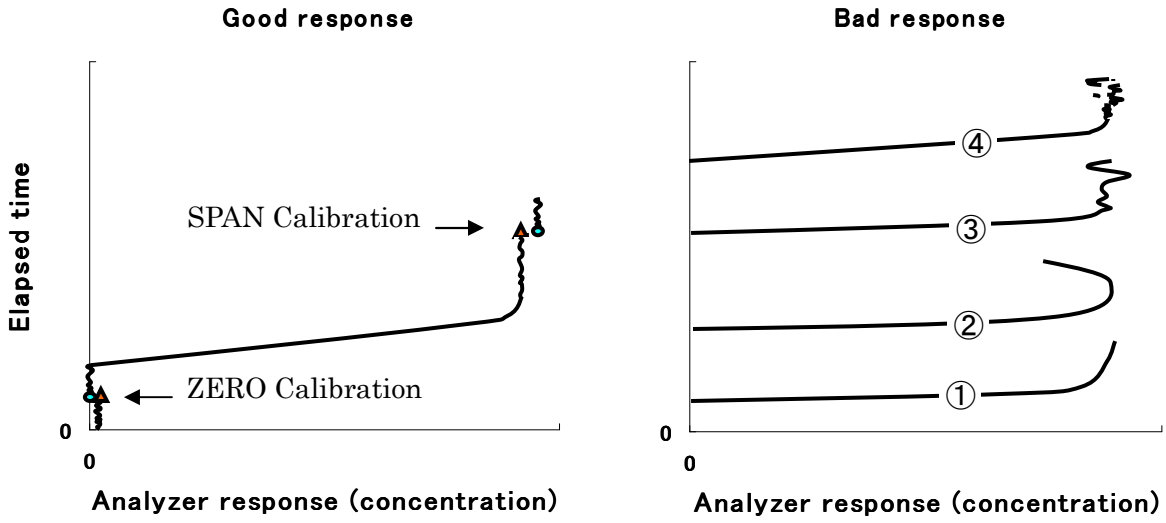
Analyzer's response is always changing up and down in short time while zero gas is introducing to analyzer, and it is necessary that the fluctuation of tracking record should be stabilized in a uniform sphere as shown in the left.

Points to secure the quality data

In the bad response example (in the right),
1. Keeps on growing, 2. Keeps on descending, 3.is a big serpentine line (Max – Min > 5ppb), 4.is a discontinued line.

When such an instable response appears, it means that the monitor is not in a normal state and that the data is not accurate. You have to stop the calibration operation immediately. After locating the cause of the malfunctioning and fix it, a new zero calibration operation is admitted.

(2) The investigation of the response when introducing the " span gas"
While introducing the " span gas " (in about 10 minutes), the response of the monitor fluctuates, but it is necessary that the fluctuation is stabilized in a uniform sphere as shown in the next table (in the left). In the bad response example (in the right) 1.keeps on growing , 2. keeps on descending , 3. is a big serpentine line (Max – Min > 4ppb), 4. is a discontinued line. When such an instable response appears, it means that the monitor is not in a normal state and that the data is not accurate. The operation of calibration must be ~~is~~ stopped and, after locating the cause of the malfunctioning and repairing it, a new span calibration is admitted.



(3) The criterion of judgment for calibration (from the difference of the previous calibration)
Comparing the difference between the results of the calibration from the previous maintenance investigation (usually 1 week before) and the results of the present calibration, according to the criterion for judgment (see table 4.13), it is decided if to

make a calibration or not. If the difference is very big, it is considered abnormal, the calibration is forbidden and is rapidly proceeded to the revision. In what concerns the data collected from the previous calibration up to the present calibration, until the cause is discovered, the data has to be treated very carefully and reported to the administration department in the same day.

The search for the cause and the repairs must be done immediately.

After the cause is found, according to the revision, the adoption of the data is possible and is decided being reported in the same day at the data administration department together with the recording of the cause that made possible the revision and the method of revising.

After the cause is found if there are some data which supposed to be adopted by data compensation in the previous troubled period, compensate these data as a temporary report. This Data treatment report that should include the data of original and compensated, the reason why to be able to compensate, and its compensation equation, should be reported to the data administration department in the same day with data compensated.

The impossibility of adoption and the things decided are recorded as lack of measurement, and are reported in the same day at the data administration department. If the maintenance staff finds some abnormal data in the previous troubled period, treat these to be neglected, and report as well.

Table 1 Example of allowance for performing the calibration

The decision is made from the difference with the previous calibration

	Judgment	Analyzers SO2,NOx,O3,CO	PM10 Analyzer
Zero Calibration	Fine **(May not be performed)**	±1ppb	－
	Fine (Must be performed)	±2～± 4 ppb	under 5μg/m3
	Forbidden (Calibration will be admitted after fixed)	over± 4 ppb	over 5μg/m3
Span Calibration	Fine (**May not be performed**)	± 2 %FS	
	Fine (Must be performed)	± 2 ～±10%FS	
	Forbidden (Calibration will be admitted after fixed)	over±10%FS	

Points to secure the quality data

The lack of measurement data can occur not only through the above operations but also because of correspondence disorder or power cut. In case breaking the normal state of measuring has happened, it has an effect on the accuracy of data, all the details should be recorded and reported to the data administration department.

A. 1.2 Data comparison from the collected data

Using all the measured data collected in one or two weeks from the previous maintenance day until the present maintenance day, it is possible to decide immediately if the analyzers have functioned normally.

(1) Method based on the comparison between items of one station

Time trending graph is made from the averaged hourly data collected from one monitoring station. We can get some useful information from time trending comparison between some measured items to see if they correlate to each other.

If it is possible to record into a graph the averaged hourly data, on a logger or a computer from inside a monitoring station, the maintenance staff will be able to make a comparison between the items. In this way it can be checked if the analyzer of that monitoring station is in stable functioning state and not in a bad state. But this is not a guaranty that the previous calibration was performed precisely.

In what concerns the pattern of the fluctuation of concentration, it is important to ~~record it every day~~ because very often the sources that generate the air in the surroundings of the monitor station and the atmospheric conditions have a very big influence upon the fluctuation of concentration.

It is important to get a roughly understanding of the concentration changing pattern and to know what polluter will affect at any monitoring station, because the exhausted gas from pollution source and the atmospheric conditions have very big influence upon the atmospheric monitoring.

In some cases the tendency is that the pattern of the fluctuation of concentration is similar and in other cases they are in a reverse relation (when a part is rising, another part is descending).

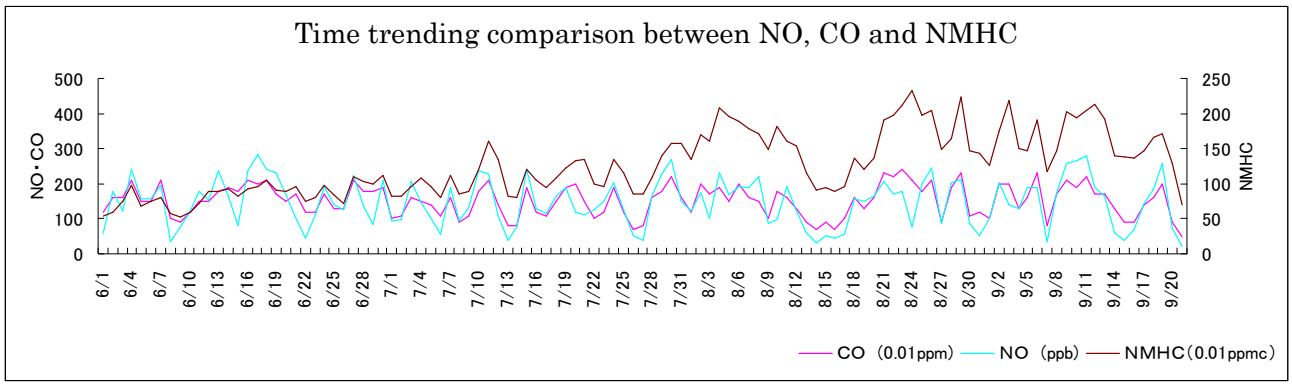
On the comparison of the tendency of time-concentration trending between some measuring items, we can see two patterns of positive (similar trending) and reverse relation (when one item is rising, another is descending).

Points to secure the quality data

1) Tendency that the time trending pattern is similar

1. The similarity of the patterns of CO, NO, NMHC

Especially when the cars are the main pollution source, the time trending between these items is very similar.



2. O3 and the Solar Radiation

Because O3 is generated by the photochemistry reaction of the ultraviolet rays, it has a very close relation with the Solar Radiation.

2) Reverse relation

NO and O3

In the troposphere, a photochemistry reaction is produced by the nitrogen oxide and the VOC, the NO is **burned** and the concentration declines, which produces O3 and in this way the concentration is rising.

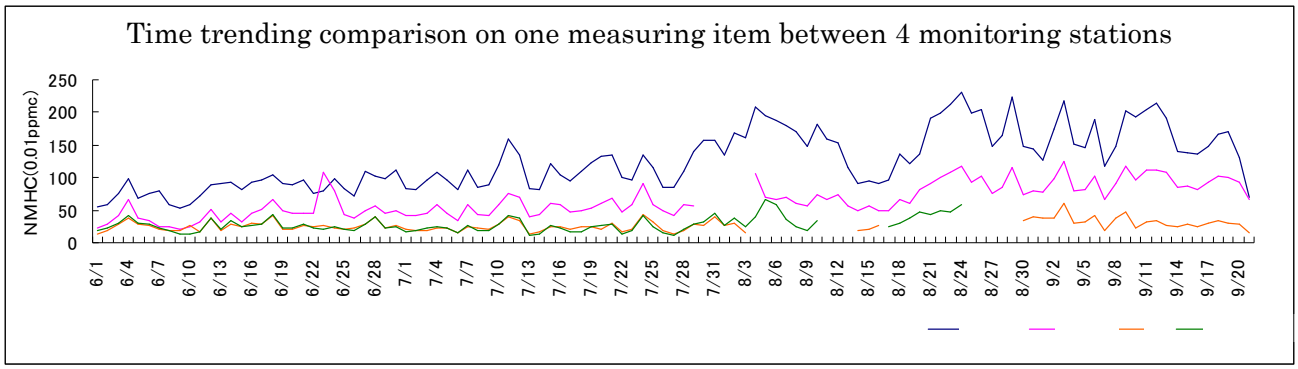
(2) Method based on the comparison of the same items between the monitoring stations

Assume there is small area, for example if there are few monitoring stations in the same city and the distance between each other is within 10 km, when we compare the time trending of one measured item from several monitoring stations, very often the results are similar (the value is not the same, but the pattern of fluctuation is very similar).

This comparison can be made at a main center of a measuring network (Data management center). This type of data can not be compared at a monitoring station (because it can not check the data of a different station).

The maintenance staff must also pay attention to the results of the comparison of this type of data when visiting the main center.

Points to secure the quality data



(3) Other characteristics

---

1) After the rain falls it happens very often that almost all the concentration of the contaminated substance declines

After the rain falls, it happens very often that the concentration declines in almost of all the pollutants.

---

2) When the speed of the wind is high, the accumulated pollutants are blown away and the concentration has the tendency to decline. There are 2 exceptions for this：

   1. Methane is a stable substance and is distributed extensively which is why there is generally no fluctuation of concentration even if the wind speed turn to high.
   2. If the wind blows with 8m/s, the NO on the ground is blown away, O3 falls from the sky (because there remains very few NO that reacts to this), and in this way the concentration of O3 increases.

3) The concentration can also change in a short period of time because of the passage of the air mass.

4) For a short period (for example an interval of a few minutes), the same fluctuation of concentration can not repeat itself in a natural environment. It is very possible that there is something wrong with the device.

Seminar – Iulie 2008

Controlul preciziei in cadrul masurarilor atmosferice automate

Cuprins

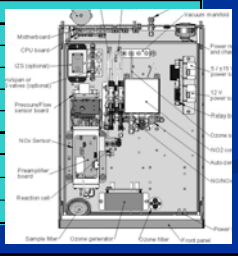
- Puncte importante la efectuarea calibrarii
- Substante-standard si echipamente folosite la calibrare
- Inregistrarea activitatilor de mentenanta

Operatiuni zilnice necesare pentru obtinerea de date de masurare satisfacatoare

1

Parametrii analizorului (NOx)

Filtru de praf
Debit de gaz prelevat
Debit de gaz Ozon
Presiune gaz prelevat (Presiunea din interiorul celulei)
Presiune ambientala (Manometrul debitului superior)
Ground Offset (Diferenta de voltaj cu impamantare intre placi)
Voltaj (tensiune) ridicat (PMT)
Temperatura celula
Temperatura convertor
Temperatura analizor
Temperatura gazului care se scurge
Temperatura racitor
Sursa electrica (5V, ±15V)
Factor zero NO (Zero Offset)
Factor zero NO2 (Zero Offset)
Factor span (Instrument gain)



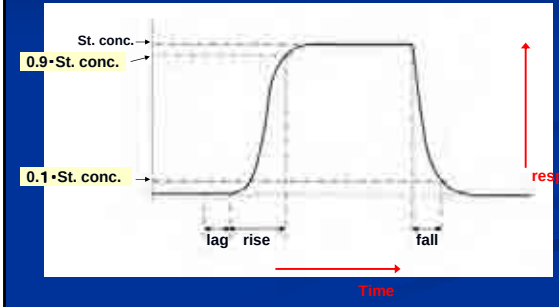
1. Puncte importante la executarea calibrarii

Aparatul de masurat si trasabilitatea

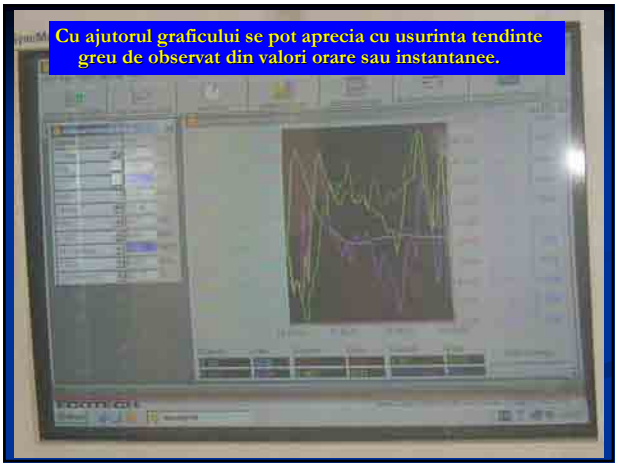
Aparat de masura		Verificare sensibilitate	Trasabilitate folosita ca baza
Determinare componente gaz	SO2 Analyzer NOx Analyzer CO Analyzer	Gaz-standard	Trasabilitatea tarii producatoare a gazului std.
		Dilutor Generator zero-gaz	Trasabilitate de stat (debit)
Determinare componente gaz	O3 Analyzer	Metoda GPT gaz-standard NO, Dilutor	Trasabilitatea oferita de organizatia de certificare a tarii producatorului gazului-std. Trasabilitatea oferita de org. de certificare a statului (debit)
		O3 SRP	SRP al NIST-S.U.A. este larg folosita Recunoastere BIPM
Determinare PM	Filter Sampling	Balanta, Debitmetru-std	Trasabilitate de stat (masa, debit)
	β ray	Calibration foil Debitmetru-std	Trasabilitate de stat (debit)
	TEOM	Greutati(balanta) Debitmetru-std	Trasabilitate de stat (masa, debit)
Masuratori meteo	Anemometru	Tunel aerodinamic Tahometru, torque meter	Trasabilitatea oferita de org. de certificare a statului (debit)
	Maneca de vant	Busola Torque meter	(Atentie la erorile de indicare a nordului)
	Termometru	termometru-std	Trasabilitatea oferita de org. de certificare a statului (temperatura)
	Higrometru	higrometru std.	Trasabilitatea oferita de org. de certificare a statului (umiditate)

Modificarea raspunsului aparatului de masurare la introducerea gazului-standard in aparat

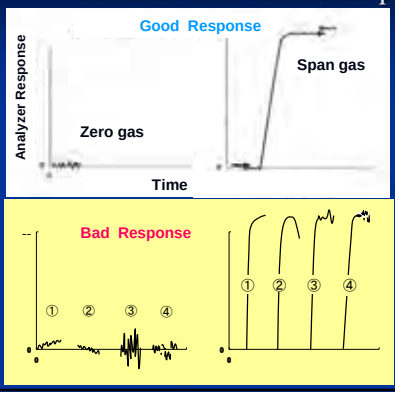
E necesara multa atentie la schimbarea datelor dupa introducerea gazului zero si gazului de span



4



Corectitudinea raspunsului la introducerea gazului standard in analizorul de componente



Intai se face calibrarea pentru gaz-zero si apoi cea pentru span-gaz. Nu invers.

Daca s-a inceput de la corectia cu span-gaz, se va relua corectia de la cea cu gaz-zero.

←In cazul folosirii indelungate, pot aparea raspunsuri incorecte.

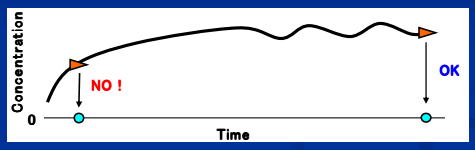
In acest caz, aparatul e avariat si nu trebuie facuta calibrarea.

6

Operatiuni de calibrare interzise

- Nu se incepe calibrarea pana nu se stabilizeaza raspunsul.

Calibrare zero/ calibrare span

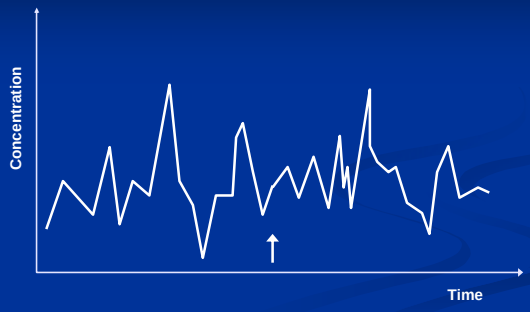


- E anormal sa iasa calibrari prea diferite de cele anterioare

Aparatul de masurare nici nu se va putea recalibra daca diferentele sunt prea mari.

7

Cum se schimba datele masurate dupa corectia cu zero si span



8

Tolerante la calibrare (diferente fata de calibrarea anterioara)

Sensibilitatea analizoarelor automate este remarcabil de stabila.

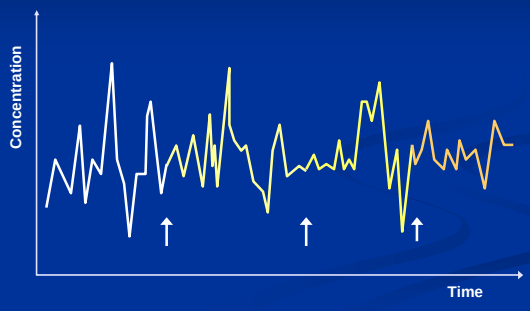
	Calibrare sau nu?	SO_2 NOx O_3 (CO)	Determinarea PM10
Calibration Zero	Nu e necesara	±1 ppb (ppm)	–
	Este admisa	±2 a ±4 ppb (ppm)	±5 a ±10 $\mu g/m^3$
	Este interzisa	Peste ± 4 ppb (ppm)	Cel putin 10 $\mu g/m^3$
Calibration Span	Nu e necesara	±2% FS	
	Este admisa	±2 a ± 10% din scala intreaga	
	Este interzisa	Depasire cu peste± 10% din scala	

Datele de mai sus sunt date orientative folosite in Japonia la mentenanta.

Aceste date nu sunt suficiente pentru a lua decizii!

9

Ce se intampla daca se repeta calibrari incorecte?



10

Puncte importante la calibrare

- La calibrarea zero si span se schimba atat deplasarea de la zero (zero-offset) cat si panta (gain)
  Repetate calibrari incorecte duc gradat la distantarea de datele corecte.
  → E necesar sa se observe zi de zi variatiile numerice, eventual a se introduce intr-un grafic.
- Premisa calibrarii este ca debitul, temperatura, presiunea, etc. sa se afle in limitele admise.
  Analizorul calibrat nu "stie" daca parametrii sunt corecti sau nu!
  → Nu putem sti sigur ca prin calibrare obtinem o situatie corecta.
- Se poate intampla ca pana si o calibrare facuta automat sa nu fie corecta.
- Este important sa se inspecteze zilnic starea de functionare cu prilejul operatiunilor de mentenanta si sa se arhiveze.

11

2. Substante-standard si echipamente folosite la calibrare

1) Echipamente de verificare a sensibilitatii analizoarelor de componente gazoase (SO2, NOx, CO)

Gazul standard

Este in perioada de valabilitate?

Perioada de valabilitate difera de la gaz la gaz functie de tip si concentratie

Dilutor **Influenteaza lungimea scalei de masurare**

Rata de dilutie: Este corect oare controlul debitmetrului de masa?

Exista o plaja de proportii de dilutie cu precizie buna. A nu se folosi proportii de genul 1/10 sau 1/1000.

<Generator zero-gaz> **Influenteaza punctul zero**

Nu cumva oxidantii si absorbantii folositi pentru eliminarea impuritatilor sunt degradati?

Acestia se depreciaza in timp. Este necesara verificarea lor cu gaz N2.

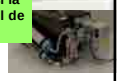
2) Echipamente de verificarea sensibilitatii pt. analizoare de componente gazoase (O3)

- GPT

NO+O3 → NO2+O2 (+NO)

Pentru verificare, se compara concentratia ozonului generat de de dilutor cu cea calculata pe baza concentratiei gazului NO standard.

Se foloseste la calibrarea analizorului de ozon si la verificarea eficientei convertorului din analizorul de NOx.



- SRP (Standard Reference Photometer) by NIST

Standardul primar de ozon din aer

Se calibreaza standardul de transfer O3

SRP se va trimite o data la un an sau doi la NIST-SUA pentru a fi reglat la SRP# 002

13

3) Echipamente de verificare a sensibilitatii PM10

Sampler

Precizia greutatilor de balanta

Administrarea etaloanelor-standard

Debitul din PM10 Inlet este corect? Nu cumva exista scurgeri?

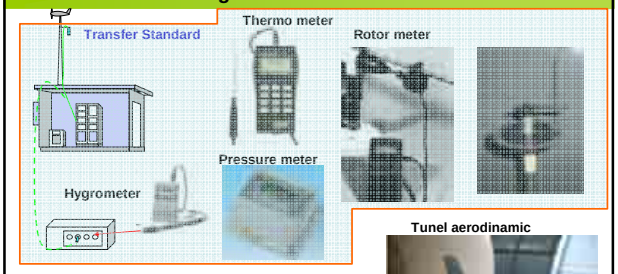
β ray analyzer

Se corecteaza cu Calibration Foil.

Exista schimbari de coeficient de span?

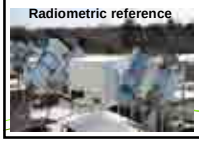
Debitul din PM10 Inlet este corect? Nu cumva exista scurgeri?

4) Echipamente de verificare a sensibilitatii aparatelor de masurare meteorologica



Tunel aerodinamic

Radiometric reference



15

Ce se intampla daca nu sunt respectate conditiile de functionare? De exemplu…

- **Debitul analizorului NOx (O3、Sample)sau presiunea interna din celule**
- **Debitul prelevatorului PM**
- **Intensitatea luminoasa a lampii UV a analizorului O3 sau SO2**
- **Este absolut necesar ca celulele sa fie curate**
  →A nu se neglija inlocuirea filtrului

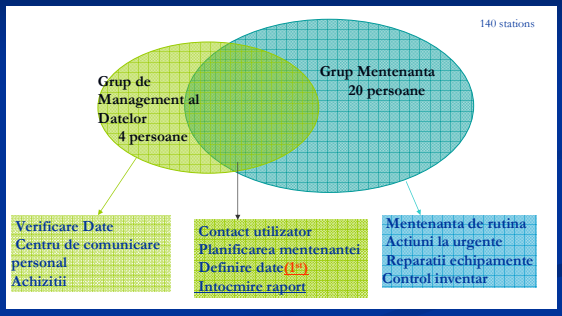
16

3. Inregistrarea operatiunilor de mentenanta

- Operatiuni fundamentale de efectuat zilnic in scopul obtinerii de date de masurare satisfacatoare

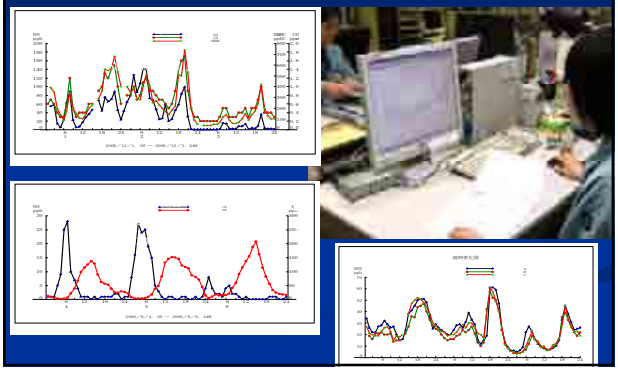
17

Distribuirea sarcinilor in Divizia de Monitorizare



18

Verificarea datelor in fiecare dimineata



Procedura de mentenanta de rutina

start

Verificarea datelor de catre Grupul de Management al Datelor
Confirmarea normalitatii datelor orare din ziua precedenta

Verificarea imprejurimilor
Vreme, surse de poluare, Aspectul constructiei, etc...

Intrare in statie

Verificare echipament auxiliar
Sistemul de distributie (aer, electricitate)
Instalatia de conditionare a aerului, etc.

Verificarea datelor in statie pe grafic sau calculator
Variatia in timp a fiecaruia dintre parametri

Mentenanta, inscriere in Registru
Verificare parametri, schimb filtre, calibrare, etc.

Inainte de plecare
Verificarea conexiunilor tuburior, curatenia cabinei, etc.

Raportare catre superior
Raportarea oricaror evenimente, etc.

sfarsit

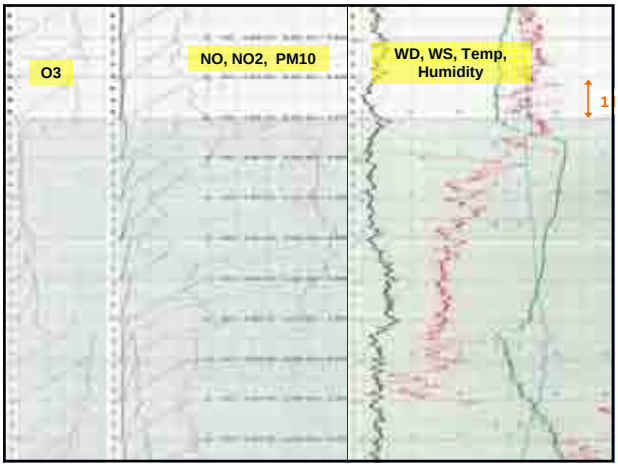
20

Verificarea echipamentelor auxiliare

21

Verificarea datelor la statie

22



Sistemul de obtinere a datelor

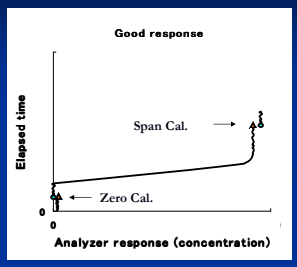
Verificati ca valoarea data de analizor corespunde cu data orara introdusa in logger (inregistrator)!

24

Verificarea conditiilor de functionare

26

Calibrare (cu gaz-standard)



Verificarea stabilitatii, a timpului de raspuns, etc.!

Inregistrarea coeficientilor de zero si span!
(Off set) (Panta)

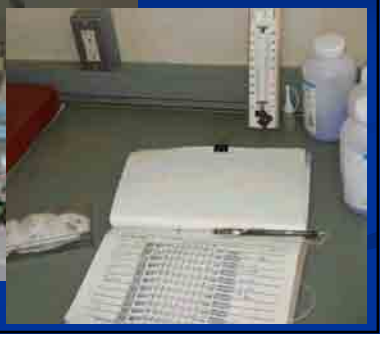
27

Inlocuirea consumabilelor

Filtru hartie PM10 Filtru rulou

28

Filtre uzate / Inregistrare vizitatori



Se vor pastra in fiecare statie.

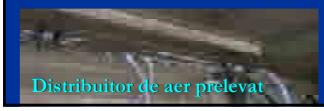
Registru de mententanta (ex. SO2)

Frecventa de intretinere	Intretinere	valori de referinta	Data
de fiecare data	Meniu Instrument Status		
	Debit de gaz (SLPM)	0.4 - 0.7	0.65
	Presiune gaz (Torr) (Presiunea din interiorul celulei)	500 - 800	
	volti de referinta (V) (putere lampa UV)	1.0 - 4.0	
	Ground Offset (diferenta de volti cu impamantare intre placi)	200 - 330	
	tensiune ridicata (PMT) (V)	690 - 710	
	curent alimentare lampa	34 - 40	
	Meniu Preprocesiere Prob (valoare dorita)		
	zero de masurare (Duc electric zero)		
	zero de referinta		
	span de masurare		
	span de referinta		
	Ajustare tensiune ridicata (PMT)		
	ajustare curent lampa UV		
	Temperatura celula	47 - 52	
	Temperatura analizor	15 - 55	
	Temperatura reactor	10	
	Calibrare zero (deviatie 2 ppb)		
	Calibrare span (deviatie 2.5%)		
	Factor zero NO2 (Zero Offset)		→
	Factor span (Instrument Span)		→
1 luna	Schimbare filtre de probe (47 mm Sum)		
	Timer		
	Noise (ppb)		
	Alimentare Analog (V)	12	
	Alimentare digitala (V)	5	
	Verificarea Pacitei zero cu cilindrul de aer zero		
1 an	Schimbare carbon activ		
	Curatarea recipientului cu filtre pentru aer		
	Masurarea puterii de absorbtie a lampii (Bar)		
	Investigarea fluioarei electrolitice (GUV 210 / DEV 5770)		
	Ajustare Current Output (4-20mA)		
	Basic Performance test		
	Inlocuire KECKER		

Mentenanta periodica, Audit

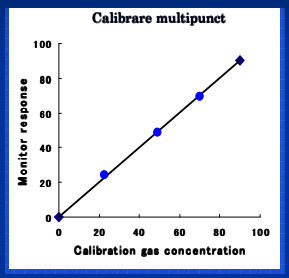
Curatare, Inlocuire parti, Calibrare

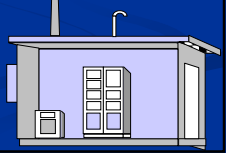
- Articole de intretinut periodic la 3 luni, la 6 luni si la 1 an



31

Test performante de baza, Audit





Verificare prealabila la Grupul de Management Date

Prima definire a datelor, intocmire a raportului

33

Documente de control

- Program Mentenanta (anual, lunar, saptamanal)
- Registru Mentenanta (rutina, periodica)
- Raport de calibrare
- Raport de reparare
- Proces-verbal de sedinta, informatii de la statie
- Raport de eveniment (individual, total)
- Istoric al echipamentelor
- Registru de control al inventarului
- Prima definire a datelor/ Raport de revizie
- Raport lunar, anual, etc.

34

In caz de functionare anormala…

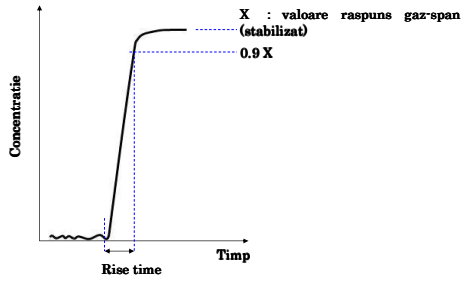
- La statiile de masurare, dupa inspectarea parametrilor echipamentului, se poate introduce gaz standard si observa raspunsul. Gazul standard foloseste deci nu numai la calibrare, ci si la inspectie.
- La centrul de supraveghere a datelor, se inspecteaza datele culese.

  Atunci cand e vorba de o statie izolata se pot verifica variatiile fiecaruia dintre parametri.

  In cazul in care exista alte statii in apropiere, se pot compara parametrii fiecarei statii, verificandu-se daca variatiile lor sunt asemanatoare sau nu.

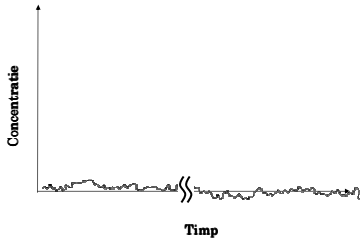
35

Performante de baza care trebuie indeplinite de catre analizoarele automate de componente gazoase (exemplu)



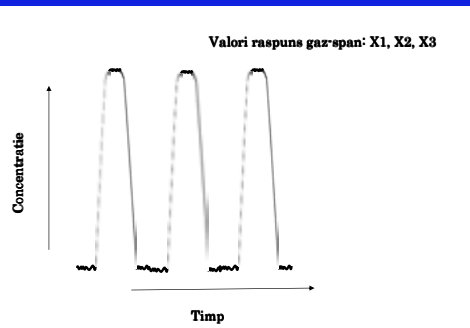
36

Performante de baza care trebuie indeplinite de catre analizoarele automate de componente gazoase (exemplu)



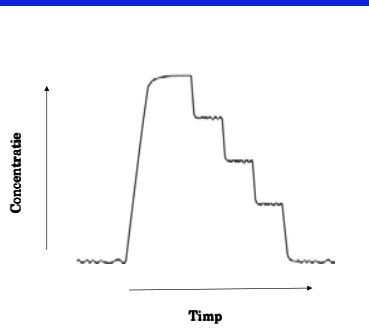
37

Performante de baza care trebuie indeplinite de catre analizoarele automate de componente gazoase (exemplu)



38

Performante de baza care trebuie indeplinite de catre analizoarele automate de componente gazoase (exemplu)



39

Clasificare a evenimentelor
Numarare/ Analiza

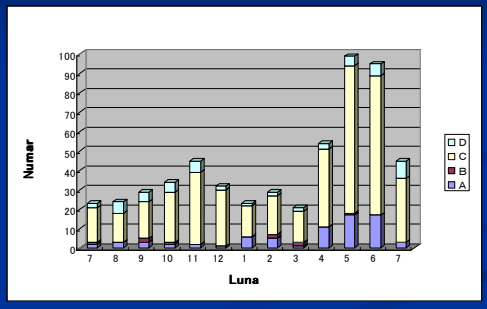
A:Neatentie B:Remediabil C:Neremediabil cu tehnica detinuta actual D:Neremediabil

Classification	City	St. Name	Model No.	Item	Manufacturer	Started da	Staff Former	Staff This time
B	Tokyo	T5		H2 gene	S	2006/4/3	O	O
A	M city	K2	GHC-255	HC	D	2006/4/4	S	S
C	U city	M2	NA-621-01	NOx	K	2006/4/10	A	O
C	T city	T4	HCM-4A	HC	S	2006/4/12	O	O
D	S award	TT	AAMS-4120A	SPM	S	2006/4/13	O	I

Trouble Contents

Troubled data indicated	Trouble points	Cause	Treatments	finished or not	Report generation
異常無し	内部に火花あり	電解液もれ	メーカー修理依頼へ	N	Y
セロ引き	動作停止中	消炎	FIDブロックに隙間手直し水素圧0.12	Y	N
セロ引き	動作停止中	基板故障	メーカー修理依頼へ	N	Y
セロ引き	動作停止中	コンプレッサーホンプ停止	航空公園の停止済み機から部品と	Y	Y
異常無し	プリンタ部印字動作停止	不明	メーカー修理依頼へ	N	Y

Clasificare evenimente
Numar lunar de trimiteri



41

Proprietati ale contaminantilor si materialelor aplicabile prin tubul de prelevare

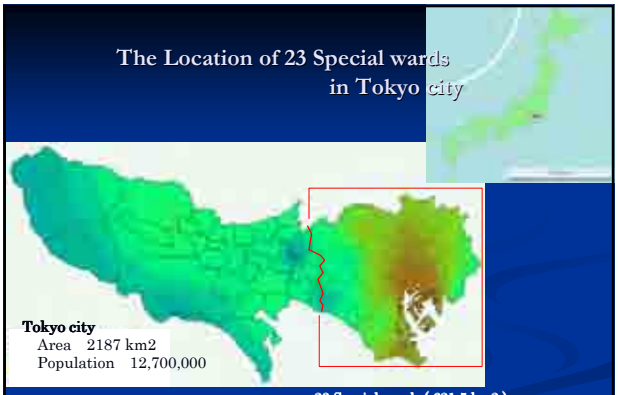
Proprietati ale contaminantului	Substante amestecate	Materialul tubului de prelevare
Nivel de adsorbtie inalt	SO_2, NOx, NMHC	Teflon Sticla de borosilicat
Nivel inalt de descompunere	O_3	
Nivel inalt de pierderi datorate aderentei	SPM	Otel inoxidabil Sticla de borosilicat Clorura de vinil
Absorbtie si dscompunere dificila	CO	Teflon Sticla de borosilicat Clorura de vinil

42

- Multumesc pentru atentie!
- *Thank you for your attention !*
- ご静聴ありがとうございました。

43

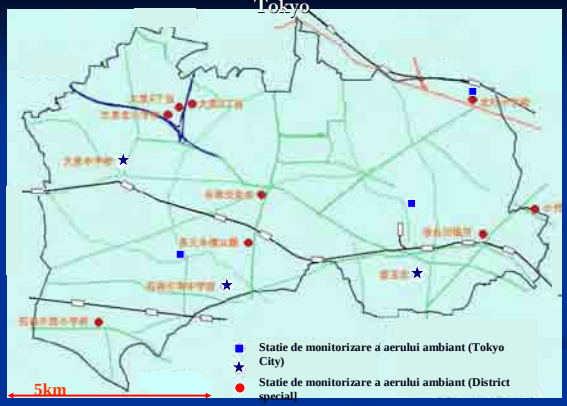
The Location of 23 Special wards in Tokyo city



Tokyo city
Area 2187 km2
Population 12,700,000

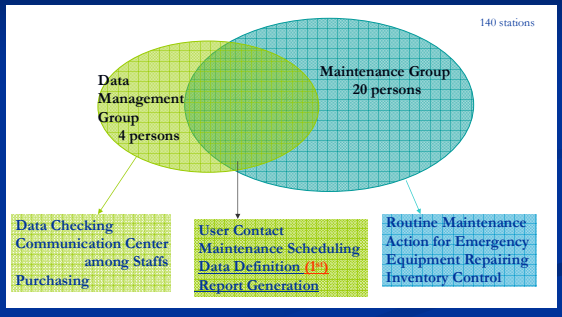
23 Special wards (621.5 km2)
The core and the most populous part of Tokyo city.

44



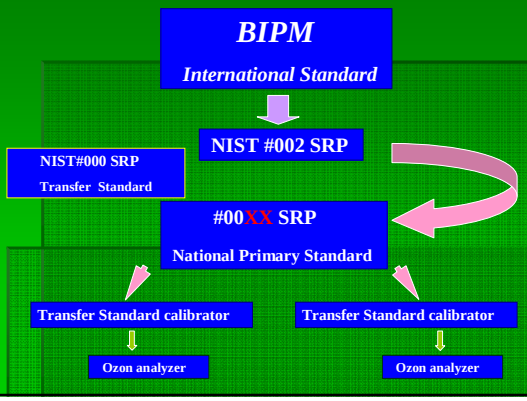
45

Job sharing in Monitoring div.



46

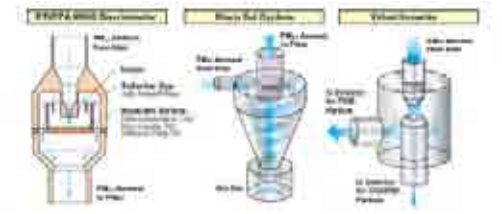
Calibration Scheme of O3 analyzer

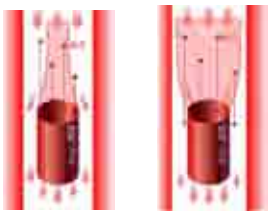


47

O3 Standard photo meter (NIST)

49





50

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841

DIRECȚIA LABORATOARELE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ

PROCEDURA SPECIFICĂ DE LUCRU PENTRU DILUATORUL PORTABIL OGD – 2000 UTILIZAT LA VERIFICAREA ANALIZOARELOR DE CO, NOx, SO_2

COD: PSL 5.4. - 11

APROBAT:

NUME....., Director Executiv

(semnatura)……

ELABORAT:

Nume....., consilier

(semnatura)……

VERIFICAT:

Nume , sef serviciu .....

(semnatura)……

DATA APROBĂRII / APLICĂRII:

Avertisment: Documentul de față este proprietatea **Laboratoarele Naționale de Referință – Serviciul Laborator Aer** aparținând AGENȚIEI NAȚIONALE PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI

Reproducerea şi difuzarea documentului sunt în exclusivitate dreptul ANPM

Copiile sunt numerotate şi controlate.

COD PSL 5.4.-11

Ediția 1/

Revizia 0 /

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Data	Editia/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
				Elaborat	Verificat	Aprobat
		Ed.1/ Rev.0	Elaborat PSL 5.4 -11 in data de Editia 1, Revizia0	Resp. Calit.		Dir. Gen.

Cuprins

1. Scop…….....5
2. Domeniul de aplicare…….....5
3. Documente de referință…….....5
4. Definiții şi prescurtări 6

4.1Definiții.....6

4.2.Prescurtări.....6

8. Întreținerea periodică.....23

8.1 Înlocuirea şi întreținerea consumabilelor, controlul deşeurilor.....23

9. Norme privind tehnica securității în muncă.....24

10. Responsabilități.....24

10.1. Şef Laborator.....24

10.2. Responsabilul de încercare.....25

11. Înregistrări…….26

12. Anexe ……...26

1. SCOP

Prezenta procedură prezintă modul de utilizare a diluatorului portabil OGD - 2000 folosit la verificarea şi etalonarea analizoarelor de CO, NOx, SO2 din Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

Scopul acestei proceduri este de a utiliza corect diluatorul portabil OGD - 2000 în vederea etalonarii analizoarelor de CO, NOx, SO_2 , folosite la măsurarea concentrației standardelor de transfer (butelii de CO, NO, SO_2), cu care se realizează trasabilitatea în RNMCA.

2. DOMENIUL DE APLICARE

Procedura se aplică la verificarea analizoarelor de CO, SO_2, NO_x, conform standardelor europene pentru determinarea CO, SO_2, NOx, în Laboratorul de etalonare din cadrul Serviciului Laboratorului de Aer.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

1.SR EN ISO/CEI 17025/2005: Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări şi etalonări

2. SR EN 14626/2005 Metoda standard de măsurare a concentrației de monoxid de carbon prin spectroscopie în infraroşu nondispersivă

3. SR EN 1412/ 2005 Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de sulf prin fluorescență în ultraviolet

4. SR EN 14211/ 2005 Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de dioxid de azot şi monoxid de azot prin chemiluminescență

5. Manualele de operare ale aparatelor

4. DEFINIȚII ŞI PRESCURTĂRI

4.1. Definiții

Etalonare: comparare a răspunsului analizorului la o concentrație cunoscută a gazului cu o incertitudine cunoscută.

Abatere de liniaritate: deviația maximă de la dreapta de regresie liniară a mediei unei serii de măsurări la aceeaşi concentrație.

Domeniu de certificare: domeniul de certificare pentru care este validat analizorul.

Trasabilitate: proprietatea rezultatului unei măsurători sau valoarea unui standard / etalon prin care aceasta poate fi raportată la referințe stabilite, printr-un lanț neântrerupt de comparări toate având incertitudini stabilite, de obicei standarde naționale sau internaționale.

4.2 Abrevieri

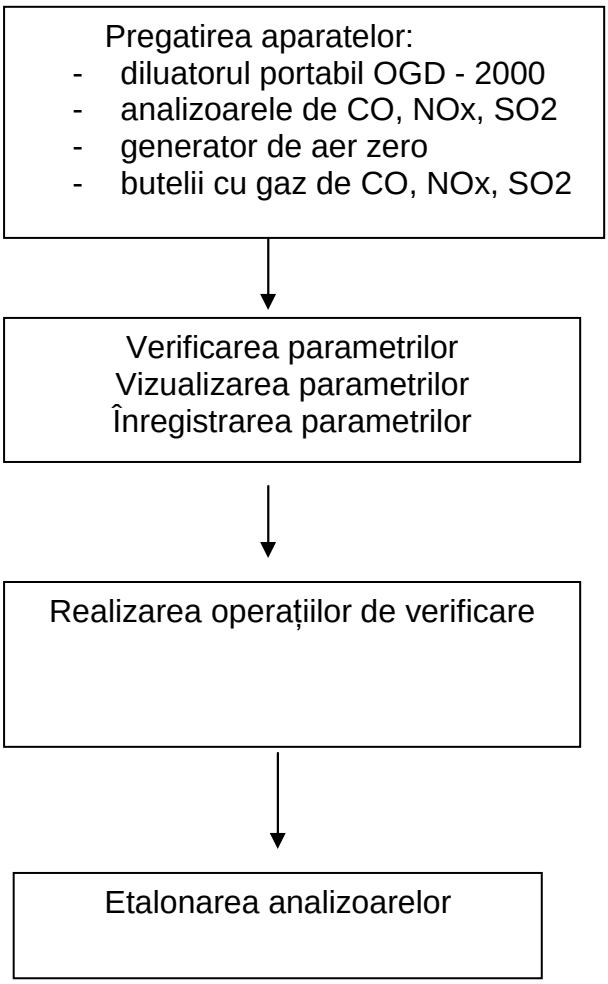
FL – formular de lucru

IL – instrucțiune de lucru

RNMCA – rețea națională de monitorizare a calității aerului

5. DIAGRAMA DE FLUX

5.1. Diagrama de flux a procesului de lucru



6. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

6.1. Principiul de funcționare al diluatorului portabil OGD - 2000

Diluatorul portabil OGD – 2000 este un aparat utilizat pentru diluarea gazului de concentrație mare, operație necesară pentru etalonarea analizoarelor de CO, SO2 şi NOx, verificarea liniarității şi a deviației de span a acestora dar şi pentru titrarea în fază gazoasă (GPT) utilizată la verificarea eficienței convertorului analizorului de NOx.

Principiul de funcționare este următorul: se introduc gazul standard de concentrație ridicată şi aerul zero la debite controlate de către regulatoare de debite (MFC) pentru a se obține la concentrația dorită. Cu amestecul de gaz obținut, se alimentează analizorul în vederea efectuarii calibrarii sau a verificărilor necesare.

Echipamentul utilizează o metodă de control al debitului cu debitmetre de masă, astfel că se poate efectua etalonarea fără a fi necesare precauții privitoare la condițiile mediului înconjurător, precum temperatură sau presiunea în locul unde se efectuează etalonarea.

6.2. Aparatură şi materiale necesare

- Diluatorul portabil OGD – 2000
- Analizor
- pompă
- Sursă de gaz zero: compresor, generator pentru gaz zero
- Sursă de gaz etalon:butelii cu gaz etalon SO2 , CO, NOx
- Sistem de dilutie OGD 2000 (doar pentru stațiile care au butelii cu concentrație mare)
- Tuburi de teflon, fitinguri
- **Filtru cu cărbune activ şi cu purafil** pentru aer zero
- Filtru particule (poziționat în spatele analizorului)

6.3. Descrierea aparaturii utilizate

6.3. 1. Diluatorul portabil OGD – 2000

Diluatorul portabil OGD – 2000 este un aparat care are in interior două debitmetre (MFC1 pentru aer zero şi MFC 2 pentru gaze) care controlează debitul aerului zero şi a gazului , o cameră de amestec, una de reacție, un generator de ozon pentru GPT, trei electrovalve care prin deschiderea lor permit pătrunderea gazului. In figura 1 de mai jos este prezentată schema generală a Diluatorului portabil OGD – 2000.

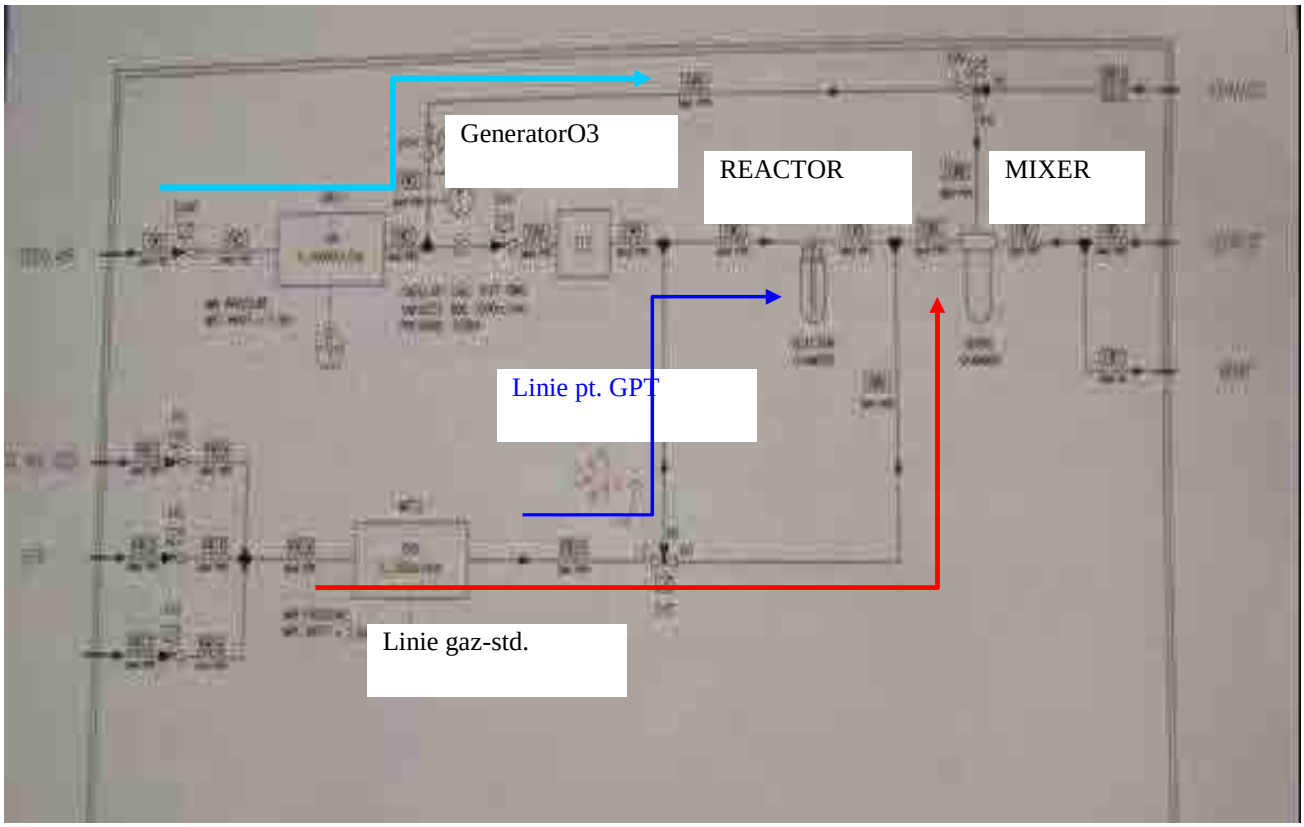


Fig. 1 Schema generală a Diluatorului portabil OGD – 2000

În cazul când se diluează doar gazul standard din butelii, conform schemei aerul zero trece prin traseul de culoare bleu, iar gazul standard prin cel de culoare roşie. O parte din aerul zero iese pe la racordul **Exhaust** iar cealaltă parte merge în camera de amestec unde are loc diluarea gazului standard, apoi iese pe la racordul **Output** pentru a intra în analizor.

In cazul calibrării analizoarelor de ozon, este nevoie să fie generat ozon. Se poate genera concentrația de ozon dorită prin reglarea intensității luminoase a lămpii UV a generatorului de ozon (traiectul galben). In acest caz nu mai este nevoie de gaz din butelii şi trebuie închise porturile GAS 1,2 şi 3. Gazul ozon generat va fi diluat cu gazul-zero venit de pe linia desenată în culoarea bleu şi introdus în analizorul de ozon prin **Output**.

Dilutorul mai poate fi folosit şi pentru titrarea în fază gazoasă (GPT). Procedura în acest caz este de a pune în reacție chimică gaz NO de concentrație cunoscută cu gaz ozon de concentrație necunoscută şi să calculeze concentrația inițială a ozonului din concentrațiile gazelor NO şi NO2.

Această metodă permite determinarea cu precizie a cantității de ozon generate, ozonul putând fi folosit la calibrarea de analizoare de ozon. Pe lângă aceasta, prin ghidarea gazului NO2 simultan generat către un analizor de NOx se poate încerca determinarea experimentală a eficienței convertorului NO2- NO încorporat în analizorul de NOx. In cazul titrării în fază gazoasă, se vor folosi traseiele albastru, galben şi bleu, iar temperatura din spațiu de operare a aparatului trebuie să fie menținută temperatura constantă, deoarece intensitatea radiației furnizate de lampa de ozon este puternic influențată de condițiile de temperatură din jurul acesteia.

Comutarea traseelor pneumatice se poate face prin comutarea valvelor electromagnetice, care se operează manual cu ajutorul butoanelor aflate pe partea frontală a aparatului.

6.3.2. Analizoare

Cu ajutorul acesrtui diluator pot fi etalonate sau verificate analizoarele de CO, SO2 sau NOx.

1. Analizor de CO

Analizorul de monoxid de carbon ML 9830B utilizează o metoda de măsurare a concentrației de monoxid de carbon prin spectroscopie în infraroşu nondispersivă.

Diagramei generală a analizorului este prezentată in din fig.2.

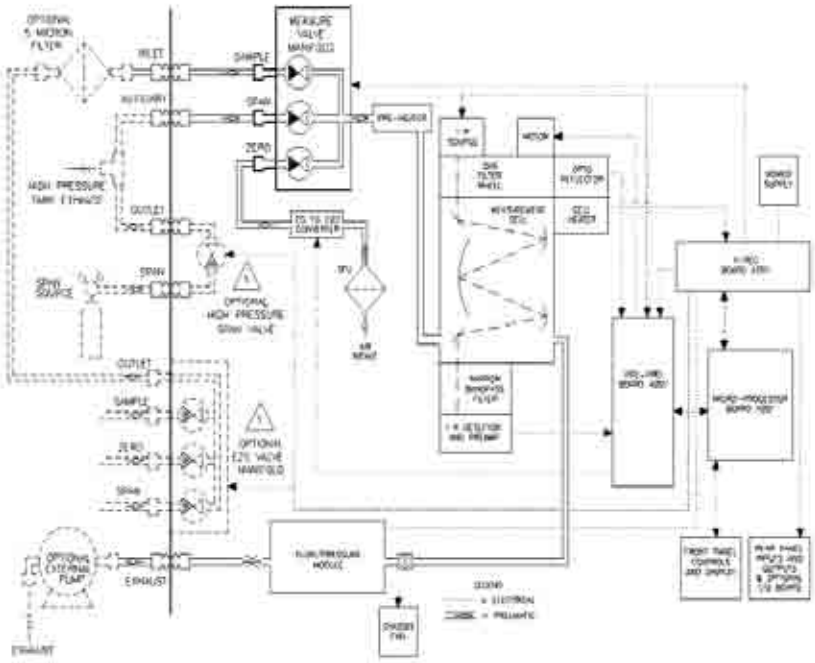


Fig. 2 Diagrama generală a analizorului

2. Analizor de SO_2

Analizorul de dioxid de sulf ML 9850B utilizează o metodă standardizată pentru măsurarea concentrației prin fluorescență în ultraviolet.

Diagrama analizorului este prezentată în figura 3.

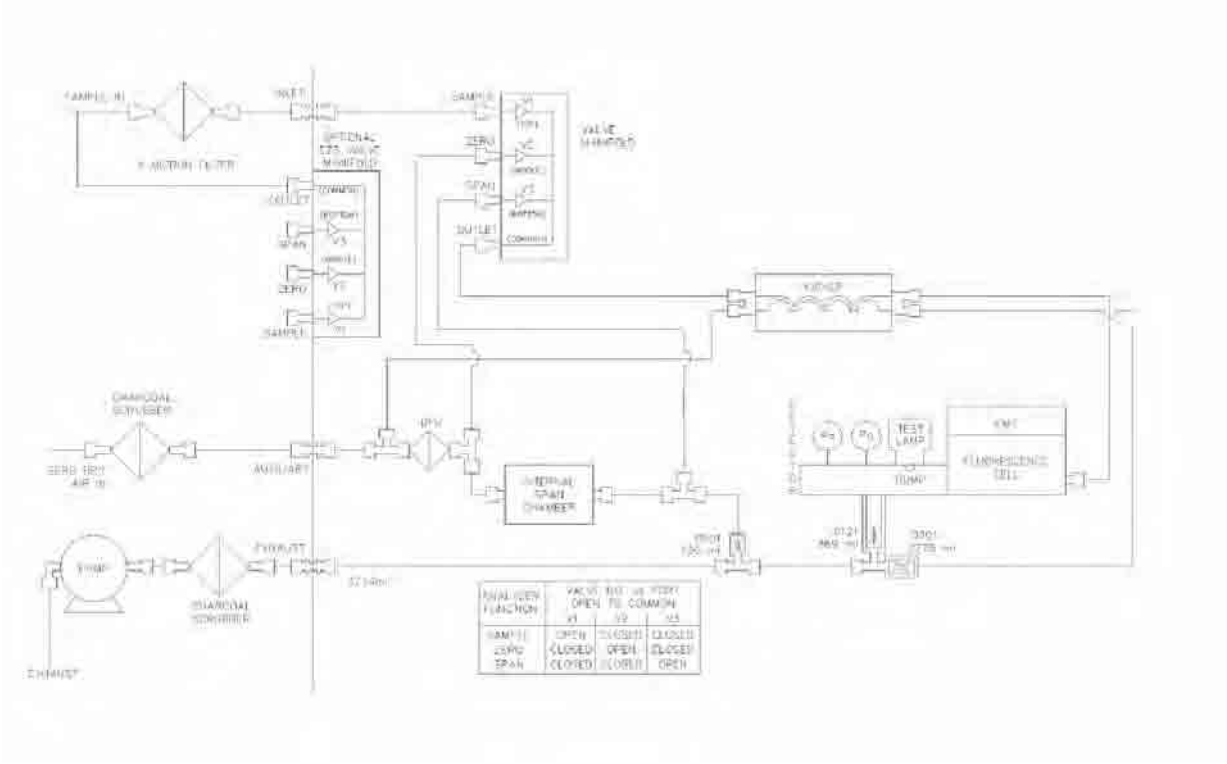


Fig. 3 Diagrama generală a analizorului

3. Analizor de NO_X

Analizorul de oxizil de azot ML 9841B utilizează o metodă standardizată pentru măsurarea concentrației prin chemiluminescență.

Diagrama analizorului pentru determinarea oxizilor de azot este prezentată în figura 3.

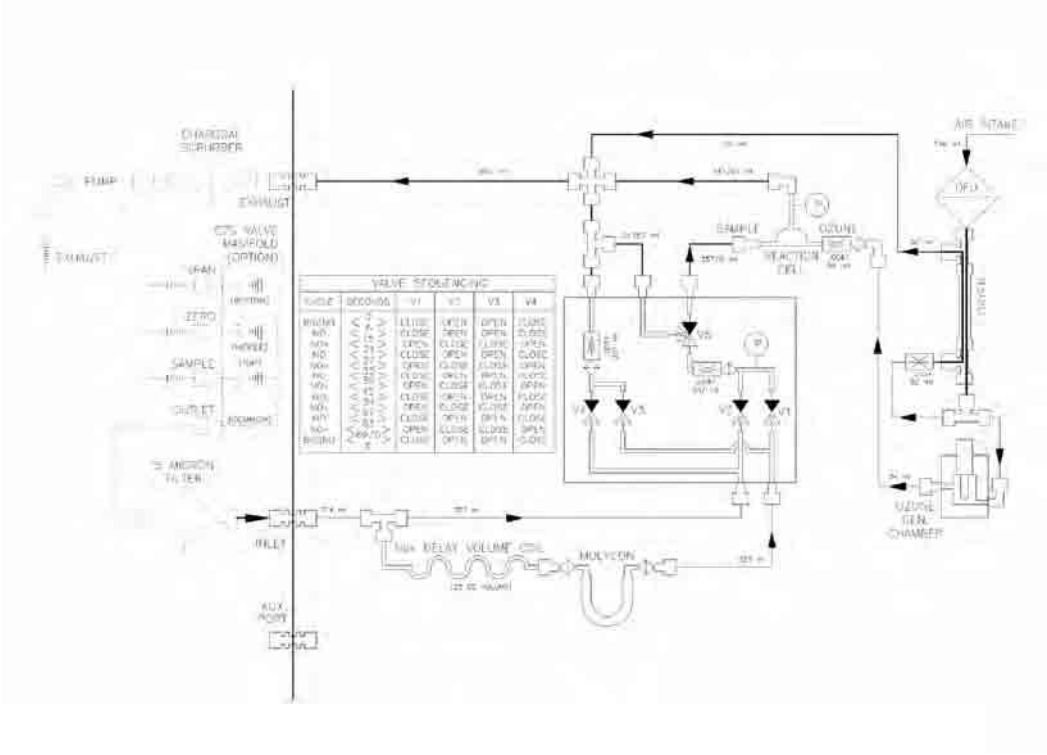


Fig.4 Diagrama analizorului ML 9841B pentru determinarea oxizilor de azot

6.3.3. Pompa

Pompa externă produce un vid puternic pentru a menține un flux constant şi condiții de măsurători optime a instrumentului. Natura reacției de chemiluminiscență necesită prezența unui vid puternic în celula de reacție astfel încât măsurătoarea să fie satisfăcătoare.

6.3.4. Generator de aer zero cu compresor pentru furnizarea gazului de aer zero necesar diluatorului portabil OGD - 2000 pentru diluarea gazului de concentrație mare utilizat la verificarea la capăt de scală a analizoarelor de CO, SO_2, NOx. Aerul zero se mai utilizează şi pentru verificarea de zero a analizorului de ozon.

6.3.5. Materiale, reactivi şi gaze etalon

Trasee, tubulaturi, fitinguri

Materialele folosite pentru trasee, tubulaturi trebuie să fie din materiale inerte care să nu interfereze cu proba cum ar fi cele din teflon ori sticlă borosilicată. Verificați dacă nu există particule materiale colectate

în tuburi şi efectuați curățarea acestuia. Toate fitingurile şi garniturile trebuie să fie din teflon sau oțel inoxidabil.

Filtru de particule: montat la intrarea în analizor a probei de gaz etalon.

Filtru cu cărbune activ şi cu purafil: se foloseşte la curățarea aerului zero produs de generatorul de aer zero pentru etalonarea de zero/ span a analizorului. Se montează pe

tubul pe care iese aerul zero de la generatorul de aer zero înainte de a intra în analizor.

Gaze etalon: sunt butelii cu concentrații cunoscute de CO, NO, SO_2 trasabile la standardele naționale folosite pentru verificarea etalonării.

Aer zero: este produs cu ajutorul generatorului de aer zero şi este necesar pentru realizarea etalonării.

6.4. Pregătirea aparaturii

Pregătirea aparatelor presupune o serie de operații preliminare cum ar fi: pornire, verificarea parametrilor de funcționare şi realizarea conexiunilor aferente conform instrucțiunilor de lucru specifice.

6.4.1.Pregătirea diluatorului portabil OGD – 2000

Se verifică în FL-laborator -01 Formular de inregistrare a operațiilor de **verificare şi** întreținere a aparaturii dacă regulatoarele de debit ale diluatorului portabil au fost verificate în ultimele 6 luni şi rezulatele acestor verificări. Dacă verificarea nu a fost realizată in acest interval, se realizează conform IL::::Instrucțiuni de lucru pentru verificarea regulatoarelor de debite pentru diluatorul portabil

6.4.2. Pregătirea analizoarelor de CO, NOx, SO2

Se verifică parametrii analizorului şi se notează în FL -01- Formular de verificare parametrilor de funcționare ai analizorului Dacă se constată că valorile parametrilor ies din valorile indicate de manual se anunță personalul de întreținere şi operația se realizează după ce aparatul a fost reparat.

6.4.3. Pregatirea generatorului de aer zero

Se verifică în FL-laborator -01 Formular de inregistrare a operațiilor de **verificare şi** întreținere a aparaturii dacă convertorul şi filtrele de cărbune activ şi purafil au fost înlocuite în perioada recomandată.

6.5. Realizarea activităților

6.5.1 Etalonarea analizoarelor de CO, NOx, SO_2

Etalonarea analizorului se realizează prin compararea concentrației indicate de analizor cu concentrația gazelor standardizate de concentrații cunoscute.

La 1 lună se efectuează o etalonare a analizorului cu un standard certificat şi după operațiile de înreținere şi reparație a analizorului.

Concentrația care se foloseşte este de cca.70 - 80% din domeniul de certificare.

Puritatea gazului zero este mai mică decât limita de detectare a analizorului

Pentru etalonarea analizorului se fac următoarele măsurători:

- etalonarea de zero
- etalonarea de capăt de scală (span)

Operatila se realizează conform IL... Efectuarea operației de etalonare (calibrare) a analizoarelor

6.5.2. Verificarea liniarității

Se acceptă încercarea abaterii de liniaritate la o specificație mai mică (de exemplu ± 6 % din valoarea măsurată). Dacă analizorul nu trece această specificație, acesta trebuie înlăturat din amplasament, abaterea de liniaritate supunându-se mai departe unei verificări mai riguroase.

Abaterea de liniaritate a analizorului trebuie încercată folosind următoarele concentrații: 0 %, 20 %, 60 % şi 95 % din domeniul maxim certificat. La fiecare concentrație (inclusiv zero) trebuie efectuate cel puțin două citiri individuale.

Frecvența încercării:

După instalare şi după reparație, analizorul trebuie încercat în decurs de un an; dacă rezultatul acestei verificară este ≤ 2,0 % din valoarea măsurată, următoarea încercare trebuie efectuată într-un interval de 3 ani; dacă rezultatul este > 2,0 % dar ≤ 6,0 % analizorul trebuie retestat într-un interval de un an; dacă rezultatul este > 6,0% trebuie luate măsurile corespunzătoare.

Modul de lucru este descris în **IL... Efectuarea operației de verificarea liniarității a analizoarelor.** Incercarea se înregistrează în registrul stației în formularul FL-stație -01 -*Formular de inregistrare a a verificărilor aparaturii*

6.5.3. Verificarea deviației de span pe termen scurt

După stabilizarea analizorului, se înregistrează 20 de măsurări individuale, la concentrația de capăt de scală. Din aceste 20 de măsurări se calculează media pentru capăt de scală. Se repetă operația după 12 ore. Se calculează deviația cu formula:

$$D_{s,s} = \left(C_{s,2} - C_{s,1}\right) - D_{s,z}$$

unde

Ds,s deplasarea după 12 ore la capăt de scală (μmol/mol);

Cs,1 este media măsurărilor gazului de capăt de scală la începutul perioadei de deplasare (exact după calibrare) (μmol/mol);

Cs,2 este media măsurărilor gazului de capăt de scală la sfârşitul perioadei de deplasare (12 ore) (μmol/mol).

Modul de lucru este descris în **IL... Efectuarea operației de verificarea deviației de span pe termen scurt a analizoarelor.** Incercarea se înregistrează în registrul stației în formularul FL-stație -01 -*Formular de inregistrare a a verificărilor aparaturii*

6.5.4. Verificarea eficienței convertorului prin titrare în fază gazoasă (GPT)

Procedura în acest caz este de a pune în reacție chimică gaz NO de concentrație cunoscută cu gaz ozon de concentrație necunoscută şi să calculeze concentrația inițială a ozonului din concentrațiile gazelor NO şi NO2.

Această metodă permite determinarea cu precizie a cantității de ozon generate, ozonul putând fi folosit la calibrarea de analizoare de ozon. Pe lângă aceasta, prin ghidarea gazului NO2 simultan generat către un analizor de NOx se poate încerca determinarea experimentală a eficienței convertorului NO2-NO încorporat în analizorul de NOx.

Modul de lucru este descris în **IL... Efectuarea operației de verificare a eficienței convertorului analizorului de NOx prin titrare în fază gazoasă (GPT)**

6.5.5. Viteza de răspuns

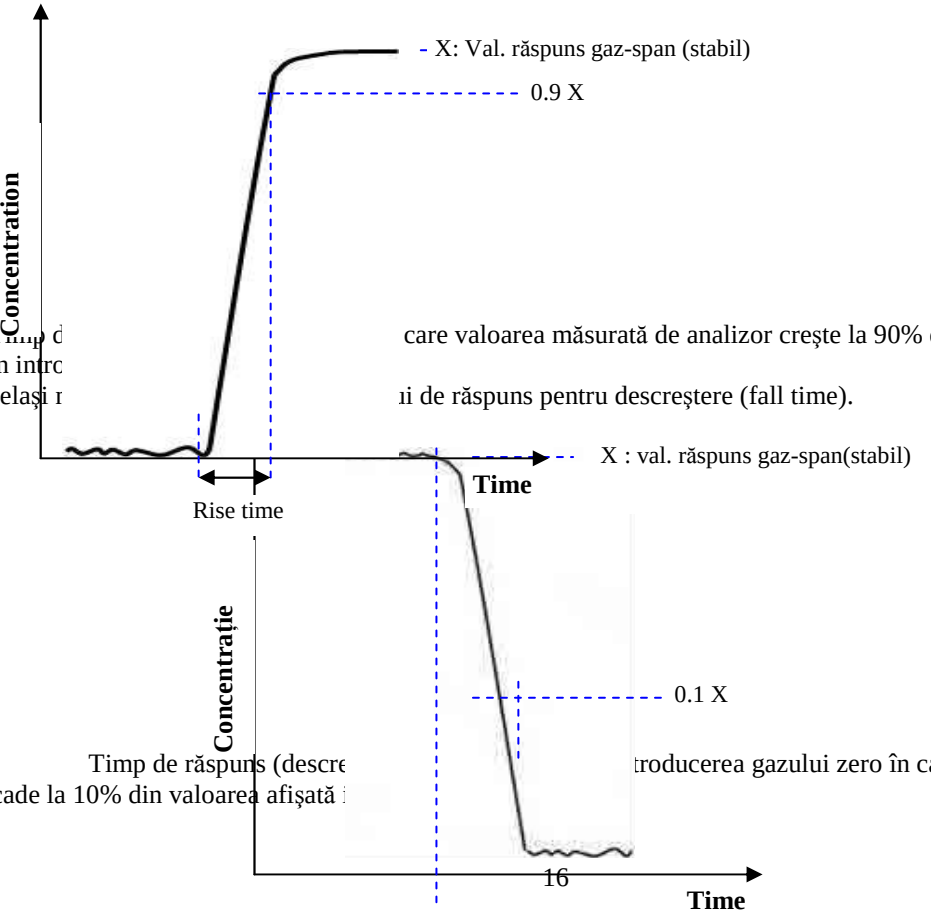
Precedura de introducere a gazului atunci când se doreşte culegerea de date pentru timpul de răspuns (creştere)
(considerăm o concentraţie a gazului introdus de 200 ppb)

① Se generează gaz-standard din calibrator la valoarea teoretică de 200ppb.
② Se introduce gazul în analizor şi se înregistrează cu acurateţe valorile măsurate până la stabilizare. Apoi, se calculează 90% din această valoare (de ex., pentru o valoare a răspunsului stabil de 195ppb, 90% va fi 175.5ppb)
③ Se deconectează linia de gaz-standard de la analizor, conntinuându-se însă să se genereze gaz de la calibrator.
④ Imediat după aceasta se alimentează gaz-zero de la butelia de N2 către analizor (nu sub presiune, ci printr-o valvă astfel încât excedentul de gaz să poată ieşi). Rezultatul este că răspunsul analizorului va coborâ imediat la zero.
⑤ Se pregăteşte un cronometru.
⑥ Se conectează linia de gaz-standard la analizor. Se porneşte cronometrul. Valoarea răspunsului creşte rapid.

Când răspunsul ajunge la 177.5ppb se opreşte cronometrul şi se citeşte timpul. Acesta este timpul de răspuns după normativele UE.

Viteza de răspuns variază în mod normal după concentraţia gazului introdus, creşterea fiind rapidă pentru concentraţii înalte şi lentă pentru concentraţii joase.

Viteza depinde şi de principiul de măsurare şi de proiectare fiecărui echipament, fiind mai rapid pentru analizoarele de CO şi O3 şi mai lent pentru analizoarele de SO2 şi NOx. Pentru compararea răspunsurilor analizoarelor de acelaşi tip, măsurarea se face mai uşor în cazul în care se stabilesc dinainte nişte concentraţii pentru gazul introdus.



Timp d care valoarea măsurată de analizor creşte la 90% din valoarea concentraţiei gazului span intro

In acelaşi r ıi de răspuns pentru descreştere (fall time).

Timp de răspuns (descre troducerea gazului zero în care valoarea măsurată de analizor scade la 10% din valoarea afişată

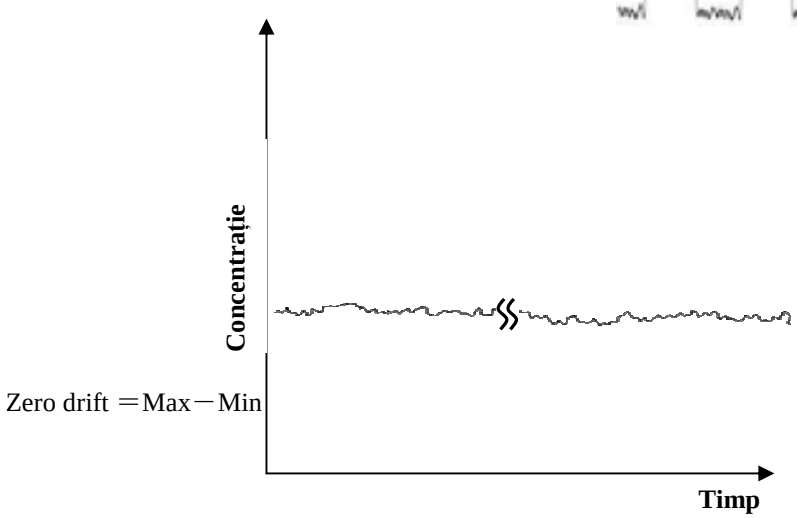
6.5.6. Precizia la repetare

Se introduce gaz de mai multe ori şi se apreciază precizia după diferența dintre ele.

Valoarea răspuns pt. gaz-span: X1, X2, X3

ariația în jurul zero (zero-drift)

Se introduce gaz-zero pentru un interval mai lung (ex ıză valoarea variației răspunsului imediat după introducerea gazului cu cea imediat dina



6.5.7.. Verificarea şi întreținerea preventivă a analizoarelor

Întreținerea preventivă are ca scop funcționarea corectă a analizorului, precum şi creşterea duratei de viață a acestuia.

Operațiile de întreținere preventivă şi reparații precum şi perioadele recomandate pentru efectuarea acestora sunt prezentate în procedurile specifice de lucru ale analizoarelor.

Efectuarea operațiilor de întreținere preventivă se face de către firma de service cu excepția unor operații care se efectuează de către operatorul laboratorului conform instrucțiunii IL - laborator -01 Instrucțiuni de

lucru privind efectuarea operațiilor de întreținere preventivă şi se înregistrează în registrul laboratorului în formularul FL - laborator -01 Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare.

Raportul elaborat de firma de service, se păstrează în registrul laboratorului.

7. Întreținerea periodică

Prezentul aparat nu conține elemente consumabile care să necesite înlocuire. Privitor la curățirea aparatului, este de ajuns să se facă operațiunea de purjare la fiecare folosire.

Referitor la deşeuri, prezentul aparat nu conține elemente consumabile, deci controlul deşeurilor nu este necesar.

În vederea bunei desfăşurări a activității, la sfârşitul fiecarui an responsabilul de analiză întocmeşte necesarul de consumabile necesare desfăşurării analizei (reactivi, filtre, sticlărie, butelii, MRC, materiale diverse) şi îl transmite şefului de laborator în vederea întocmirii referatelor de necesitate şi bugetului pentru anul care va urma.

Necesarul de piese de schimb este cuprins în contractul de mentenanță încheiat pentru fiecare echipament şi este exclusiv în sarcina firmei prestatoare de servicii

8 RESPONSABILITĂȚI

8.1. Şef de laborator

8.1.2 Verifică modul în care sunt aplicate prevederile prezentei proceduri specifice de lucru şi ale instructiunilor de lucru
8.1.3 Verifică periodic datele care se operează în documentele de înregistrare: caiete de lucru, registru de prelevare probe, registru de inregistrare probe
8.1.4. Verifica si semneaza rapoartele de incercare
8.1.5. Urmareşte programul de etalonare, de mentenanță şi verificare metrologică
8.17. Urmareşte modul de lucru în timpul efectuării analizelor

8.2. Responsabil analiză/încercare
1 Pregateste aparatura pentru efectuarea analizei
2 Efectueaza analiza si inregistreaza proba in registrul de analiza,
3 Întocmeşte rapoarte de incercare
4. Asigura ordinea si curatenia la locul de munca
5. Isi insusesc si respecta prevederile prezentei proceduri specifice de lucru si ale instructiunilor de lucru

6. Aduc la cunostinta sefului de laborator orice neconformitate aparuta in activitate, precum si orice disfunctionalitate aparuta in functionarea aparaturii de laborator.
7. Respectă normele de protecție şi securitate a muncii

8.3. **Responsabil calitate**
8.3.1 Difuzează prezenta procedură
8.3.2 Gestionează originalul procedurilor
8.3.3 Asigură respectarea prevederilor procedurii din punct de vedere al sistemului de management implementat.

8.4 Responsabil metrologie
8.4.1 Menține legătura cu firma care asigură verificarea metrologica a aparatelor

9. Norme privind tehnica securității în muncă

1.Cablurile electrice trebuie sigilate şi protejate pentru a nu exista pericol de electrocutare.

2.Folosirea prizelor şi a prelungitoarelor cu împământare pentru evitarea producerii scurtcircuitelor.

3.Respectarea instrucțiunilor de lucru şi a măsurilor de protecție pentru buteliile de gaz la utilizarea acestora.

4.Verificarea etanşeității conexiunilor de la butelii, analizor, calibrator, pompă pentru a nu avea scăpări de gaze în camera de lucru.

5.Verificarea conexiunilor pneumatice, dacă sunt efectuate în conformitate cu diagramele şi în conformitate cu ceea ce indică manualul de utilizare a analizorului. Conexiunile trebuie să fie strânse bine.

6.Folosirea de plăcuțe de identificare care să permită recunoaşterea fiecărei componente din circuitul pneumatic şi electric.

7.Buteliile vor fi depozitate în locuri bine ventilate şi vor fi fixate bine pentu a se evita răsturnarea lor.

8.Dacă se utilizează buteliile, transportul şi utilizarea acestora trebuie făcute cu mare atenție. Acestea au o presiune ridicată în interior şi manipularea acestora trebuie să se facă cu foarte mare atenție. Dacă butelia cade accidental şi se rupe robinetul, aceasta poate exploda.

9.Regulatorul de presiune se va racorda la butelie prin fixarea colierului şi strângerea şurubului de presiune

10.Garnitura de etanşare dintre robinetul buteliei şi reductorul de presiune trebuie

să fie în stare ireproşabilă. Verificarea garniturii se va face prin deschiderea robinetului buteliei şi apoi prin închiderea acestuia. Presiunea afişată pe manometru trebuie să fie constantă. În cazul în care presiunea scade, garnitura de etanşare trebuie înlocuită.

11. La deconectarea regulatoarelor de presiune de pe butelii se verifică dacă robinetul buteliei este bine închis şi dacă a fost eliminat tot gazul din regulator, urmărind ca indicațiile manometrelor să fie zero. Se fixează cheia franceză cu partea fixă în jos.

Atenție! Pentru evitarea accidentelor nu trebuie să se afle nici o persoană pe direcția de ieşire a gazului din butelie. Persoana care demontează regulatorul de presiune trebuie să fie poziționată lateral față de direcția de ieşire a gazului.

11. Inregistrări

Nr. crt.	**Denumire înregistrare**	**Cod document**	**Persoana care efectuează înregistrarea**	**Loc de arhivare-durată (ani)**
1.	Formular de înregistrare a operațiilor de verificare şi întreținere a aparaturii din laboratorul de etalonare	FL- laborator -01		Laborator……/5 ani
2.	Formular de înregistrare a operațiilor de etalonare	FL- laborator -02		Laborator……/5 ani
3.	Formular de solicitare intervenție tehnica	FL-laborator -03		Laborator...../5 ani
4.	Formular de verificare a parametrilor de funcționare ai analizorului de CO ML 9830B	FL -05 -01		Laborator...../5 ani

5.				

12. Anexe

Nr. Crt.	**Denumire înregistrare**	**Cod document**	**Loc de arhivare-durată (ani)**
1.	Instrucțiuni de lucru de punere în funcțiune a analizorului ML 9830B	IL 05 – 01	Laborator……/5 ani
2.	Instrucțiuni de lucru pentru conectarea și pornirea sistemului de etalonare	IL 05 - 02	Laborator……/5 ani
3.	Instrucțiuni de lucru pentru realizarea etalonării analizorului	IL 05 - 03	Laborator...../5ani
4.			

Instructiuni de folosire a dilutorului EDA 2000 (Ver.2)

Cuprins

1. Scop şi domeniu de aplicare 1
2. Generalităţi 2
   2.1 Specificaţii 2
   2.2 Structura sistemului 4
3. Secvenţa operaţiunilor 5
4. Pregătire 5
   4.1 Conectare 5
      4.1.1 Conexiunile electrice 5
      4.1.2 Conectarea conductelor 6
   4.2 Pornire 8
      4.2.1 Trecerea comutatoarelor pe poziţia „pornit” 8
      4.2.2 Incălzirea aparatelor 8
      4.2.3 Pornirea aplicaţiei software 8
5. Operare 9
   5.1 Setare 9
      5.1.1 Buteliile de gaz-standard 9
      5.1.2 Generator gaz-zero 9
      5.1.3 Dilutor, computer 9
      5.1.4 Analizoare 14
   5.2 Inregistrarea datelor 15
      5.2.1 Inregistrarea în regim de test automat 15
      5.2.2 Inregistrarea în regim de test manual 16
   5.3 Testarea performanţelor analizoarelor 19
      5.3.1 Linia de calibrare 19
      5.3.2 Test de background 21
      5.3.3 Testarea limitei inferioare de detecţie 21
      5.3.4 Testarea influenţei perturbatorilor 21
      5.3.5 Testarea deviaţiei de zero (zero-drift) 22
      5.3.6 Testarea deviaţiei la capătul de scală (span-drift) 22
      5.3.7 Testul de repetabilitate 23
      5.3.8 Testarea vitezei de răspuns 23
      5.3.9 GPT (Titrarea în fază gazoasă) 25
   5.4 Operaţiunile de terminare 27
      5.4.1 Purjarea 27
      5.4.2 Oprirea analizoarelor automate 27
      5.4.3 Generatorul de gaz-zero, compresorul, buteliile de gaz-standard 28

5.4.4 Oprirea dilutorului şi a computerului, buteliile de gaz-standard 28
6. Ordonarea datelor 28
6.1 Datele din regim automat 28
6.2 Datele din regim manual 29
6.2.1 Liniaritatea 29
6.2.2 Concentraţia de background 29
6.2.3 Deviaţia de zero şi deviaţia de capăt de scală 29
6.2.4 Repetabilitatea 29
6.3 Excluderea datelor provenite din operarea neadecvată 29
7. Mentenanţă 30
7.1 Mentenanţă periodică 30
7.1.1 Butelii gaz- standard 30
7.1.2 Generator gaz-zero 30
7.1.3 Echipament diluator EDA-2000 30
7.1.4 Altele 31
7.2 Stabilirea nivelului de precizie cu etaloane de trasabilitate de nivel superior 31
7.3 Controlul deşeurilor 31
7.4 Măsuri de securitate 31

1. Scop şi domeniu de aplicare

Prezentul material stabileşte procedura de operare şi mentenanță a dilutorului de calibrare conținând echipamentul de diluare “EDA-2000”.

Dilutorul este capabil să dilueze la concentrația dorită gaze din butelii de înaltă concentrație cu ajutorul gazului zero (aer rafinat). Gazul diluat poate fi furnizat către un analizor automat de aer şi poate fi folosit la calibrarea sau verificarea performanțelor acestuia.

In tabelul nr. 1 sunt cuprinse cele mai reprezentative gaze standard, iar în tabelul 2 sunt prezentate domeniile de diluție ale sistemului.

Tabelul 1. Tipuri de gaze standard reprezentative

	Tipul de gaz standard la butelie
Pentru analiza mediului	SO2(în N2) NO(în N2) CO(în N2) CH4 (în aer) C3H8 (în aer)
Pentru inspecția gradului de influențabilitate la factori perturbatori	NH3 (în N2) H2S (în N2)

Tabelul 1.2. Domenii de diluare a sistemului diluator de calibrare

	Domeniu de operare a fluxului
Debitmetrul de masă pe linia de gaz-zero	0-10000 ml/min la 0℃
Debitmetrul de masă pe linia de gaz-standard	0-100 ml/min la 0℃

Notă: Conform specificațiile debitmetrelor de masă incluse model 5850TR produs de BROOKS

In cazul folosirii sistemului pentru calibrarea de analizoare de ozon, condițiile de generare a ozonului sunt precum mai jos.

Tabel 3. Condiții de generare a gazului ozon standard

	Domeniu de operare a fluxului
Debitmetrul de masă pe linia de gaz-zero	0-10000 ml/min la 0℃
Debitmetrul de masă pe linia de gaz-standard ozon	0-1000 ml/min la 0℃
Concentrația maximă de O3 generat	Cca. 400 ppb

Notă: Conform specificațiile debitmetrelor de masă incluse model 5850TR produs de BROOKS

2. Generalități

2.1 Specificații

Echipament diluator EDA-2000	
Precizia de măsurare a debitului	±1% din scală
Repetabilitatea de control al debitului	±0,2% din scală
Liniaritatea de măsurare a debitului	±0,5% din scală
Domeniul debitului de aer diluat	0 la 10000 cmc/min
Domeniul debitului de gaz din butelie	0 la 100 cmc/min
Domeniul debitului de ozon generat	0 la 1000 cmc/min
Condiții pentru aerul-zero	10000 cmc/min la 2 Bar
Porturi de alimentare cu gaz de calibrare	9 (configurabil)
Porturi de alimentare cu gaz de diluare	1
Modulul Generator de Ozon	
Capacitate maximă	Cca. 400 ppb
Feedback optic	Standard
Specificații Electrice	
Alimentare necesară	220 V, 50 Hz
Canale de intrare semnal analog	şase canale de 4-20 mA
Ieşiri digitale	
Specificații fizice	
Temperatura de funcționare	5-40℃
Presiune de alimentare	1.5-2 Bar necesari
Masa	
Dimensiuni (lățime x înăltime x adâncime)	

Generatorul de aer-zero AIR-2000	
Debit de ieşire gaz-zero	Funcție de capacitatea rezervorului 24 de litri, capacitatea compresorului de aer 7 bar
Punct de rouă	-
Uscător	Nu are
Concentrații de ieşire (maxime)	CO - până la 0.05 ppm Nox – până la 1 ppb Total hidrocarbonați – până la 70 ppb Ozon – până la 1 ppb SO2 – până la 1 ppb HCl – până la 10 ppb

Fixare	Pe schelet-cadru
Dimensiuni (lățime x înăltime x adâncime)	483 x 133 x 435 mm
Masa	7.0 kg
Alimentare necesară	220 V, 50 Hz

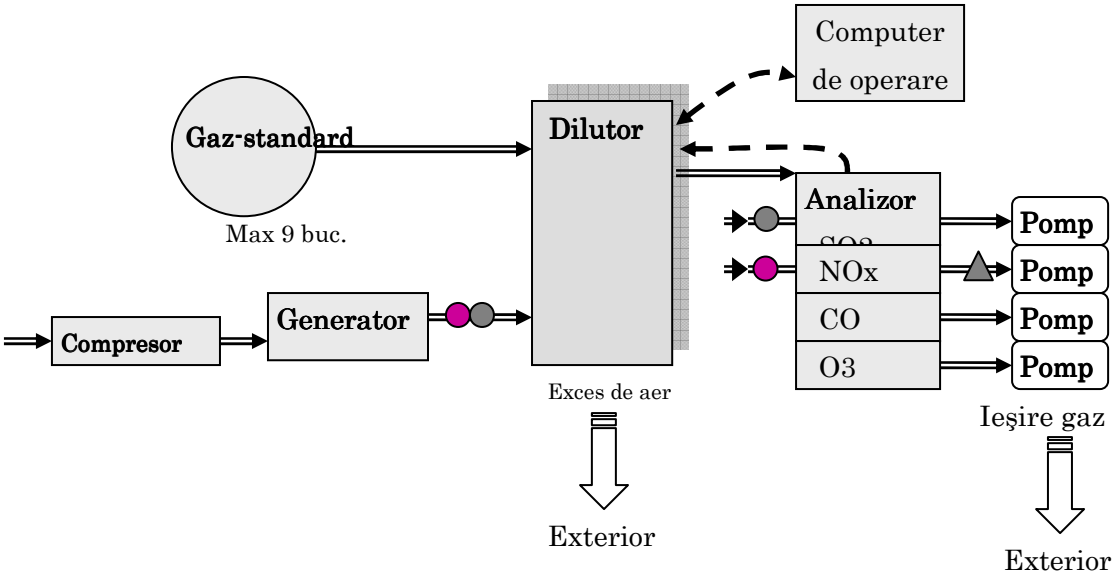
2.2 Structura sistemului

Acest sistem are în principiu aceiaşi parametri ca şi un dilutor portabil, dar este tratat cu un manual separat deoarece are în plus proprietatea că poate funcționa cu comandă de la distanță de la un computer ataşat şi că poate face statistici.

Elementele componente ale sistemului sunt prezentate în tabelul 4, iar schema conexiunilor în figura 1.

Tabel 2.1 Componentele sistemului diluator

	Component	Producător, Cod produs
1	Echipament de diluare	ORION, EDA-2000
2	Calculator personal pentru operare	
3	Compresor	
4	Generator gaz-zero	ORION, AIR-2000



Legenda

- Tub carbon activ (pt. gaz-zero)
- Tub Purafil (pt. gaz-zero)
- Tub carbon activ (pt. protecția pompei)
- Conductă de gaz
- Linie de semnal

Figura 2.1 Schema conexiunilor diluator pentru calibrare

Generatorul de gaz-zero generează aer rafinat cu conținut redus de impurități din aerul ambiant, eliminând şi metanul. Din această cauză el poate folosit la inspecția

analizoarelor hidrocarbonaților fără metan.

Concentrația gazului diluat este decisă prin combinarea concentrației şi a debitului de gaz-standard din butelie.

3. Secvența operațiunilor

In tabelul 3.1 este prezentată secvența operațiunilor pentru întregul sistem, care conține operarea, mentenanța şi măsurile de siguranță.

Tabel 3.1 Secvența operațiunilor pentru dilutorul de calibrare

	Etapa	Operațiune
1	Pregătire	Conexiunea cu exteriorul Pornire
2	Operare	Setare (mod automat sau mod de testare manual) Inregistrare de date (mod automat sau mod de testare manual, comparare cu criteriile UE) Testarea performanțelor analizoarelor (Puncte de verificare comune tuturor testelor, liniaritate, zgomot de fond, limita inferioară de detecție, deviație drift, precizie la repetare, timp de răspuns, GPT) Operare la oprire
3	Statistici	Metode de calcul, ştergere a datelor
4	Mentenanță	Mentenanță periodică Stabilirea nivelului de precizie cu etaloane de trasabilitate de nivel superior
5	Măsuri de siguranță	

Dilutorul se poate folosi pentru toate gazele din tabelul 1. Cu toate acestea, procedurile sunt similare pentru toate gazele, astfel că în prezentul material nu se va vorbi despre toate gazele, ci se va trata numai despre NO ca gaz reprezentativ.

4. Pregătire

4.1 Conectare

Se conectează linia electrică, liniile de semnal şi conductele.

4.1.1 Conexiunile electrice

4.1.1.1 Conectarea la sursa de curent electric

Se conectează cablul împământat din dotarea aparatului la sursa ordinară de curent electric de 220V, 50 Hz. Dilutorul şi generatorul de gaz-zero sunt permanent conectate la priza comună a cadrului-suport. Privitor la computerul de operare şi la compressor, fiecare dintre ele se conectează la un prelungitor.

4.1.1.2 Conectarea liniilor de semnal

Se conectează computerul cu dilutorul cu ajutorul cablului RS232 din dotare.

Se conectează analizorul şi dilutorul cu ajutorul unui cablu pentru semnal analog. Se conectează cu cleştişori-banană terminalele de intrare (canalele 1-6) de pe fața dilutorului. Cablurile de conectare la polul pozitiv sunt diferite de cele de conectare la polul negativ. Este necesară atenție pentru a nu le lăsa să se atingă în cursul operațiunii de conectare.

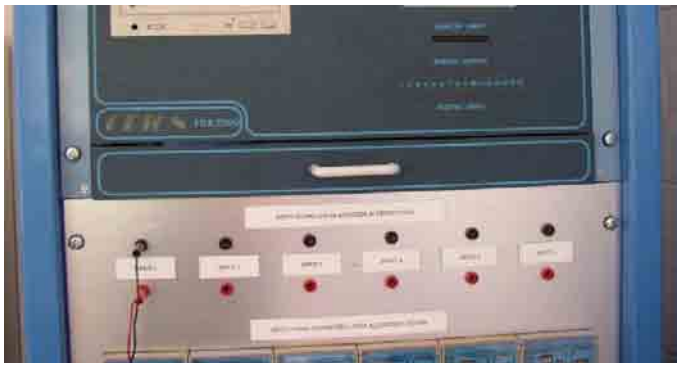


Figura 4.1 Terminalele pentru semnal de intrare de pe fața dilutorului.

Analizoarele de SO2, CO şi ozon necesită câte o ieşire, în timp ce analizorul de Nox necesită trei ieşiri, câte una pentru NO, NO şi NO2. Pentru a nu se greşi conexiunile este necesar să se decidă ce canal este folosit pentru fiecare analizor. De exemplu, în cazul unei greşeli de conexiune, datele înregistrate pentru NO pot fi de fapt datele pentru SO2.de fapt datele pentru SO2.

4.1.2 Conectarea conductelor

Se conectează ieşirea dela compresor cu intrarea de la generatorul de gaz-zero cu ajutorul cablului special. Se conectează gazul-zero alimentat de la generatorul de gaz-zero la portul „DIL INPUT 1” aflat pe partea din spate a dilutorului (Nr. IV, linia bleu din Figura 3)

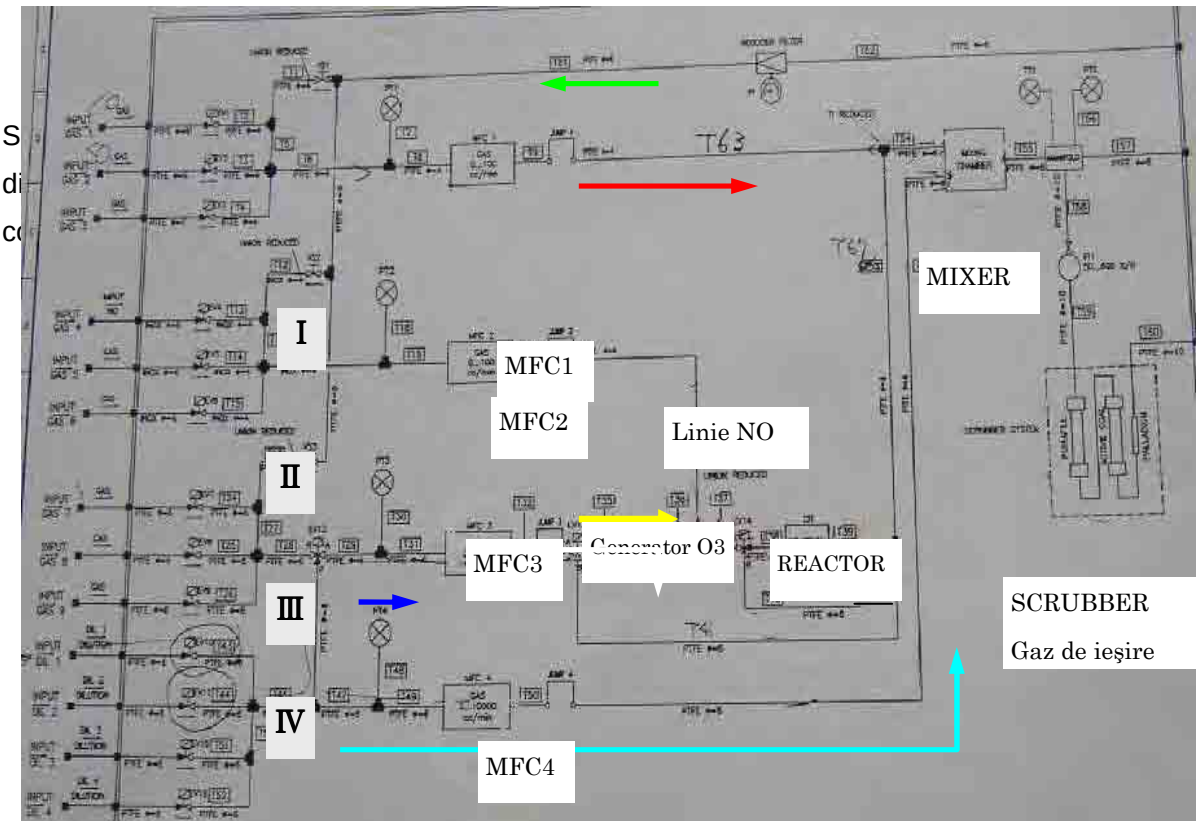


Fig. 4.2 Schema circuitelor de gaz ale dilutorului

Pe liniile I şi III se poate conecta în principiu orice gaz standard. Cu toate acestea, pentru SO2, care este mai corosiv, se va folosi o linie separată. Pentru SO2 se va aloca portul I, iar pentru CO portul II sau III.

Se pot conecta şi alte tipuri de gaze (ex. CH4,C3H8 sau H2S, NH3, etc.). A se avea grijă la conectarea fiecărui tip de gaz-standard pe fiecare linie pentru a nu se produce reacţii chimice între ele. De exemplu, este interzisă conectarea pe aceeaşi linie a SO2 şi H2S, care se află în relaţie redox. E interzisă conectarea pe aceeaşi linie a SO2 şi NH3, deoarece între ele se produce o reacţie acid-bază (de neutralizare).

Se conectează un tub de teflon la „OUTPUT” şi apoi se conectează direct la intrarea analizorului care trebuie testat. Este interzis a se folosi filtrul casetă din dotarea analizorului.

Se verifică dacă este conectată ieşirea „VENT” a dilutorului la conducta care elimină gazul în exteriorul camerei.

Linia colorată verde din figură se foloseşte exclusiv pentru purjare. Atunci când se efectuează purjarea, se conectează conducta de gaz-zero (presiune 6 bar) de la generatorul de gaz-zero la „PURGE”.

4.2 Pornire

4.2.1 Trecerea comutatoarelor pe poziția „pornit”

Se comută compresorul, generatorul de gaz-zero, dilutorul, computerul, pompa de adsorbție şi fiecare dintre analizoare pe poziția “pornit”. Analizoarele trebuie pornite după pornirea şi verificarea intrării în funcțiune a pompei de adsorbție. Pentru restul echipamentelor nu este necesară o ordine specială de pornire.

4.2.2 Incălzirea aparatelor

Compresorul nu necesită timp de încălzire, dar sunt necesare câteva minute după pornire pentru ca rezervorul de aer comprimat să se umple.

Cu privire la generatorul de aer-zero, încălzirea sa este confirmată prin aprinderea diodei electroluminiscente de pe fața frontală, atunci când temperatura încălzitorului catalizatorului pentru CO şi HC a ajuns la 400℃.

Dilutorul nu are părți care necesită încălzire, astfel că îi este de ajuns un timp de circa 30 de minute.

Analizoarele necesită cel mai îndelungat timp de încălzire. Timpul de încălzire diferă funcție de tip, dar în general analizoarele trebuie lăsate să se încălzească pentru minimum 2-3 ore pentru a putea fi asigurată o inspecție precisă.

4.2.3 Pornirea aplicației software

După pornirea computerului de operare, se porneşte aplicația special destinată dilutorului “OL-CAL2000”. Se verifică apariția ferestrei-program din figura 4.3.

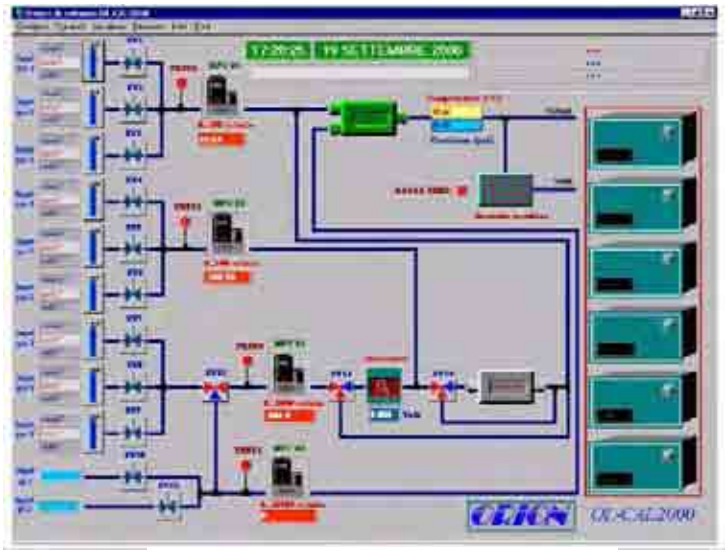


Fig.4.3 Dilutorul: Fereastra de pornire a software-ului

5. Operare

5.1 Setare

In perioada de după pornire în care se aşteaptă încălzirea analizoarelor automate se fac setările condițiilor de operare a sistemului dilutor. Gazele pornesc imediat după introducerea tuturor parametrilor. Din această cauză este necesar să se aprecieze timpul de introducere a parametrilor astfel încât operațiunea de setare să se termine la sfârşitul intervalului de încălzire a analizoarelor.

Condițiile de ajustare şi funcționare a fiecărui echipament precum şi condițiile de generare a gazelor-standard introduse cu ajutorul computerului se vor înscrie în Fişa de Administrare.

5.1.1 Buteliile de gaz-standard

Se deschide robinetul principal al buteliei de gaz-standard NO, se reglează presiunea secundară a regulatorului astfel încât presiunea gazului trimis către dilutor să fie 1.5-2 bar.

5.1.2 Generator gaz-zero

Se reglează butonul de ajustare a presiunii astfel încât manometrul de pe fața frontală a generatorului de gaz-zero să arate 1.5-2 bar.

5.1.3 Dilutor, computer

Se introduc de la computer condițiile de introducere a gazelor-standard în vederea testării performanțelor analizoarelor. A se consulta paragrafele 3 şi 4 din manualul dilutorului EDA-2000 pentru detalii.

5.1.3.1 Mod de operare manual

In cazul operării manuale a dilutorului, toate condițiile de ghidare a gazelor-standard din tabelul 5.1 de mai jos se vor specifica utilizându-se aplicația software din computer. Specificarea condițiilor se face fără folosirea barei de meniu, doar prin aplicarea de click pe fiecare dintre icoanele din figura 4.2.

In ce priveşte debitul de la debitmetrul de masă şi tensiunea aplicată în generatorul de ozon, acestea se pot specifica şi cu ajutorul barei de meniu în fereastra de setare din figura 5.1.

Figura 5.1 Fereastra de setare
(Debitmetre şi generator ozon)

Tabelul 5.1 Condiții de introdus în modul manual

Echipament		Parametri de introdus
1	Butelii gaz- standard	Tip de gaz-standard, concentrația indicată pe butelie, unitatea de măsură a concentrației
2	Gaz-zero	Tipul de gaz-zero
3	Linii folosite	Gaze-standard: se va alege dintre liniile I-III prin aplicarea de click pe linia dorită.
		Gaz-zero: Se indică linia IV prin click
4	Setarea debitului	Gaze-standard: se specifică debitul de condus prin debitmetrele de masă ale liniei (în cmc/min). Se introduc valorile fie direct în spațiul de pe ecran, fie punând cursorul mouse-ului pe linia de referință a butonului rotund şi învârtindu-l ținând apăsat butonul stânga al mouse-ului.
		Zero-gaz: similar cu gazele-standard
5	Generator de ozon	Selectare ON-OFF. In cazul selectării opțiunii ON, debitul de gaz-zero care trece prin generator se introduce precum MFC04. Pentru tensiunea aplicată în generator se specifică valoarea dorită între 0 şi 5 V.

Valorile debitelor se calculează în prealabil conform formulei de mai jos.

$$Y = \frac{a}{a+b} \times X$$

Unde Y este concentrația generată (ppb)
X este concentrația gazului-standard înscrisă pe butelie (ppb)
a este debitul gazului-standard care trece prin MFC2 (ml/min)
b este debitul gazului-standard care trece prin MFC2 (ml/min)

Pentru calcului valorii a (debitul de gaz-standard) cunoscându-se X, Y şi b se foloseşte formula de mai jos:

$$a = \frac{Y}{X - Y} \times b$$

Generarea gazelor diluate începe imediat după introducerea manuală a condițiilor de mai sus (culoarea liniilor folosite se schimbă din albastru în roşu). Odată pornite, qazele diluate continuă să fie ghidate prin linii până când operatorul le opreşte manual, astfel că timpul de lucru poate fi lungit după necesități.

Terminarea curgerii gazelor se poate face fie prin aplicarea de click pe linie şi anularea comenzii de admisie a gazelor, fie prin aplicarea de click pe valva electromagnetică de pe linie pentru a o închide (culoarea liniei respective revine de la roşu la albastru).

5.1.3.2 Modul de operare automat

La operarea dilutorului în modul automat, se fac automat testele-standard prezentate la paragraful 5.3. Condițiile de testare sunt aceleaşi cu cele prezentate în tabelul 5.1, dar procedura de specificare este precum mai jos:

Se alege submeniul din bara de meniu din figura 5.2 şi mai întâi se specifică parametrii din tabelul 5.2.

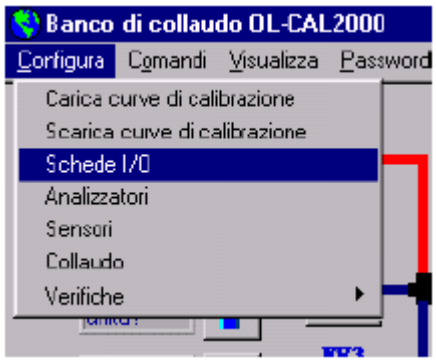


Fig. 5.2 Meniul de setare a condiţiilor (regim automat)

Tabelul 5.2 Condiții de introdus în modul automat

Echipament		Parametri de introdus
1	Butelii gaz- standard	Tip de gaz-standard, concentrația indicată pe butelie, unitatea de măsură a concentrației
2	Timp de execuție	Timpul de circulare a gazelor diluate către analizoare
3	MFC (debitmetre de masă)	Tensiunea de control a debitmetrului, nr. canalului de ieşire-comandă, nr. canalului de intrare pentru înregistrare (aceste valori determină proporția de diluare)
4	Generator de ozon	Tensiunea aplicată, nr. Canalului de ieşire-comandă
5	Nr. canal informare alarmă	Nr. canal pt. afişarea alarmei de presiune, nr. canal pt. afişarea alarmei de temperatură la scrubber
6	Nr. canal pt. controlul valvei electromagnetice	Nr. canalului de ieşire-comandă

Fig. 5.3 Fereastra de setare a semnalelor de intrare(regim automat)

In continuare, se introduc informațiile privitoare la analizorul testat

Tabel 5.3 Informații despre analizor (mod automat)

1	Tip de analizor
2	Numele substanței analizate
3	Unitatea de măsură a concentrației substanței poluante
4	Domeniul semnalului de ieşire analog (tensiune)
5	Domeniul de concentrație echivalent semnalului de ieşire în tensiune
6	Canalul de intrare destinat citirii valorilor de ieşire ale analizorului
7	Nr. zecimale ale valorii raportate
8	Dacă se foloseşte sau nu linia de calibrare întocmită la testul precedent

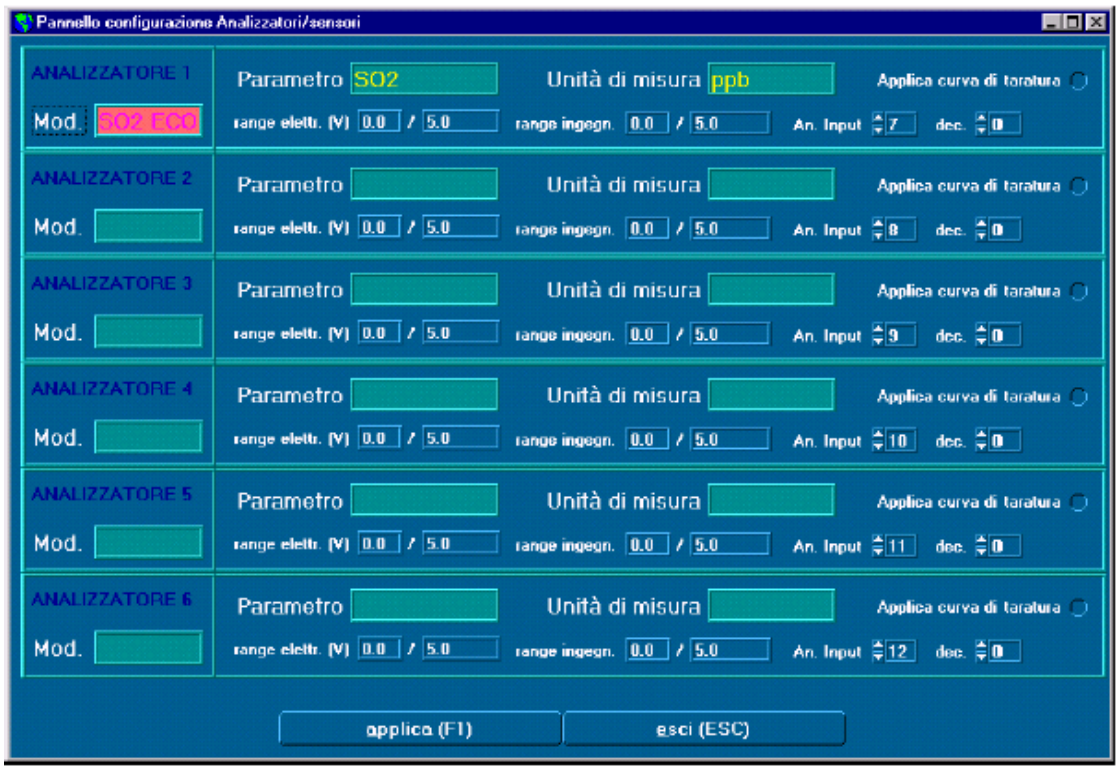


Figura 5.3 Fereastra de setare a intrărilor şi ieşirilor analizorului

5.1.3.3 Puncte de verificare a diluatorului

Inainte de a se termina încălzirea analizoarelor şi generarea gazelor-standard, se face verificarea preciziei semnalelor transmise. Această operațiune se face împreună cu verificarea preciziei semnalelor de intrare-ieşire ale analizorului, de la articolul 5.1.4. Procedura este precum mai jos:

Se accesează meniul deajustare a semnalelor de intrare-ieşire din submeniul analizorului şi se generează semnale de ieşire de 4mA (semnalul de zero) şi apoi de 20mA (semnalul de capăt de scală). Iconița corespunzătoare analizorului afişată pe ecranul computerului arată valoarea concetrației. Se verifică dacă ea arată respectiv 0 ppb şi 1000

ppb (pentru SO2).

In cazul în care valorile sunt greşite, se verifică mai întâi dacă semnalul de ieşire din analizor este correct sau nu. Se comută multimetrul digital pe măsurarea curentului, se plasează cleştişorii pe mufele terminalului cablului de transmisie şi se verifică dacă valorile curentului sunt 4mA şi 20mA. In cazul în care valorile diferă se ajustează semnalul de ieşire al analizorului.

In cazul în care valorile de pe ecranul computerului diferă de 0ppb şi 1000ppb chiar şi după ajustarea ieşirii analizorului, se ajustează valoarea afişată de analizor cu cea primită în dilutor astfel încât să fie identice.

Dilutorul nu are părți care să necesite ajustare după încălzire, dar este necesar să se inspecteze senzorul de presiune şi generatorul de ozon. După terminarea setărilor şi începerea generării gazelor-standard, se fac următoarele verificări:

1) Imediat după începerea generării gazului diluat, se verifică valorile afişate de manometrele aflate înaintea debitmetrelor de masă şi se verifică valoarea de 2.0 psi pe ecranul computerului.

2) Se inspectează valorile afişate de termometrul şi senzorul de presiune aflate în apropierea ieşirii gazului-standard din dilutor. Pentru parametrii gazului-standard admis în analizoare, se specifică valori de temperatură şi presiune apropiate de cele din cameră.

3) In cazul în care se generează ozon, se verifică vizual dacă lampa se aprinde rapid după începerea generării.

4) Se verifică dacă flotorul de debit excedentar este un pic înălțat. Un mic exces de debit este suficient.

5.1.4 Analizoare

Analizorul nu conține părți care să necesite ajustări după pornire. Cu toate acestea, înainte de a se termina încălzirea analizoarelor şi generarea gazelor-standard, este bine să se facă verificarea preciziei semnalelor transmise. Această operațiune se face împreună cu verificarea preciziei semnalelor de intrare-ieşire ale analizorului, de la

articolul 5.1.3.3 (Puncte de verificare a dilutorului).

Cu privire la valorile parametrilor de funcționare de pe meniul analizorului, precum temperatura, presiunea, tensiunea, etc., se verifică după terminarea încălzirii dacă sunt în limitele permise şi se înscriu în Fişa de administrare.

5.2 Inregistrarea datelor

Atunci când se operează diluatorul în regim de testare automată de la computer, valorile instantanee de ieşire de la analizor sunt colectate în computer şi apoi rezultatele calculate automat sunt stocate în memorie.

Atunci când se operează în regim de testare manuală, valorile de ieşire nu sunt stocate în memorie, nefiind înregistrate în computer. (Cu toate acestea, valorile instantanee din ultimele 20 de minute dinaintea opririi sistemului sunt stocate temporar în memoria cash a calculatorului şi pot fi salvate ca fişier imagine după terminarea examenului în regim manual).

Variația în timp a valorilor instantanee se poate înregistra şi în cazul regimului de funcționare manuală prin conectarea unui înregistrator grafic la ieşirea de semnal analogic a analizorului. Deseori este folosită şi metoda de a nota datele citite şi a le înscrie pe un grafic pe hârtie, însă această metodă nu e la fel de fiabilă întrucât deseori este greu de decis vizual în ce măsură s-au stabilizat valorile. In cazul în care se are la dispoziție un înregistrator grafic, este de preferat a nu se citi datele vizual.

5.2.1 Inregistrarea în regim de test automat

In cazul operării dilutorului în regim automat, parametrii de introdus necesari înregistrării sunt precum în tabelul 5.4.

Tabel 5.4 Parametri înregistrați (regim automat)

1	Selectarea parametrilor testați (par. 5.3 din prezentul document)
2	Numele fişierului-raport
3	Creare de fişier nou sau ataşare de date la un fişier deja existent
4	Text de adăugat pentru referință

Fereastra de setare a parametrilor înregistrați în regim automat se află în partea dreaptă a figurii 5.4. In partea stângă a figurii se află fereastra de selectare a parametrilor pentru testarea performanței. Aici se pot selecta tipuri de parametri de test.

Figura 5.4 Parametri pentru testul de performanță şi de întregistrat

Prin aplicarea de click pe F2 începe introducerea gazului-standard şi totodată şi înregistrarea automată. La terminarea timpului specificat gazul-standard se opreşte. Simultan se opreşte operația de înregistrare a datelor şi se crează automat raportul.

5.2.2 Inregistrarea în regim de test manual

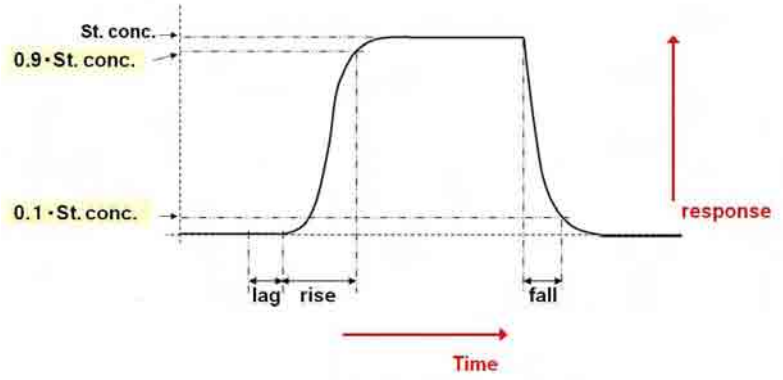


Figura 5.5. Variația răspunsului analizorului la admisia gazului standard

In figura 5.5 se arată variația în timp a valorilor instantanee afişate de analizor la introducerea de gaz-standard. Este o formă tipică de curbă obținută la introducerea succesivă de gaz-zero, gaz de capăt de scală şi din nou de gaz-zero.

In regim manual, în cazul oricărui tip de test dintre cele specificate la paragraful 5.3, este necesar să se înregistreze curba de răspuns fie cu un înregistrator grafic fie pe ecranul computerului.

In cazul afişării curbei pe computer, după afişarea datelor necesare pe ecran se vor efectua operațiunile de memorare de mai jos:

Apăsând butonul “Print Screen” de pe claviatură, curba afişată pe ecran este înmagazinată în memoria temporară. Se lipeşte imaginea rezultată în Word, etc. şi se memorează după ataşarea datei şi condiţilor de testare şi numele persoanei executante.

Nu se pot salva date numerice.

Inregistrarea cu grafice pe calculator nu este adecvată pentru înregistrări de lungă durată, deoarece datele din grafice nu rămân decât maximum 20 de minute în memoria cash.

Inregistrarea cu ajutorul înregistratorului grafic se face cu următoarea procedură.

Se desface conectorul către echipamentul dilutor de la terminalul de ieşire analogică aflat în spatele analizorului.

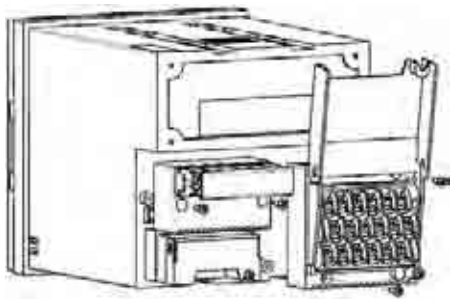
Se leagă la analizor conectorul unui cablu special destinat înregistratorului grafic. Cele două fire ale înregistratorului trebuie conectate la terminalele plus şi minus de pe placa de terminale, fără inversiuni (se pot înregistra simultan semnale de la maximum 6 analizoare).

Se porneşte înregistratorul.

Ajustarea semnalului de ieşire transmis (de efectuat după posibilităţi)

- Se testează semnalele de ieşire de la analizor. Cu ajutorul unui multimetru, se verifică dacă sunt emise semnale de 4mA pentru 0 şi de 20mA pentru capătul de scală.
- In acelaşi mod se verifică dacă pentru semnal de ieşire de 4mA (de zero), înregistratorul înscrie în partea de sus a hârtiei de înregistrat. In cazul în care înregistratorul nu marchează deloc, se reglează conform instrucţiunilor din manual astfel încât punctele marcate să ajungă pe linia de 0.

In continuare se reglează înregistratorul astfel încât pentru semnalul de capăt de scală (20mA) să marcheze 100% din scală. Reglările înregistratorului se fac pentru fiecare canal în parte.



Din graficele înregistratorului se pot culege date care se pot la rândul lor ordona în tabele de înregistrare.

Privitor la citirea datelor din grafic, aceasta se va face alegându-se valori ulterioare stabilizării răspunsului.

In figura 5.6 e prezentată o situație în care răspunsul analizorului variază în timp la introducerea de gaz de concentrație constantă . In acest caz citirea trebuie făcută după ce răspunsul se stabilizează şi nu în timpul variației semnalului (în exemplul de față este vorba de creştere).

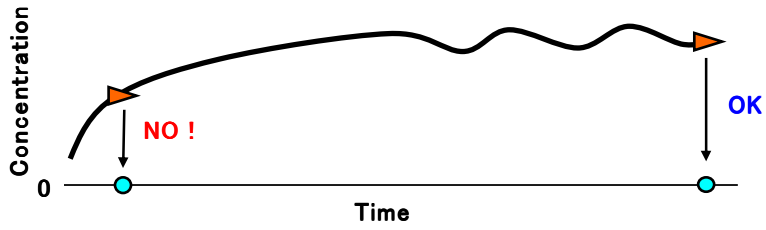


Fig. 5.6 Timpul de citire a datelor

Valorile citite se ordonează în tabele. In figura 5.7 se află un exemplu de înregistrare pentru testul de repetabilitate a analizorului de oxizi de azot.

NOx Analyzer Serial No. M2206-M905 Original setting Gain 2.359
The record of response under introducing NO standard gas 03-Sep-07 2.363

Span gas setting Ⅰ		
NO Cylinder Conc.	(ppm)	75.9
MFC02 (St. gas flow rate)	(ml/min	32
MFC03 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	3000
Introducing time	(min)	20

Response Ⅰ				
Date	25/09/07	26/09/07	27/09/07	28/09/07
Measured Conc. NO (ppb)	782	773	789	855
Measured Conc. NOx (ppb)	783	779	783	
Expected Conc. NO (ppb)	801			
Gain	2.103			
Offset NO	0.0001			
Offset NO2	0.0003			

Span gas setting Ⅱ		
NO Cylinder Conc.	(ppm)	75.9
MFC02 (St. gas flow rate)	(ml/min	32
MFC03 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	100
MFC04 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	2900
Introducing time	(min)	20

Response Ⅱ			
Date	25/09/07	26/09/07	27/09/07
Measured Conc. NO (ppb)	783	778	802
Measured Conc. NOx (ppb)	784	783	804
Expected Conc. NO (ppb)	801		
Gain	2.103		

Span gas setting Ⅲ		
NO Cylinder Conc.	(ppm)	75.9
MFC02 (St. gas flow rate)	(ml/min	32
MFC03 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	1000
MFC04 (Dil. air flow rate)	(ml/min)	2000
Introducing time	(min)	20

pressure dropped at 2nd gauge

Response Ⅱ			
Date	25/09/07	26/09/07	27/09/07
Measured Conc. NO (ppb)	783	777	794
Measured Conc. NOx (ppb)	784	782	795
Expected Conc. NO (ppb)	801		
Gain	2.103		

Span gas setting Ⅳ		Low concentration Cylinder		
NO Cylinder Conc.	(ppm)	540		
Date		25/09/07	26/09/07	27/09/07
Before pur	Measured Conc. NO (ppb)	329		
ditto	Measured Conc. NOx (ppb)	337		
After purg	Measured Conc. NO (ppb)	401	357	575
ditto	Measured Conc. NOx (ppb)	404		

350

increased after removing the filter case

573 2nd

0.748148 3rd

decreased even after purging again! 4th

Fig. 5.7 Exemplu de înregistrare a răspunsului la introducerea gazului standard

5.3 Testarea performanțelor analizoarelor

Prezentul diluator are setate opt tipuri de testare automată, prin care se pot aprecia performanțele analizoarelor după variația semnalelor de la analizoare la introducerea de gaz-standard.

Testările sunt gândite astfel încât toate, cu excepția testului de influență a perturbatorilor (nr. 4 din tabelul 5.5), să se poată efectua prin varierea concentrației şi timpului de circulare a gazului-standard . Aceste teste se pot efectua şi în regim manual.

Tabelul 5.5 Teste-standard ale analizoarelor

1	Trasarea liniei de calibrare
2	Test de background
3	Testarea limitei inferioare de detecție
4	Testarea influenței perturbatorilor
5	Testarea deviației de zero (zero-drift)
6	Testarea deviației la capătul de scală (span-drift)
7	Testarea preciziei la repetare
8	Testarea vitezei de răspuns (întârziere, timp de creştere, timp de scădere)

In cazul testării în regim automat, alegerea testărilor de efectuat se face prin bifarea căsuțelor corespunzătoare testărilor în lista de tipuri de testare aflată în partea stângă a figurii 5.4. Referitor la operarea în fereastra de setare a regimului automat, se va consulta cap. 5 din manualul producătorului pentru procedurile necesare fiecărui tip de test.

Mai jos sunt date explicații referitoare la fiecare tip de testare. Cu toate acestea, după începerea testelor se vor inspecta valorile afişate de senzorii din fereastra din fig. 4.2 (prezentați în tabelul 5.6) pentru a se verifica dacă gazul-standard circulă conform condițiilor setate.

Tabelul 5.6 Teste-standard ale analizoarelor

1	Linia selectată
2	Debitul fiecărui debitmetru
3	Valorile presiunii în senzorii dinaintea debitmetrelor de masă
4	Concentrația în analizor (a se verifica şi identitatea valorii afişate pe ecranul computerului cu cea afişată de analizor)
5	Temperatura şi presiunea în mixer
6	Tensiunea aplicată în generatorul de ozon

5.3.1 Linia de calibrare

5.3.1.1 Trasarea liniei de calibrare

Acest test constă în trasarea unei curbe care reprezintă senzitivitatea analizorului, care conține valorile citite pentru cel puțin cinci concentrații diferite de gaz introdus în analizor. Ea se trasează aşadar folosind cel puțin cinci puncte care includ şi concentrația zero. In

cazul testării în cinci puncte, variația valorilor instantanee afişate de analizor arată precum în fig. 5.8.

Testarea în regim automat începe odată cu terminarea setărilor în fereastra de setări (fig. 5.9), astfel că introducerea gazelor începe şi se termină automat. Atât valoarea răspunsului analizorului cât şi linia care exprimă senzitivitatea analizorului raportată la valoarea reală a concentrației gazului-standard sunt calculate automat.

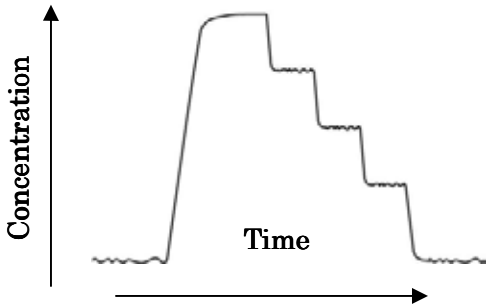


Fig. 5.8 Curba de răspuns la trasarea liniei de calibrare

Fig. 5.9 Calibration Curve Setting

5.3.1.2 Testarea liniarității

Acest test presupune calculul abaterii maxime a fiecărui punct de concentrație de la curba de calibrare.

Software-ul dilutorului nu conține această facilitate de calcul. Calculul se va face manual prin introducerea datelor în MS Excel (fig. 5.10).

Decizia admis-respins se face prin compararea cu standardul european (4%).

calcul abatere linearitate NO

M2206-M905 700 ppb

procent	Concentrație teoretică	Concentrații prima determinare	Concentrații a doua determinare	Valoarea medie,
0	0	0	0	0
20	192	152	152	152
60	577	567	567	567
95	914	947	947	947

B	1.048011
A	0.039752

Functia de regresie: y=B*x+A

Se calculează y utilizând valorile teoretice:

Concentrație teoretică	y= A+B*c teoretic	vm	dc=vm-y	dr=dc/c*100
0	0.039752311	0	-0.03975	
192	201.2578945	152	-49.2579	-25.6552
577	604.7421902	567	-37.7422	-6.54111
914	957.9219502	947	-10.922	-1.19496

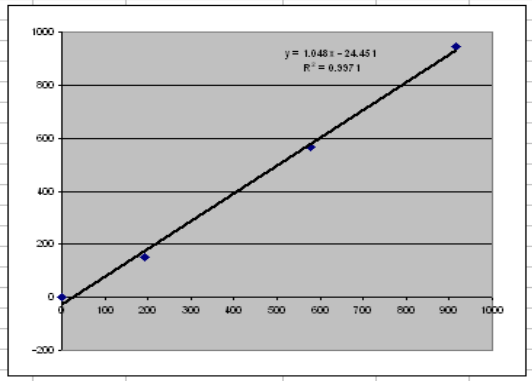


Fig. 5.10 Tabel de calcul al

5.3.2 Test de background

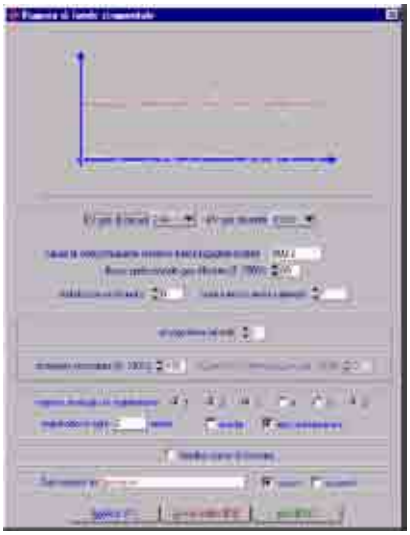


Fig. 5,11 Fereastra de setare pt. test de background

Este un test de apreciere a zgomotului de fond al analizorului.

Intrucât calculul se face automat ca valoare RMS, valoarea RMS diferă funcție de concentrația gazului-standard introdus.

Din această cauză, testul se va face întotdeauna pentru aceleaşi valori ale concentrației de gaz-standard introdus (de exemplu, 0 şi 80% din scala întreagă).

Nu se poate face o apreciere corectă în cazul în care gazul generat conține multe impurități. Este aşadar nevoie ca filtrele absorbante şi catalizatorii să fie schimbate periodic.

Precizia datelor este influențată de temperatura camerei, variații de tensiune de alimentare, etc. Din această cauză, pentru a obține date fiabile, la proiectarea sistemului este necesar să se aibă în vedere condiționarea aerului, mărimea camerei şi alimentarea cu energie.

Standardele ASRO nu conțin date despre testul de bacground. Numărul de puncte de măsurare nu este stabilit.

5.3.3 Testarea limitei inferioare de detecție

Este un test care presupune că limita inferioară de detecție este echivalentă cu dublul zgomotului de fond. Se vor avea în atenție aceleaşi puncte ca la paragraful precedent.

5.3.4 Testarea influenței perturbatorilor

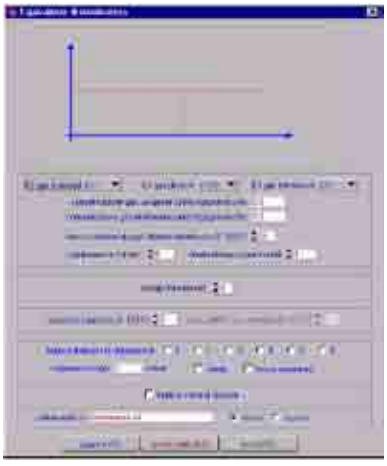


Fig. 5.12 Fereastra de setare pt. testul influenței perturbatorilor

Ex.: Analizoarele de SO2 sunt perturbate de hidrocarburi aromatici, iar cele de ozon de toluen. Se generează un gaz perturbator de concentrație aleasă, se introduce în analizor şi se urmăreşte influența sa asupra preciziei măsurării.

Pentru aceasta,se conectează o butelie de gaz umplută cu gaz perturbator de concentrație înaltă la un port liber dintre cele nouă porturi de conectare ale dilutorului.

Se va acorda atenție punctelor prezentate în paragraful 4.1.2 pentru ca gazele să nu intre în reacții chimice unul cu celălalt.

5.3.5 Testarea deviației de zero (zero-drift)

Se conectează timp îndelungat dilutorul la gaz-zero şi se cercetează deviația răspunsului analizorului, care este diferența între valoarea răspunsului mediu imediat după introducerea gazului şi valoarea medie imediat înaintea sfârşitului testării. Datele se colectează conform instrucțiunilor de la paragraful 8.4.4 din standardul românesc SR EN 14211. Standardele europene prevăd testarea deviației pe termen scurt prin circularea de gaz timp de cel puțin 12 ore, iar deviația maximă admisă este de 2ppb.

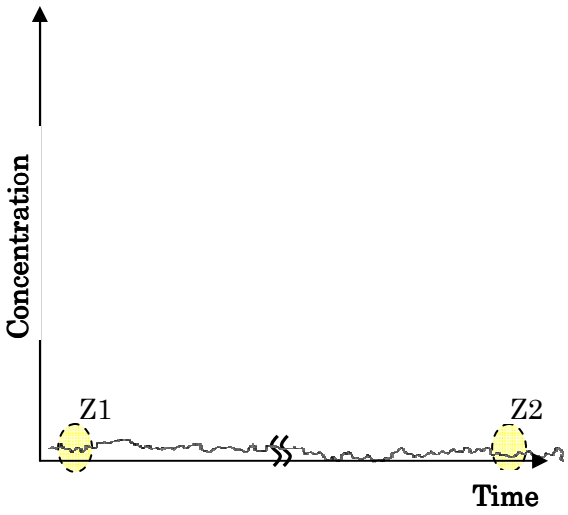


Figura 5.13 Variația răspunsului la testul de deviație-zero

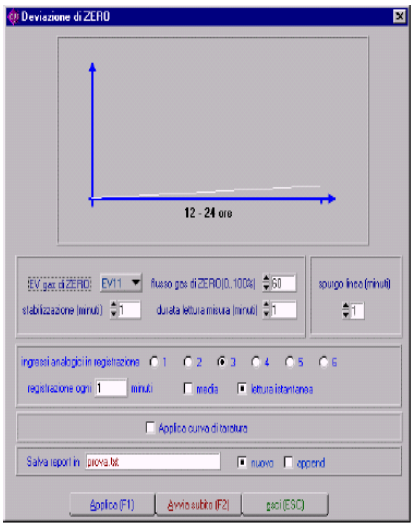


Fig. 5.14 Fereastra de setare pt. testul de deviație-zero

5.3.6 Testarea deviației la capătul de scală (span-drift)

Se conectează timp îndelungat dilutorul la gazul cu concentrație de capăt de scală şi se cercetează deviația răspunsului analizorului, care este diferența între valoarea răspunsului mediu imediat după introducerea gazului (S1) şi valoarea medie imediat înaintea sfârşitului testării (S2). Datele se colectează conform instrucțiunilor de la paragraful 8.4.4 din standardul românesc SR EN 14211. Standardele europene prevăd testarea deviației pe termen scurt prin circularea de gaz timp de cel puțin 12 ore, iar deviația maximă admisă este de 6 ppb.

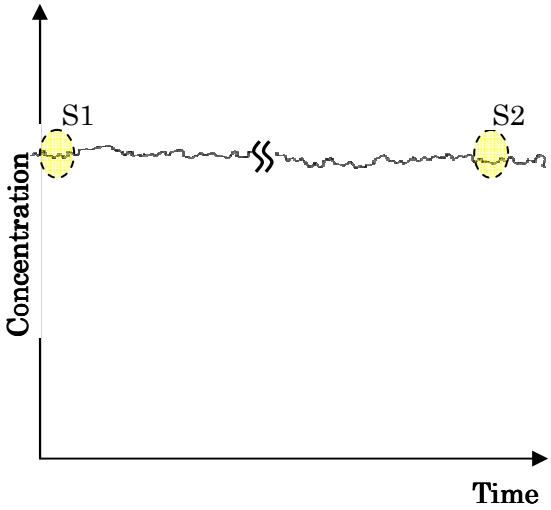


Fig. 5.15 Variația răspunsului la testul deviație la capăt de scală

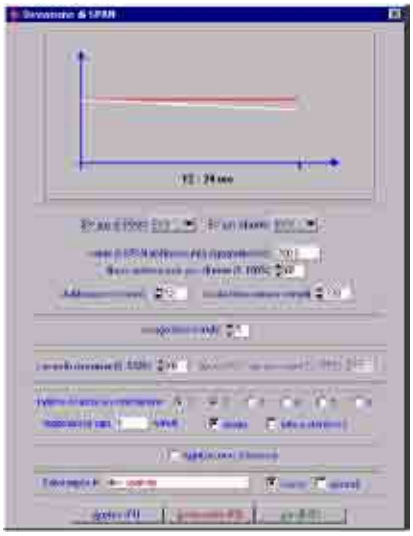


Fig. 5.16 Fereastra de setare pt. testul deviației de capăt de scală

5.3.7 Testul de repetabilitate

Se verifică precizia după abaterea standard la circularea de gaz-standard de aceeaşi concentrație de mai multe ori. Conform ASRO „SR EN 14211”, paragraf 3.8 „Repetabilitate” şi 8.4.5 „Abaterea standard la repetabilitate”, se colectează 20 de date (fig. 5.17 este pentru 3 date).

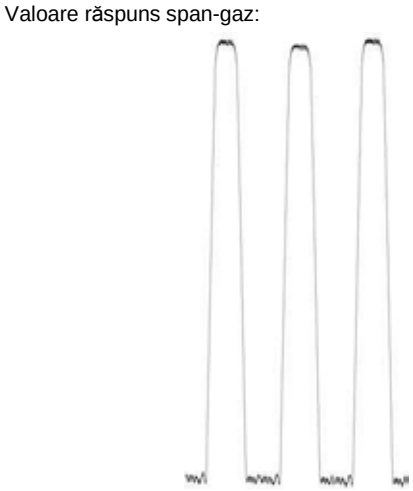


Fig. 5.17 Variația răspunsului la testul de repetabilitate

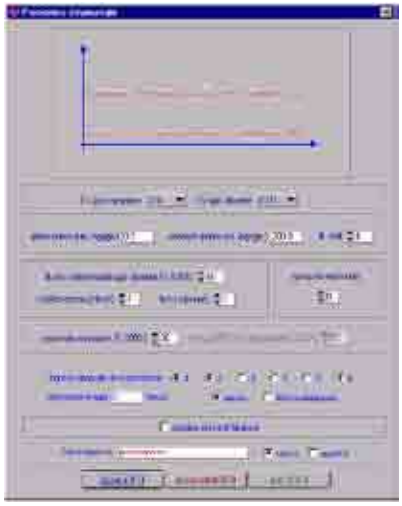


Fig. 5.18 Fereastra de setare pt. testul de repetabilitate

5.3.8 Testarea vitezei de răspuns

Testarea vitezei de răspuns se poate face şi în regim automat. Cu toate acestea, din cauza lungimii conductelor care unesc mixerul de analizoare, funcție de analizor este

posibil ca deplasarea şi stabilizarea concentrației gazelor să necesite timp. Din această cauză, testarea vitezei de răspuns în regim automat generează erori.

Pentru a se evita aceste erori, testarea se va executa manual după procedura de mai jos:

Procedura de circulare manuală a gazului pentru colectarea de valori de „timp de creştere”:
(se presupune că gazul are o concentrație de 200ppb)

① Se generează gaz standard din calibrator la concentrația teoretică de 200ppb.
② Se introduce gazul şi se notează cu precizie valorile până la stabilizare. Se notează răspunsul în ppb la stabilizare. Se calculează 90% din valoarea de mai sus (de exemplu, pentru o valoare stabilă de 195ppb, 90% este 175.5ppb).
③ Se debranşează linia de gaz-standard de la analizor. Generarea de gaz-standard se continuă şi după debranşare.
④ Imediat se circulă gaz-zero din butelia de N2 spre analizor (fără presiune; gazul-zero în exces se lasă afară printr-un manifold). Valoarea răspunsului analizorului scade imediat spre zero.
⑤ Se pregăteşte un cronometru.
⑥ Se branşează linia de gaz-standard la analizor. Simultan se porneşte cronometrul (se începe măsurarea timpului). Valoarea răspunsului începe să crească rapid.
⑦ In momentul în care valoarea răspunsului ajunge la 175.5 ppb se opreşte cronometrul şi se citeşte timpul. Această valoare este valoarea „timpului de creştere” în UE.

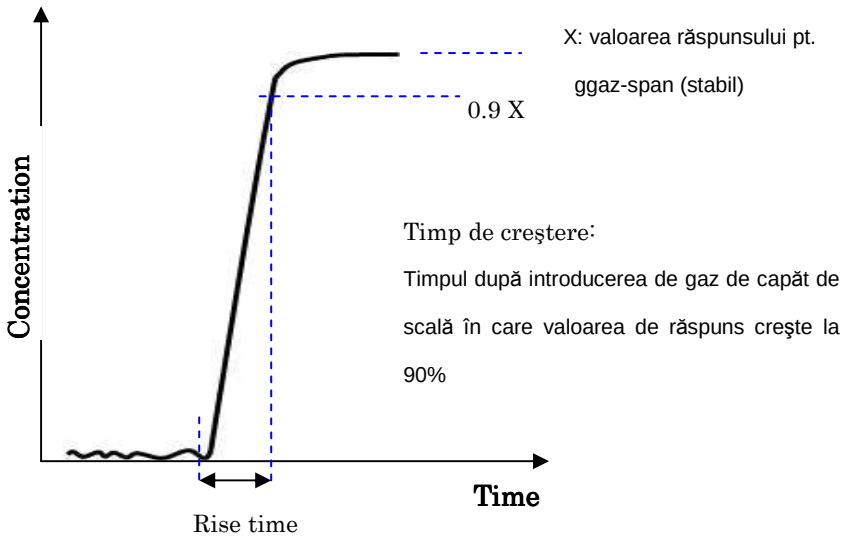


Fig. 5.19 Variația răspunsului la testul de viteză a răspunsului (creştere)

Metoda de măsurare a timpului de scădere este asemănătoare cu cea de mai sus.

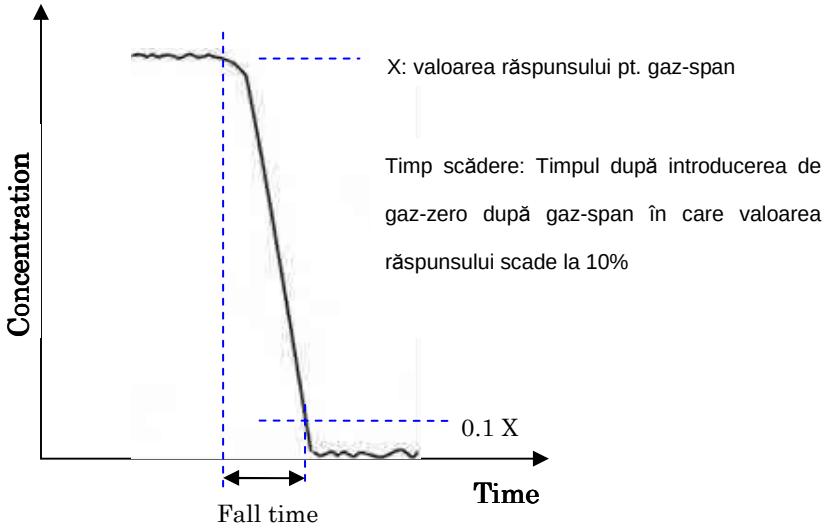


Fig. 5.20 Variația răspunsului la testarea vitezei de răspuns (timp scădere)

5.3.9 GPT (Titrarea în fază gazoasă)

Se fac operațiunile de la Pas 1 la Pas 5 (fig. 5.21), conform procedurii de operare GPT:

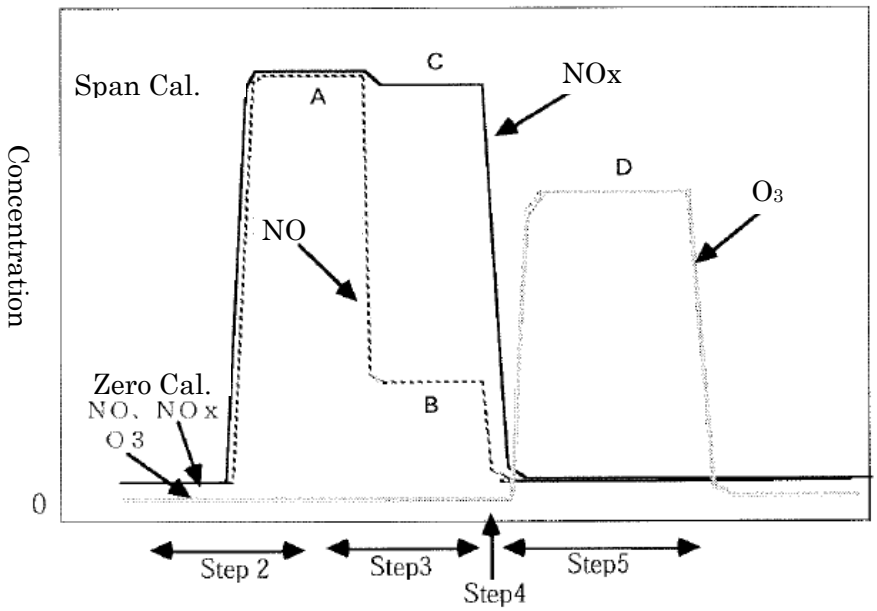


Fig. 5,21 Procedura de operare la GPT şi variația răspunsului analizoarelor de NOx şi O3

Spre deosebire de operarea obişnuită, în cazul GPT se foloseşte generatorul de ozon, astfel că se vor folosi traiectele precum în fig. 5.22.

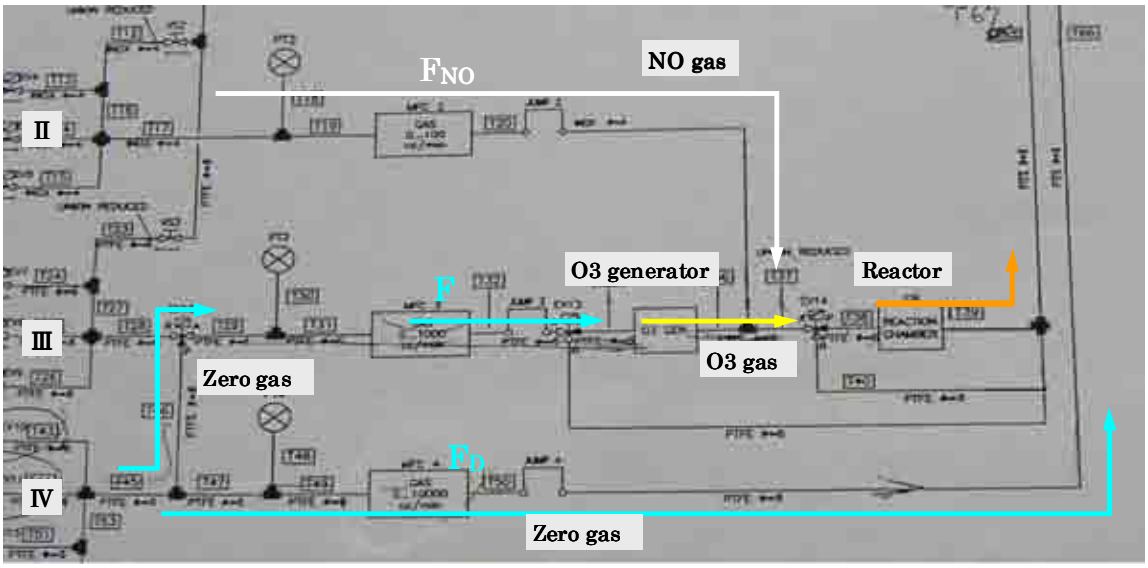


Fig. 5,22 Circulația gazelor la operarea GPT

La operarea GPT, pe lângă linia II de gaz standard NO şi linia IV de gaz-zero de diluare, simultan se foloseşte şi lnia III pentru generarea de ozon. Generatorul de ozon de pe linia III se porneşte numai atunci când se generează ozon.

După deciderea concentrației de ozon funcție de rezultatele operațiunii GPT se opreşte gazul-standard NO prin închiderea valvei electromagnetice de pe linia II (gaz-standard NO). Se continuă generarea ozonului cu ajutorul generatorului, producându-se gaz ozon în concentrația calculată. Acest gaz O3 se va folosi la calibrarea analizorului de ozon. Detaliile sunt conform Instrucțiunilor de operare GPT.

Regimul automat al prezentului sistem nu conține operare GPT, astfel că setările condițiilor se face manual. Folosind o filă de MS EXCEL pentru calcularea GPT, se apreciază debitele şi concentrațiile. Tabelul 5.7 conține un exemplu de condiții de generare.

Tabel 5.7 Condiții de testare GPT (exemplu)

Simbol	Denumire	Valoare setată (ex.)
NOstd	Concentrația buteliei de gaz-standard NO	75.9 ppm
F0	Debitul de gaz-zero care parcurge generatorul de ozon.	166 ml/min
Fp	Debitul de gaz-zero al liniei de diluare	1.334 ml/min
	Generator de ozon- tensiune aplicată	5V (max.)
	Concentrația ozonului generat	405 ppb
FNO	Debitul gazului-standard	6 ml/min
Fout	Concentrația gazului NO diluat	Cca. 300 ppb

	(concentrația la ieşire)	

5.4 Operațiunile de terminare

5.4.1 Purjarea

După folosirea dilutorului se va îndruma gaz-zero prin conducte pentru a se executa operațiunea de eliminare a gazului-standard de concentrație înaltă rămas. In figură, pentru a se îndruma gaz-zero prin traiectul de purjare verde, se deschid cu mâna valvele de închidere-deschidere de pe fiecare dintre liniile I-III (în linia verde este nevoie de gaz-zero de cel puțin 6 bar).

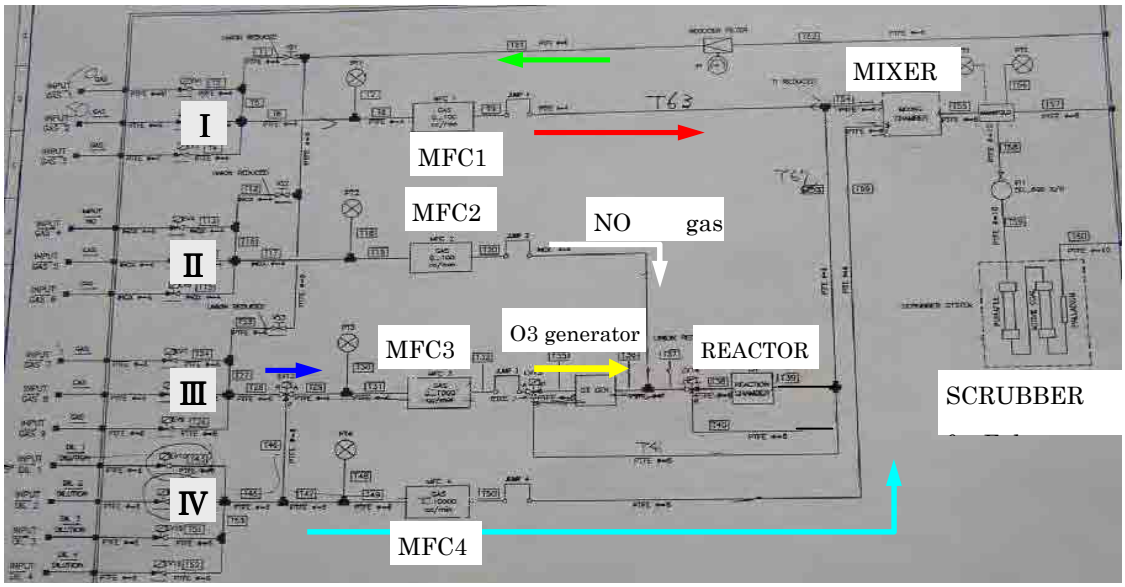


Fig. 5,23 Schema traiectelor diluatorului

După începerea purjării cu gaz-zero, se verifică dacă valorile afişate de analizor pornesc să scadă. Purjarea se încheie după ce se confirmă că analizorul a ajuns la valoarea zero.

Pentru purjarea uzuală este destul să se îndrume gaz-zero timp de zece minute. Cu toate acestea, pentru gaze cu adezivitate ridicată precum SO2 şi NO2, se va îndruma gaz-zero şi observa situația pentru un timp mai îndelungat.

Purjările pentru fiecare dintre liniile I-III se vor efectua separate, luându-se în considerare posibilitatea de intrare în reacție a gazelor standard din fiecare linie. După terminarea purjării, se închid cu mâna valvele de închidere-deschidere pentru purjare.

5.4.2 Oprirea analizoarelor automate

Oprirea alimentării electrice a analizoarelor automate se face după îndrumarea de zero

gaz şi aşteptarea ca valoarea indicată să ajungă la zero. In continuare se opreşte alimentarea pompei de absorbție.

Cu toate acestea, în cazul analizoarelor de NOx dotate cu funcția de oprire a alimentării la generatorul de ozon, înaintea opririi alimentării analizorului de NOx se va opri întâi comutatorul pentru ozon, iar alimentarea analizorului propriu-zis de NOx se va opri după ce mai întâi se aşteaptă ca valoarea măsurată de analizorul de NOx să ajungă la zero.

5.4.3 Generatorul de gaz-zero, compresorul, buteliile de gaz-standard

După încheierea operațiunilor de oprire a dilutorului şi a analizoarelor automate, se opreşte alimentarea cu current electric a generatorului de gaz-zero şi a compresorului.

Apa condensată adunată în rezervorul de compresie se scoate afară prin învârtirea valvei manuale din partea inferioară a rezervorului. Chiar şi în cazul în care compresorul este dotat cu funcția de eliminare automată a apei, în cazul în care acesta are o valvă manuală este mai bine ca evacuarea să se facă folosind-o pe aceasta (pentru a se preîntâmpina ruginirea pereților rezervorului).

Se închid robinetele principale de la buteliile de gaz-standard. Pe cât posibil, se verifică dacă manometrele secundare ale regulatorului arată zero.

5.4.4 Oprirea dilutorului şi a computerului, buteliile de gaz-standard

După efectuarea operațiunilor de oprire de mai sus se opreşte alimentarea dilutorului şi a computerului.

6. Ordonarea datelor

6.1 Datele din regim automat

In modul de lucru automat, ordonarea datelor colectate şi întocmirea rapoartelor se face automat. Rapoartele sunt salvate automat în computer, putând fi deschise în acesta şi imprimate la imprimanta din dotarea sistemului, după care se pot arhiva ca documente pe hârtie.

In cazul în care se doreşte trimiterea fişierelor salvate către alt computer, se conectează o memorie flash la portul USB al dilutorului şi se copiază. Cu toate acestea, copierea folosindu-se memorii flash nu este recomandată deoarece memoriile flash pot conține viruşi care pot contamina aplicațiile dilutorului.

6.2 Datele din regim manual

Pe baza datelor înregistrate în tabele, se calculează valorile reprezentative după procedura de mai jos.

6.2.1 Liniaritatea

Rezultatele introducerii de gaz standard pentru cinci puncte de concentrație se introduc într-un table EXCEL şi cu ajutorul lor se întocmeşte un grafic de dispersie. Se foloseşte funcția de ataşare a liniei de interpolare şi se trasează linia de regresie (în acelaşi fel în care se trasează şi linia de calibrare de la 5.3.1.1).

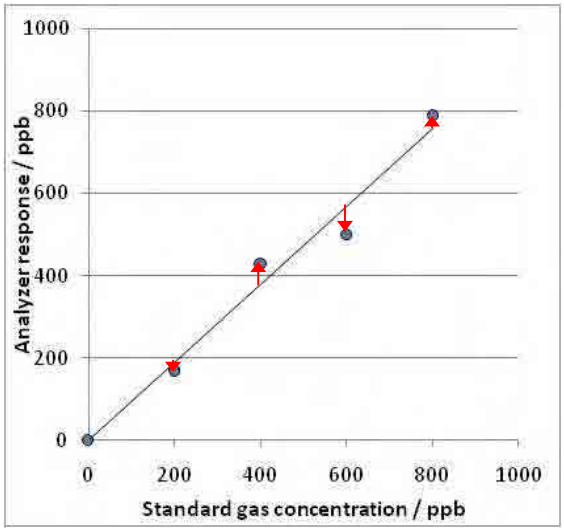


Fig. 6,1 Linia de regresie şi deviațiile

Formula de calcul pentru linia de regresie este aceeaşi cu cea descrisă în ASRO SR EN 14în ASRO SR EN 14211, Anexa B, punct B.1.

Testarea liniarității presupune afişarea diferențelor dintre concentrațiile în fiecare punct şi linia de regresie (conform fig. 6.1). Valoarea de raportat se calculează fie ca raportul dintre diferența cea mai mare dintre cele cinci puncte şi domeniul de folosire, fie ca raport în procente dintre această diferență şi concentrația de introducere.

In standardele ASRO nu este specificat dacă raportarea se face la domeniul de folosire sau concentrația de introducere.

6.2.2 Concentrația de background

In cazul unui număr n de puncte de măsurare, zgomotul de fond se va calcula conform formulei de mai jos.

$$R \quad \overline{r^{2} + r^{2} + \quad + r^{2}}$$

6.2.3 Deviația de zero şi deviația de capăt de scală

Datele se calculează conform instrucțiunilor de la paragraful 8.4.4 „Deviația pe termen scurt” din standardul românesc SR EN 14211.

6.2.4 Repetabilitatea

Datele se calculează conform instrucțiunilor de la paragraful 8.4.5 „Deviația standard la repetare” din standardul românesc SR EN 14211

6.3 Excluderea datelor provenite din operarea neadecvată

In cazul evenimentelor de genul celor de mai jos (incluzând greşeli ale personalului), datele măsurate se exclud de la calcule.

1） Date citite înainte de stabilizarea răspunsului analizorului.

2） Instabilitatea răspunsului analizorului.

3） Probleme de alimentare cu energie electrică: întreruperi de current sau variații de tensiune.

4） Variații de temperatură ambiantă în afara ariei 25±1℃, din cauza unor eventuale defecțiuni ale sistemelor de condiționare a aerului.

5） Deschiderea ferestrelor sau uşilor pentru ventilare.

7. Mentenanță

7.1 Mentenanță periodică

7.1.1 Butelii gaz- standard

O dată pe lună se scoate regulatorul de la butelia de gaz-standard NO şi se purjează deschizându-se robinetul principal pentru o clipă. Atunci când presiunea din butelii scade sub 10 bar, se înlocuieşte butelia cu una nouă.

Se respectă termenele de valabilitate ale gazului-standard înscrise pe butelie. Buteliile expirate se returnează la furnizorul de gaz-standard.

7.1.2 Generator gaz-zero

O dată la şase luni se introduce în analizor N2 şi se verifică poziția zero a analizorului. Astfel se verifică dacă puritatea gazului-standard generat nu a scăzut.

Se înlocuiesc periodic catalizatorul pentru eliminarea CO şi HC din interiorul generatorului de gaz-zero, precum şi cărbunele activ şi filtrele purafil din exteriorul acestuia. Perioada de folosire a acestora depinde de timpul total de generare a gazului-zero. Referitor la catalizatorii pentru eliminarea CO şi HC, producătorul recomandă un timp de înlocuire de 9000 de ore.

7.1.3 Echipament diluator EDA-2000

De fiecare dată după folosirea dilutorului se face operațiunea de purjare.

Anual se înlocuieşte filtrul cu cărbune activ şi filtrul purafil destinat procesării gazului eliminat.

In scopul de a inspecta precizia diluării, anual se introduce în analizoare gaz-standard de concentrație scăzută şi se testează păstrarea senzitivității lor. De exemplu, se diluează gaz-standard de 2000pm şi se calibrează analizorul, după care se introduce direct gaz de 20ppm nediluat. In cazul în care analizorul afişează tot 20ppm, dilutorul funcționează bine.

Anual se inspectează debitele controlate de cele două debitmetre de masă ale aparatului EDA-2000 prin branşarea unui debitmetru-standard în urma lor. Inspecția se face pentru fiecare debitmetru în câte şase puncte: pentru MFC1 şi MFC2 0, 20, 40, 60, 80, 90 ml/min, pentru MFC3 0, 200, 400, 600, 800, 900 ml/min, pentru MFC4 0, 2000, 4000, 6000, 8000, 9000 ml/min şi se evaluează erorile şi liniaritatea.

7.1.4 Altele

Ieşirea analizorului de ozon nu este prevăzută cu tub cu cărbune activ. Din această cauză, dacă la testarea analizorului de ozon se introduce în continuu gaz-standard ozon, aceasta grăbeşte îmbătrânirea diafragmei pompei de absorbție. Din această cauză este necesară atenție la concentrația şi timpul de introducere a gazului.

7.2 Stabilirea nivelului de precizie cu etaloane de trasabilitate de nivel superior

Precizia de diluție a dilutorului depinde în mare măsură de precizia ajustării debitmetrelor de masă incorporate. Din punct de vedere a trasabilității debitului, fiecare dintre debitmetrele dilutorului se va inspecta anual folosindu-se un aparat de nivel superior (standard de stat) şi se va arhiva certificatul de revizie.

Anexez aici pentru referință materialul de mai jos, deşi nu este relevant pentru procedura de față:

In Laboratoarele Naționale de Referință, generatorul de ozon OGD-2000PT este folosit precum standard de transfer pentru concentrația de ozon. O dată pe an, este necesar ca el să fie calibrat fie prin trimiterea la producător şi calibrarea cu ajutorul unui aparat de nivel superior, fie la o instituție deținătoare de etaloane O3SRP din sistemul NIST.

7.3 Controlul deşeurilor

Absorbanții, catalizatorii, etc.rămaşi după înlocuire la mentenanța periodică vor fi procesați conform instrucțiunilor statului sau ale autorităților regionale.

7.4 Măsuri de securitate

In cazul scurgerii de gaz-standard de concentrație înaltă în laborator, se va proteja sănătatea personalului deschizându-se uşile şi ferestrele imediat pentru ventilarea camerei. Se vor inspecta eventuale îndoiri sau striviri la conductele de PCV destinate eliminării gazelor extinse de la sistemul de diluție în afara camerei.

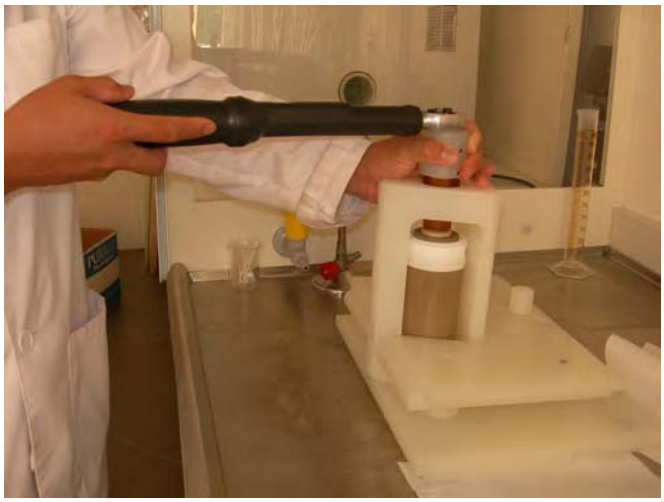
MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel
021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

5.2 Curs de tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

Training Course of Heavy Metal Measurement Technique in the Air

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた大気中の重金属類の測定技術に関する研修コース



ETHOS D
2007.08.27

2008.08.12

deltaCal

Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Zi	Tema abordată
1	Cuvînt de deschidere
	Explicarea conţinutului instruirii
	Despre standardului SR EN14902:2007
	AAS în cuptor grafit - Aplicatii pentru analizele de mediu
	Efectuarea unor aplicaţii practice ale AAS pe cuptor
2	Tehnici în digestia cu microunde. digestia pulbe filtre , dificultăţi întâmpinate
	Prezentarea material de referinţa certificat (BCR038)
	Aplicaţii practice ale digestiei cu microunde
	Prezentarea sistemului de prelevare pe filtre a pulberilor din atmosferă
	Aplicaţii practice verificarea debitlui cu DELTA CAL
3	Aplicaţii practice ale AAS pe cuptor determiinarea ratei de recuperare
	Probleme întâmpinate la utilizarea AAS şi rezolvarea lor
	Cuvînt de Închidere

日	テーマ・研修内容
1 日目	研修コース開始の挨拶
	研修内容の説明
	SREN14902:2007 規格について
	AAS-フレームレス法 環境中の分析
	機器を用いた AAS グラファイトファーネス法の実習
2 日目	マイクロウェーブ マイクロウェーブを用いたろ紙試料の前処理操作に関する高度なテクニック
	認証標準物質の紹介（BCR038）
	マイクロウェーブを用いた前処理操作の実習
	大気中のろ紙採取法システムの紹介（PM10 サンプラー）
	流量校正器（Delta Cal）による PM10 サンプラーの流量確認の実習
3 日目	AAS グラファイトファーネスを用いた標準試料による添加回収試料の実習
	AAS 測定において問題が生じた場合の解決法
	研修コース終了の挨拶

Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた

大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Manual pentru curs

研修コース

Teoria Despre standardului SR EN14902:2007

SREN14902:2007 規格について

Secțiunea 1

セクション 1

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTĂRII DURABILE
AGENŢIA NAŢIONALĂ PENTRU PROTECŢIA MEDIULUI

Despre Standardului de Analiză SR EN14902:2007

DLNR, Agenţia Naţională pentru Protecţia Mediului
2009 Bucureşti

1. Cerinţele bazate pe standardul de analiză SR EN14902:2007

- Încercări de etanşeitate la prelevatorul de PM10
- Verificarea debitului la prelevatorul de PM10
- Verificarea liniei de regresie a curbei de calibrare
- Verificarea reactivilor-martor
- Verificarea filtrului martor de laborator
- Verificarea filtrului martor de teren
- Setarea limitei de detecţie instrumentală
- Setarea limitei cantitative
- Verificarea stabilităţii echipamentelor
- Verificarea ratei de recuperare adiţionale
- Teste de capabilitate cu materiale de referinţă certificată, etc

2. Cerinţele de verificare a performanţelor prelevatorului de PM10

Proceduri	Frecvenţa	Criteriu de acceptare	Acţiunea, dacă se află în afara criteriului
Încercări de etanşeitate	Înainte de începerea campaniei de prelevare şi cel puţin la fiecare trei luni	Nu detectează neetanşeităţi	Urmărire instrucţiuni producător
Verificare debit	Înainte de începerea campaniei de prelevare şi cel puţin la fiecare trei luni	Abaterea nu este mai mare de 5% din valoarea nominală	Ajustare debit

3. Ce metodă de verificare folosim ?

- Înregistrăm date

4. Curba de etalonare

- În cazul GF-AAS, coeficientul de determinare $R^2 > 0.995$ pentru fiecare analiză.
  D.ex) se înregistrează coeficienții în tabele și pantele în grafice.
- Se decide câte puncte se folosesc în curba de etalonare.
  D.ex) Cel puțin 5 puncte, incluzând punctul zero.
- Se indică în clar metoda de elaborare a curbei de etalonare.

5. Verificarea Reactivilor-Martor și a Filtrului-Martor

Trebuie satisfăcut domeniul valorilor limitei de detecție de 0.5 ~ 2.1ng/m^3 specificate în standardele europene.

- Când facem această verificare ?
  Verificăm la fiecare lot.
- Ce metodă folosim ?
  D.ex) Media valorilor a 5 valori și de 3 ori deviația standard (Japonia) sau media a 7 valori-martor și de 3 ori deviația standard (SUA APM)
- Ce metodă de control folosim ?
  Controlăm cu graficul făcut ce cuprinde valorile-martor din fiecare lot.

6. Verificarea Filtrului-Martor de Teren

Criteriul este să nu se depășească media valorilor filtrelor-martor.

- Când facem această verificare ?
  1 din cele 20 de probe de la fiecare loc de prelevare
- Metoda de încercare (SR EN14902:2006)
  Proba-martor se instalează la fel cu filtrul pt. probă în cartușul aparatului de prelevare și se recuperează la fel cu filtrele neutilizate.
- În cazul neîndeplinirii criteriului.
  Anulăm rezultatele probelor măsurate simultan.
  Nu le luăm în calcul.

7. Limita de Detecție Instrumentală

Trebuie satisfăcut domeniul limitei de detecție a metodei de analiză.

- Metoda de încercare (SR EN14902:2007).
  Factorul valorii de încredere de 95% al distribuției T se aplică la devierea standard a operației cu reactiv-martor.

$$s_{RBa} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (\bar{c}_{RBa} - c_{RBa,i})^2}{n-1}} \qquad DL_{Ia} = t_{f=n-1,P=0,95} \cdot s_{RBa}$$

D.ex) În cazul rezultatelor a șapte încercări-martor 2.365 x 7 (devierea standard a rezultatelor celor 7 teste-martor).

8. Verificarea ratei de recuperare

Cerință:rata de recuperare să fie între 90% și 110%.

- Când efectuăm verificarea ?
  La dezvoltarea metodei de analiză și cel puțin la fiecare 6 luni.
- Metoda de verificare.
  Se determină 7 probe de filtru ce conțin plumb standard de concetrație cunoscută și rata lor medie de recuperare. Se înregistrează rezultatele obținute.

9. Testarea Materialelor de Referință Certificată

Cerință:rata de recuperare să fie între 90% și 110%.

- Când efectuăm verificarea ?
  La dezvoltarea metodei de analiză și cel puțin la fiecare 6 luni.
- Metoda de testare .
  Test de capabilitate tehnică cu BCR 038 sau cu produse similare.

10. Raportarea rezultatelor

1. Referire la acest standard european şi standarde suplimentare;
2. Identificarea completă a probei (probelor);
3. Tipul de prelevator folosit;
4. Descrierea fiecărui loc de prelevare;
5. Durata de prelevare şi volumul de aer prelevat;
6. Tipul de filtru;
7. Rezultatele determinărilor exprimate în ng/m3 aer;
8. Dacă concentraţia măsurată de Pb, Cd, As şi Ni în aerul înconjurător este mai mică decât limita de detecţie a metodei rezultatul trebuie raportat ca „mai mic decât limita de detecţie a metodei";
9. Dacă concentraţia măsurată de Pb, Cd, As şi Ni în aerul înconjurător este mai mică decât limita de cuantificare trebuie indicat că rezultatul, dacă este raportat, este „mai mic decât limita de cuantificare";
10. Orice caracteristici neobişnuite notate în timpul determinării;
11. Limitele de detecţie ale metodei;
12. Limitele de cuantificare şi cum au fost acestea calculate;
13. Incertitudinea extinsă şi cum a fost estimată;
14. Valorile filtrului martor din laborator, atunci când a fost realizată corecţia martorului;
15. Valorile filtrului martor de teren;
16. O scurtă descriere a procedurii de analiză (incluzând tehnica analitică şi procedura de dezagregare);
17. Orice abateri de la acest standard european.

11. Sumar

- Se decid formatele de înregistrare a rezultatelor de analiză și alte date și se înscriu înregistrări la fiecare măsurare.
- E dificilă satisfacerea cerințelor standardului SR EN14902:2007.

Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた

大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Manual pentru curs

研修コース

Teoria Spectrometriei de Absorbție Atomica in Cuptor Grafit – Aplicații pentru Analizele de Mediu

AAS グラファイトファーネス法 -環境中の分析

Secțiunea 2

セクション 2

Teoria spectrometriei de absorbtie atomica in cuptor grafit

Absorbtia atomica in cuptor de grafit este termenul folosit pentru a descrie producerea de atomi prin incalzire electrica. Desi au fost utilizate si alte materiale si modele de cuptor, in general se utilizeaza un cuptor de grafit, mic, de forma cilindrica incalzit pana la temperaturi de pana la 3000 °C. Sensibilitatea unui atomizor electrotermic este data de concentratia atomilor de interes ce sunt tinuti in interiorul cuptorului pentru un anumit timp.

Cand proba este atomizata se inregistreaza un semnal maxim scurt. Producerea de atomi depinde de:

- viteza de incalzire si temperatura de atomizare;
- interferentele ce pot aparea datorita matricei probei;
- suprafata atomizorului si gazul din atomizor.

Indepartarea atomilor din celula probei depinde de:

- forta de expansiune a gazului prin orificiul de injectie al cuptorului;
- difuziunea prin peretele atomizorului si recombinarea chimica a atomilor de interes.

Este necesar un spectrometru care sa dea un raspuns rapid pentru ca peak-ul masurat este obtinut pentru durata scurta. Forma peak-ului (numarul maxim de atomi detectati) poate da informatii esentiale privind efectele fizice si chimice care au aparut in timpul perioadei de masurare.

O istorie la nivel comercial a spectrometriei de absorbtie atomica pe cuptor de grafit se crede ca a inceput de la lucrarea lui Kings publicata in 1908. Kings a folosit un cuptor cu tuburi incalzite pentru a observa spectrul atomilor de metal. Primul atomizor modern electrotermic folosit a fost descris de catre L'vov. Proba a fost plasata pe un electrod care a fost introdus intr-un tub de grafit incalzit. Atomizarea s-a realizat prin obtinerea unui arc electric intre electrodul pe care se afla proba si peretele de grafit. In modelele mai noi de cuptoare de grafit, atomizarea se realizaeaza prin aplicarea unui curent electric la capetele cuptorului de grafit.

Cele mai multe atomizoare electrotermice comercializate sunt bazate pe modelul Massmann in care curentul electric ce trece prin tubul de grafit actioneaza ca sursa de caldura pentru atomizare.

Diferentele esentiale intre modelul L'vov si Masmann este ca modelul L'vov functioneaza la tensiune inalta si curent de intensitate joasa in timp ce cuptorul tip Massmann functioneaza la tensiune mica si curent mare. Conceptul cuptorului Massmann este usor de fabricat si utilizat, injectarea directa a probei permite o automatizare simpla si o precizie buna. Oricum, analitul este atomizat intr-o atmosfera in care temperatura se modifica rapid, ceea ce permite producerea moleculelor de analit in atmosfera cuptorului de grafit. Atomii sunt formati cand temperatura este destul de inalta si moleculele analitului pot disocia. In modelulul L'vov, producerea moleculelor a fost mai slaba deoarece atomizarea s-a realizat intr-un tub preincalzit. L'Vov a sugerat mai tarziu folosirea unei platforme solide de grafit in cuptorul tip Massmann. Platforma va fi incalzita prin radiatia data de incalzirea cuptorului si aceasta va intarzia atomizarea analitului pana cand conditiile izotermice vor fi mai usor de atins.

Formarea de atomi pot implica cateva reactii chimice intre:

- matricea probei;
- substantele chimice adaugate;
- gazele introduse;
- carbonul de la cuptorul de grafit;

Acestea pot produce o varietate de specii ale analitului. Deci proba are nevoie de tratament chimic sau termic inainte de analiza pentru a reduce interferentele prezente. Tratamentul poate fi realizat inainte de introducerea in atomizor, dar avantajele tratamentului "in situ", cum ar fi reducerea contaminarii si timpul total de analiza sunt evidente. Pentru a putea fi posibil acest tratament, proba, in cuptor, trebuie sa treaca prin anumite etape. Acestea sunt: uscarea, aducerea sub forma de cenusa si atomizare. De fapt aceasta poate fi relativ complicat, implicand schimbarea temperaturilor, timpilor si introducerea diferitelor gaze la diferite debite.

Aceste conditii pot varia considerabil intre diferitele modele de cuptoare care au nevoie de optimizare inainte de realizarea unor analize acceptabile.

Probele solide, gazoase si lichide pot fi analizate in cuptorul de grafit. Probele lichide sunt de obicei pipetate direct in cuptorul de grafit folosindu-se un autosampler sau pot fi introduse sub forma de aerosoli.

Teoria corectiilor de fond spectral (background) si a interferentelor

Interferentele in masuratorile spectrometrice de absorbtie atomica apar atunci cand constituentii probei prezinta absorbante care difera fata de la o solutie aposa etalon de concentratie identica cu cea a analitului. Cauza acestor interferente poate fi:

- fizica
- spectrala
- chimica

Interferentele fizice depind de tensiunea superficiala si vascozitatea probei. Datorita gradientului foarte mare de temperatura de-a lungul atomizorului orice variatie a pozitiei probei poate duce la o variatie in raspunsul semnalului.

Difuziunea variabila a probei din cuptor poate aparea si avea ca urmare pierderea analitului. Prezenta oricarui reziduu de la probele de dinainte poate cauza imprastierea si difuzia probei.

Interferentele chimice pot aparea daca analitul reactioneaza cu matricea constituentilor si pot aparea fie in faza condensata, fie in faza de vapori. Pierderile de analit datorita volatilitatii analitului sau compusilor acestuia, trebuie de asemenea luate in considerare.

Interactiunea atomilor in faza gazoasa cu alti atomi si molecule este mai mare intr-un mediu care se schimba din punct de vedere termic, cum ar fi in timpul atomizarii. Interferentele fizice pot fi anulate prin diluarea probei cu apa, acizi. Interferentele chimice se pot minimaliza prin adaugarea unor modificatori chimici.

Fosfatul acid de amoniu este un modificator utilizat pentru a elimina clorurile si formeaza fosfati stabili permitand indepartarea constituentului matricei probei cu care interfera si conduce la stabilizarea termica a analitului.

Azotatul de amoniu se foloseste in mod frecvent pentru a elimina interferentele datorate clorurii de sodiu si actioneaza prin formarea si prin indepartarea ulterioara a azotatului de sodiu si clorurii de amoniu. Oxigenul din timpul formarii cenusii se poate folosi pentru indepartarea oricarui reziduu de carbune din proba.

Reactiile in faza de vapori din timpul atomizarii sunt controlate prin obtinerea conditiilor aproximativ izotermice folosindu-se fie temperaturi constante, fie platforme

tip cuva. Intr-un atomizor cu temperatura constanta, proba se introduce intr-un cuptor preincalzit in forma gazoasa sau solida. O sonda ce consta dintr-o tija de grafit se introduce in atomizor pentru uscare si aducere sub forma de cenusa, dupa care se scoate si atomizorul este incalzit la temperatura de atomizare; sonda se introduce in atomizor unde proba este atomizata. O platforma L'Vov consta dintr-o tavita plasata in interiorul atomizorului. Tavita se incalzeste de la radiatia peretilor atomizorului intarziind atomizarea probei pana cand gazul din interior este cald.

Pot aparea interferente spectrale. O linie spectrala se suprapune atunci cand este prezenta in monocromator o linie absorbanta de la specii diferite de atomi. Acest fenomen desi este rar, trebuie avut in vedere. Un exemplu de linie spectrala suprapusa apare la seleniu intr-o matrice de fier. Cele mai multe elemente au multe lungimi de unda care pot fi folosite pentru analiza, permitand evitarea interferentelor spectrale.

Prezenta unei concentratii mari de matrice in timpul atomizarii poate avea drept rezultat imprastierea fascicolului de raze incidente.

Moleculele atomilor in stare de vapori pot conduce la o absorbtie moleculara acoperind o banda larga de lungimi de unda. Interferentele nespectrale necesita utilizarea unui sistem de corectie a fondului spectral (backgroundului) pentru a compensa orice absorbtie aditionala, alta decat cea de la atomii analitului. Atat timp cat semnalul pentru analit si background-ul sunt compuse, o modificare rapida aparuta in momentul masurarii poate sa faca ca analiza sa nu mai fie reproductibila si atunci este necesara o corectie simultana.

Exista cateva metode simultane de corectare a backgroundului. Acestea sunt surse de corectie continua, sistemele de corectie Zeeman si Smith-Hieftje. Sursa continua de corectie se bazeaza pe absorbtia analitului, aceasta fiind doar o fractie a radiatiei totale din baza spectrala a monocromatorului deoarece latimea liniei analitului este relativ ingusta. Daca apare vreo absorbtie a backgroundului atunci cand se utilizeaza o sursa continua, determinarea absorbantei analitului se scade din absorbanta masurata. Deoarece se folosesc doua surse este necesara o aliniere atenta si o potrivire a intesitatilor. Sursele trebuie sa se schimbe rapid pentru a scadea corectia backgroundului.

Corectia backgroundului se poate realiza prin folosierea efectului Zeeman. Aceasta se intampla cand vaporii atomici emisi sau absorbiti sunt expusi unui camp

magnetic puternic iar spectrul este impartit in linii spectrale. In cazurile cele mai simple (cadmiu, magneziu, zinc) rezonanta liniei se imparte intr- o componenta π si doua componente σ. Componenta π ramane la lungimea de unda a liniei de rezonanta, in timp ce componentele σ sunt plasate echidistante de fiecare parte. In plus, intr-un camp magnetic puternic, componenta π se polarizeaza in plan paralel cu campul magnetic, in timp ce componentele σ sunt polarizate la 90° in campul magnetic. Corectia backgroundului prin efectul Zeeman foloseste un polarizator pentru a separa cele doua componente. In campuri magnetice putemice si folosind un polarizator, linia de emisie se separa de la orice absorbtie, datorita analitului si doar backgroundul se masoara. Simpla deducere a backgroundului din absorbtia combinata permite masurarea absorbantei analitului. Avantajele sistemului Zeeman sunt apropierea lungimii de unda si a corectiei backgroundului in aceeasi arie cu a analitului. Dezavantajele sistemului Zeeman de corectie a backgroundului includ reducerea sensibilitatii analitului si un efect numit autoabsorbtie a liniei spectrale in centrul acesteia (rollover), care poate rezulta in cresterea curburii liniei de calibrare si valori eronate in concentratia valorii analitului. Reducerea sensibilitatii se datoreaza componentei σ care nu se separa complet de linia de rezonanta, contribuind la masurarea absorbantei analitului si backgroundului. Cand creste concentratia analitului, absorbanta lui incepe sa se satureze. Componenta π se satureaza inainte de componenta σ care contribuie in plus la valoarea absorbantei.

O valoare mare a absorbantei apare atunci cand se masoara, si absorbanta backgroundului care continua sa creasca odata cu concentratia analitului, dupa ce absorbanta combinata s-a saturat.

Deci la valori duble ale concentratei- apare fenomenul de autoabsorbtie (rollover).

Sistemul Smith-Hieftje de corectie a backgroundului foloseste o singura sursa pentru corectarea backgroundului analitului. O lampa catodica cavitara pulseaza de la curent de valoare mica pana la curent de valoare mare. Lampa produce o linie de emisie normala, in timp ce curentul de valoare mare genereaza o linie spectrala lata care se autoabsoarbe.

Absorbanta datorata in principal backgroundului se poate masura la curent inalt si dedusa din absorbanta comuna a analitului si backgroundului la curent de joasa tensiune.

Suprapunerea celor doua masuratori, poate duce la o scadere a sensibilitatii. O suprapunere similara cu cea observata la sistemul Zeeman poate aparea si aici.

Un compromis intre sensibilitate si corectarea background-ului este necesara pentru un sistem de corectare a backgroundului. Factori cum ar fi costul, manevrarea usoara si increderea trebuiesc de asemnea luati in considerare.

O sursa continua de corectare de background poate suferi probleme de aliniere. Sistemele Zeeman si Smith-Hieftje pot face fata cu un background crescut dar apar probleme de suprapunere a liniilor spectrale si pierderea sensibilitatii intr-o oarecare masura.

Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Manual pentru curs

研修コース

Aplicații Practice pe Cuptor

AAS グラファイトファーネス法の実習

Secțiunea 3

セクション 3

Lucrul pe cuptor

1. Deschideti programul pentru spectrometrie de absorbtie atomica prin dublu-click pe iconita **SOLAAR**. Programul va deschide ultima metoda si baza de date utilizate. Pentru a schimba baza de date, mergeti la **'FILE' CLOSE/ RESULTS** si apoi alegeti una din urmatoarele optiuni: **'FILE' OPEN RESULTS** pentru a deschide o baza de date existenta sau **'FILE' NEW RESULTS** pentru a crea o noua baza de date.
2. Dati click fie pe iconita **METHOD** fie pe **'EDIT' METHOD**. Metoda se va deschide la pagina **General**. Introduceti numele metodei, numele operatorului si descrierea metodei. Alegeti tehnica de atomizare pe cuptor de grafit din meniu, mergand in jos cu mouse-ul.
3. Dati click pe **SEQUENCE TAB** in metoda si introduceti toate elementele pe care vreti sa le analizati. Elementele pot fi introduse daca dati click pe optiunea **CHANGE ELEMENT** sau **ADD ELEMENT** la baza paginii sau daca dati click-dreapta pe element si selectati **CHANGE ELEMENT** sau **ADD ELEMENT**. Selectati toate actiunile pe care doriti sa le asociati analizei cum ar fi: calibrarea si numarul de probe prin click-dreapta in secventa diagramei prin selectarea optiunii **INSERT ACTION**, si o pagina cu meniu contxtual va aparea. Alegeti actiunile relevante si numarul de probe de analizat. Informatia probei poate fi modificata in coloana **SOLUTION ID** prin tiparirea peste setarile initiale ale aparatului.
4. Dati clic pe **SPECTOMETER TAB** in metoda. Setarile initiale pentru elementul activ va vor fi prezentate. Dati clic pe **ELEMENT BUTTONS** in partea dreapta sus a paginii pentru a vedea **(VIEW)** si a edita **(EDIT)** setarile pentru spectrometru la fiecare element selectat. Modificati setarile daca este necesar utilizand meniul contextual sau introducand un numar relevant.
5. Dati clic pe **FURNANCE TAB** in metoda. Setarile initiale pentru elementul activ va vor fi prezentate. Dati clic pe **ELEMENT BUTTONS** in partea dreapta sus a paginii si veti putea vizualiza si edita setarile pentru atomizarea pe cuptor de grafit la fiecare element selectat. Modificati setarile daca este necesar utilizand meniul contextual sau introducand un numar relevant.

6. Dati clic pe **AUTOSAMPLER TAB** in metoda. Daca autosamplerul va fi folosit pentru metoda bifeaza **USE THE AUTOSAMPLER** pentru a activa pagina cu autosampler. Introduceti parametri de preparare a solutiilor etalon si volumul injectiei folosind coborarea in meniu si introduceti informatii despre orice modificator de matrice in lista cu modificatori de matrice. Asigurati-va ca pagina autosamplerului este setata pentru fiecare element care urmeaza a fi analizat.

7. Dati click **CALIBRATION TAB** in metoda. Selectati tipul calibrarii cerute in meniul contextual. Introduceti unitatile de concentratie dorite. Introduceti numarul si concentratiile tuturor solutiilor etalon pentru metoda. Asigurati-va ca optiunile de calibrare au fost setate pentru fiecare element de ananlizat.

8. Cand toate datele au fost introduse in metoda dati click pe butonul **OK** din partea de jos a paginii.

9. Dati click pe **LAMP ICON** sau mergi la **'EDIT'LAMPS** pentru a deschide pagina lampii. Fixati lampile cerute in turetul lampilor.

Lampile codificate–vor fi recunoscute automat de softul aparatului.

Lampile necodificate- se introduc manual specificandu-se pozitia in carusel. Dati click-stanga in pagina lampilor pe elemente la numarul cerut de pozitie, alegeti elementul din sistemul periodic.Introduceti curentul maxim de operare, localizat pe o parte a lampii. Aprindeti lampile dand click in caseta **STATE** din dreptul acelei lampi. Aprindeti lampile de interes si dupa aceea inchideti pagina lampilor si asteptati circa 15-30 de minute pentru ca lampile sa se incalzeasca si sa se stabilizeze.

10. Daca folositi autosamplerul, deschideti **ASLG** (Ghidul Utilizarii Autosampler-ului) si dati clic **'VIEW'ASLG** si plasati solutiile etalon si probele in pozitiile indicate.

11.Deschideti fereastra **RESULTS**, si fixati dimensiunea si pozitia ferestrei astfel incat rezultatele sa poate fi vizualizate. Deschideti si fixati dimensiunea si pozitia si pentru alte ferestre pe care doriti sa le accesati in timpul analizei **SPECTROMETER, CALIBRATION, FURNANCE STATUS** etc.

12. Aliniati autosamplerul, spalati autosamplerul si curatati cuveta, inainte de analiza

13. Pentru a analiza probele, dati clic pe **ANALYSE ICON** sau **ACTION/ANALYSE**. Pagina de incepere a analizelor se deschide. Introduceti numele analizei, numele operatorului si detaliile analizei si dati click pe **ANALYSE**. Urmati indicatiile de pe

ecran. Toate datele sunt automat salvate in baza de date impreuna cu metoda si detaliile analizei.

Cuprins

Experimentul 1 – Fixarea si alinierea cuptorului de grafit si a autosamplerului

Experimentul 2 – Dezvoltarea unui program pentru cuptorul de grafit

Experimentul 3 – Factorii care afecteaza forma peak-ului

Experimentul 4 – Utilizarea corectiei de background Zeeman

Experimentul 5 – Punerea la punct a unei metode spectrometrice de absorbtie atomica pe cuptor de grafit

Experimentul 1

Fixarea si alinierea cuptorului de grafit si a autosamplerului

Pentru o functionare optima a sistemului este important ca cuptorul si autosamplerul sa fie corect montat si aliniat si toate componentele sa fie curate.

1. Fixarea si alinierea cuptorului
    a) Pentru instructiuni detaliate privind fixarea si alinierea cuptorului, consultati Manualul Operatorului.
    b) Pentru a conditiona o noua cuveta analizati alinierea autosamplerului si masurati de 10 ori solutia etalon cu concentratia cea mai mare si solutia blank de 3 ori.
2. Fixarea si alinierea autosamplerului

Cand capul cuptorului este corect aliniat, autosamplerul poate fi si el montat si aliniat. Conectati cablul si liniile de gaz inert la dispozitivele alocate in unitatea de alimentare a cuptorului

Bratul de preluare a probei trebuie aliniat cu capul cuptorului astfel pentru a asigura o miscare libera a capilarului spre orificiul de injectie al cuvetei.

a) Folosind programul Solaar, miscati bratul astfel incat sa fie pozitionat in orificiul de injectie al cuvetei
b) Ajustati pozitia autosamplerului in fiecare plan diagonal prin rotirea surubului montat la partea de sus a mainii stangi aproape de colt si surubul montat sub partea dreapta a autosampler-ului Varful capilarului trebuie sa intre si sa se miste liber in orificiul de injectie al cuvetei
c) Luati o oglinda tip dentist si tineti-o in mana dreapta –contra ferestrei drepte a cuptorului, sau activati GFTV si observati pozitia varfului capilarului in cuveta. Pozitia corecta este de aproape 1 mm din varful capilarului pina la peretele cuvetei .

Experimentul 2

Dezvoltarea unui program pentru cuptorul de grafit

Orice program pentru cuptorul de grafit prespupune 4 etape:

1) Uscarea – inlaturarea solventului
2) Cenusarea (calcinarea) – inlaturarea matricei
3) Atomizarea – producerea norului de atomi si masurarea propriu-zisa
4) Curatarea cuvetei – indepartarea oricarui reziduu de analit sau matrice

Fiecare etapa poate consta dintr-un anumit numar de faze daca este necesar. Programul ideal va produce cenusa la cea mai inalta temperatura posibila fara pierdere de analit ceea ce va reduce interferenta datorita matricei la minim. Atomizarea se produce la cea mai mica temperatura fara micsorarea sensibilitatii si aceasta va prelungi viata cuvetei.

Aceasta procedura va fi demonstrata utilizand solutii etalon apoase de Pb.

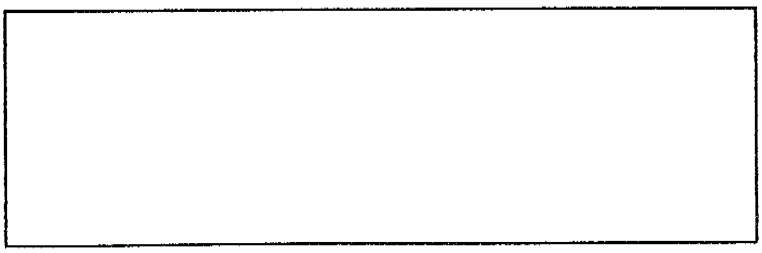
Solutiile cuprind: 10 µg/l Pb, 1,0% m/v fosfat de amoniu- modificator de matrice si o proba necunoscuta de Pb este furnizata.

	Temp. (°C)	*Timp (s)*	*Rampa (°C/S)*	*Tip de gaz*	*Debit Gaz (L/min)*	*Comanda*	
Faza 1(uscare)	*100*	*30*	*10*	*2 Inert*	*0.2*		
Faza 2 (calcinare)	*800*	*20*	*150*	*2 Inert*	*0.2*		
Faza 3 (atomizare)	*1200*	*3*	*0*	*2 Inert*	*0*	*RD*	*TC*
Faza 4 (curatare)	*2500*	*3*	*0*	*2 Inert*	*0.2*		*TC*

a) Injectati 10 µl de etalon de 10 µg/l Pb si 5 µl solutie de modificator de matrice $(NH_4)_3PO_4$ folosind conditiile initiale , faceti cate 3 replicate probelor si utilizati un cuptor ELC.
   Inaltimea pic-ului =
   RSD% =

b) Repetati experimentul a) dar cititi o singur replicat. Urmariti fazele de uscare si calcinare folosind GFTV si/sau profilul uscarii si optimizarii temperaturii de uscare, timpul si rampa. Notati orice schimbare facuta si efectul lor.

c) Cu faza de uscare optimizata executati un program calcinare/atomizare pentru a determina temperaturile optime de calcinare si atomizare.
   Temperatura optima pentru calcinare =
   Temperatura optima de atomizare =
   Schitati profilul graficului calcinare/atomizare



d) Realizati 3 replicate pe etalonul de 10 µg/l Pb, cu metoda optimizata;
Inaltimea picului =
RSD% =

e) Folositi valorile optime pentru a analiza proba necunoscuta cu o curba de calibrare de 3 etaloane. Folositi autosamplerul pentru a prepara un etalon de 10 µg/l Pb.
Concentratia probei necunoscute = RSD% =

f) Reluati experimentul shimband curba de calibrare

g) Daca aveti timp comparati precizia obtinuta folosind volume variabile de etalon.

Experimentul 3

Alti factori care pot influenta forma picului

Folosind conditiile optime pentru analiza plumbului obtinute in experimentul anterior comparati rezultatele cu urmatoarele experimente.

a) Analizati etalonul de 10 µg/l Pb fara sa adaugati modificator de matrice.
b) Analizati etalonul de 10 µg/l Pb cu un debit de gaz in faza de atomizare de 0,2 l/min. Care este efectul cresterii debitului de gaz asupra sensibilitatii si in ce circumstante se foloseste aceasta?
c) Folositi autosamplerul pentru a prepara solutiile etalon pentru realizarea unei curbe de calibrare la 217 nm si la 283,3 nm.
d) Analizati etalonul de 10 µg/l Pb fara controlul temperaturii. Care este efectul asupra semnalului de Pb si asupra semnalelor de background prin inlaturarea comenzii TC si folosind pentru controlul temperaturii doar tensiune
e) Repetati experimentul c) dar dublati temperatura si timpul de atomizare.

Experimentul 4

Utilizarea corectiei de background Zeeman

Analiza Cu

Introduceti parametrii optimi pentru Cu folosind conditiile initiale din programul de mai jos.

Solutiile utilizate sunt: 10 µg/l Cu si o proba necunoscuta . Analizati proba necunoscuta utilizand 3 etaloane de Cu in prezenta sau in absenta corectiei de background Zeeman.

	Temp. (°C)	*Timp (s)*	*Rampa (°C/S)*	*Tip de gaz*	*Debit Gaz (L/min)*	*Comanda*	
Faza 1(uscare)	*100*	*30*	*10*	*3 Inert*	*0.2*		
Faza 2 (calcinare)	*850*	*20*	*150*	*3 Inert*	*0.2*		
Faza 3 (atomizare)	*2100*	*3*	*0*	*3 Inert*	*0*	*RD*	*TC*
Faza 4 (curatare)	*2500*	*3*	*0*	*3 Inert*	*0.2*		*TC*

Analiza Se intr-o matrice de sange bogata in Fe

Se pregateste o solutie ce contine 20 ppb Se in 500 ppm Fe. Analiza probei de Se se realizeaza cu si fara corectie Zeeman. Comparati picurile celor doua semnale.

	Temp. (°C)	***Timp (s)***	***Rampa (°C/S)***	***Tip de gaz***	***Debit Gaz (L/min)***	***Comanda***	
Faza 1(uscare)	*100*	*50*	*10*	*3 Inert*	*0.2*		
Faza 2 (calcinare)	*1100*	*20*	*150*	*3 Inert*	*0.2*		
Faza 3 (atomizare)	*2200*	*3*	*0*	*3 Inert*	*0*	*RD*	*TC*
Faza 4 (curatare)	*2500*	*3*	*0*	*3 Inert*	*0.2*		*TC*

Intrebari

1. Vei alege sa folosesti corectia de background Zeeman pentru ambele analize? De ce?

Experimentul 5

Dezvoltarea unei metode pe cuptor

O proba necunoscuta a fost furnizata pentru analiza de Mn. Folosind modificatori de matrice si optimizarea programului de calcinare/atomizare, dezvoltati o metoda potrivita de analiza a probelor pe cuptorul de grafit.

Analizati proba.

Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた

大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Manual pentru curs

研修コース

Teoria Tehnici în Digestia cu Microunde. Digestia Pulbe Filtre ,Dificultăți Întâmpinate

マイクロウェーブを用いた濾紙試料の

前処理操作に関する高度なテクニック

Secțiunea 4

セクション 4

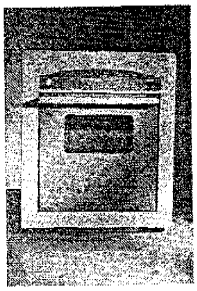
Clean Chemistry

Techniques
for the Modern Laboratory

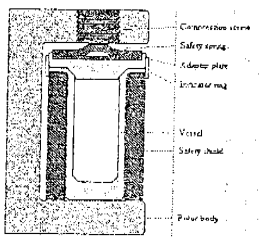
Sample Preparation for Trace Analysis

- Elemental analysis require dissolution of heterogeneous samples to obtain homogeneous solutions
- The goal is to prevent contamination from materials used, cleaning methods, reagents and environment

ETHOS 1



Milestone Digestion Vessels



The Vessel Material

- Microwave transparency
- Chemical resistance
- Extrusion capability (thermo-plasticity)
- Machining capability
- High working temperature
- High density (low porosity)
- Thermal insulation

Materials for Trace Analysis

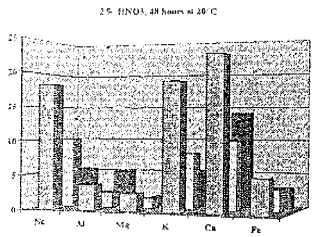
① Synthetic quartz
② Fluoro-polymers
③ Polyethylene
④ Natural quartz
⑤ Borosilicate glass

Materials Comparison

Element	Borosilicate Glass	Quartz 1	Quartz 2	Quartz 3
Si	Major	74	68	< 0,25
B	Major	4	0,3	0,1
Ca	1.000	16	0,4	< 0,1
Fe	3.000	7	1,5	< 0,2
K	3.000	6	< 1	0,1
Mg	600	4	ND	ND
Mn	1.000	1	0,2	< 0,02
Na	Major	9	5	< 0,1
Sb	2,9	0,3	0,1	0,1

Type 1: electric melting; type 2: flame melting; type 3: vapor phase hydrolysis. All values in µg/g.
Ref. Murphy, J.J. "The role of the analytical blank in trace analysis" and Heinemann, G. "Electronic Engineering"

Materials Comparison



PFA vs. TFM

Element	PFA	TFM	Element	PFA	TFM
B	7,5	1,8	Cr	0,4	0,1
Ba	0,9	< dl	Pb	67	0,03
Bi	0,5	< dl	Sb	0,6	< dl
Cd	4,7	0,1	Zn	0,6	0,2
Co	0,8	< dl	Zr	1	< dl
All values in µg/kg					

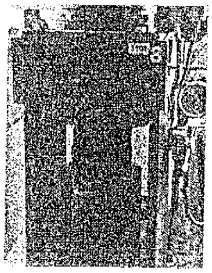
Ref. Mitsubishi, Acid Dissolution of Geological and Biological SRMs, T. Nohara's Spectroscopy 1989

Milestone PTFE-TFM Vessels Manufacturing

- TFM powder is introduced into the vessel mould in a clean environment

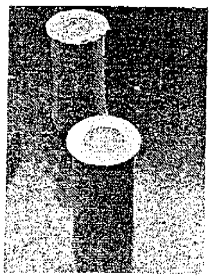
Milestone PTFE-TFM Vessels Manufacturing

- Isostatic pressing of TFM powder in the mould



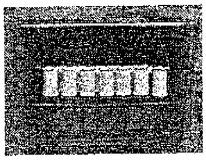
Milestone PTFE-TFM Vessels Manufacturing

- PTFE-TFM vessels after being pressed are friable and crumble easily



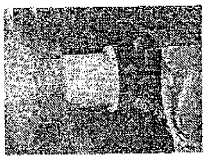
Milestone PTFE-TFM Vessels Manufacturing

- Sintering process



Milestone PTFE-TFM Vessels Manufacturing

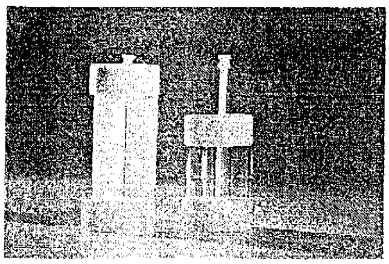
- PTFE-TFM vessels are mechanically machined to final shape



Vessel-inside-Vessel Technology

- Micro-sampling inserts
  - 3 x 6 ml volume PTFE-TFM or quartz inserts
  - High throughput
- PTFE-TFM or quartz inserts
  - 3 to 30 ml volume
  - Minimize acid volume
  - Optimize dilution factor
  - Ideal for ultra-trace determination

Vessel-inside-Vessel Technology



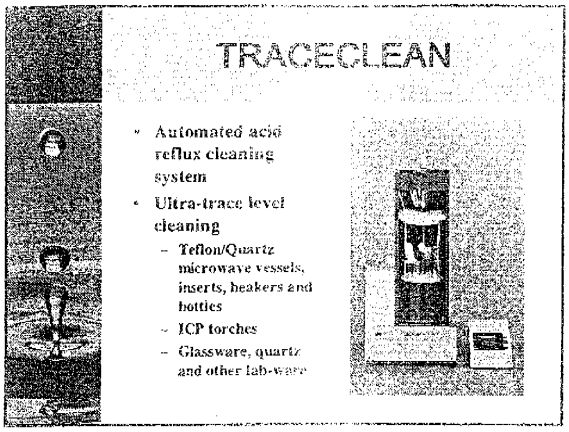
Vessel-inside-Vessel Technology

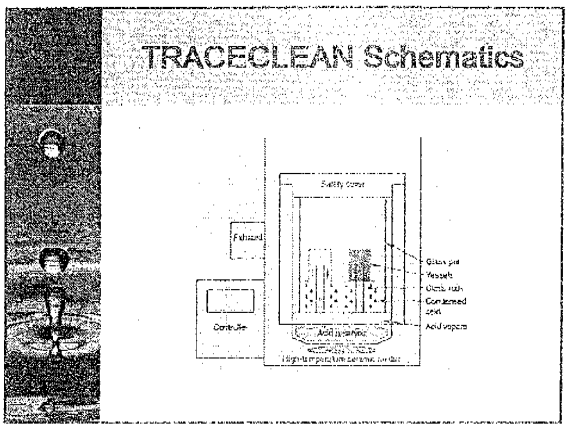
Element	Measured (ng/g)	Certified (ng/g)
Cd	427 ± 50	440 ± 60
Co	208 ± 2	210 ± 50
Mo	3,540 ± 46	3,500 ± 500
Pb	135 ± 14	135 ± 15
V	104 ± 7	98,7 ± 1,6

SRM 1577A Bovine Liver. Analysis by ICP-MS

Cleaning Methods

- US EPA 3052
  - Clean any residue from TFM/Quartz
  - Rinse with bi-distilled water
  - Place in 1:1 HCl acid bath (80-90°C) for at least 4 hours
  - Rinse with bi-distilled water
  - Place in 1:1 HNO_3 acid bath (80-90°C) for at least 4 hours
  - Rinse with bi-distilled water
  - Dry in clean air environment
- Acid leaching with microwave at high temperature and pressure





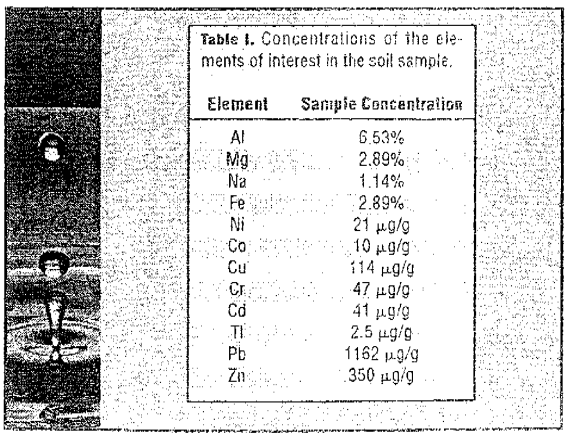


Table I. Concentrations of the elements of interest in the soil sample.

Element	Sample Concentration
Al	6.53%
Mg	2.89%
Na	1.14%
Fe	2.89%
Ni	21 μg/g
Co	10 μg/g
Cu	114 μg/g
Cr	47 μg/g
Cd	41 μg/g
Tl	2.5 μg/g
Pb	1162 μg/g
Zn	350 μg/g

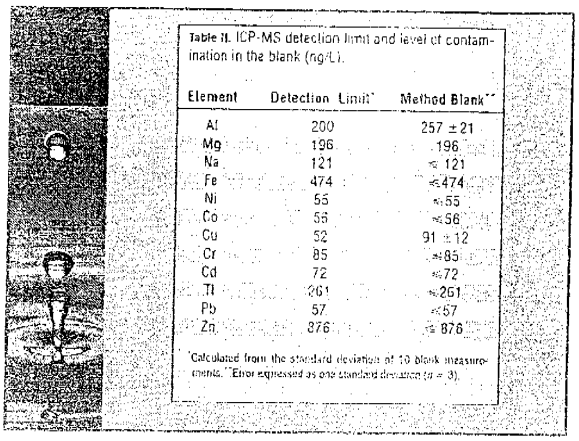


Table II. ICP-MS detection limit and level of contamination in the blank (ng/L).

Element	Detection Limit*	Method Blank**
Al	200	257 ± 21
Mg	196	196
Na	121	≤ 121
Fe	474	≤ 474
Ni	55	≤ 55
Co	56	≤ 56
Cu	52	91 ± 12
Cr	85	≤ 85
Cd	72	≤ 72
Tl	261	≤ 261
Pb	57	≤ 57
Zn	876	≤ 876

*Calculated from the standard deviation of 10 blank measurements. **Error expressed as one standard deviation ($n = 3$).

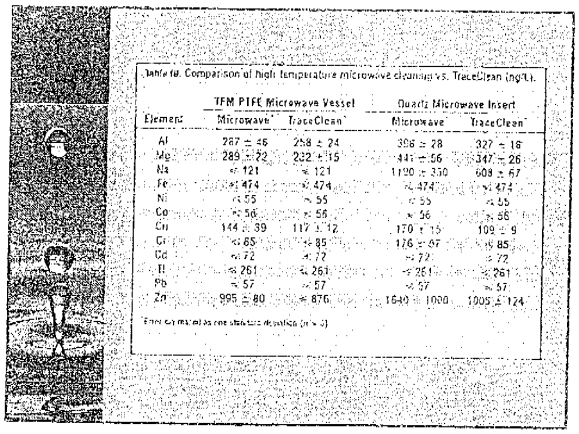
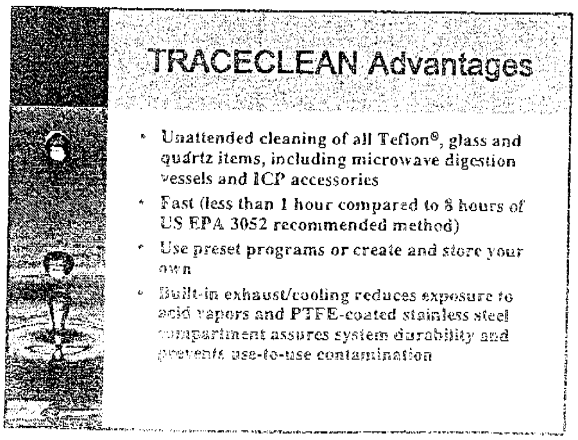


Table III. Comparison of high temperature microwave cleanup vs. TraceClean (ng/L).

	TFM PTFE Microwave Vessel		Quartz Microwave Insert	
Element	Microwave*	TraceClean*	Microwave*	TraceClean*
Al	287 ± 46	258 ± 24	398 ± 28	327 ± 16
Mg	289 ± 22	232 ± 15	441 ± 56	347 ± 26
Na	≤ 121	≤ 121	1190 ± 350	608 ± 67
Fe	≤ 474	≤ 474	≤ 474	≤ 474
Ni	≤ 55	≤ 55	≤ 55	≤ 55
Co	≤ 56	≤ 56	≤ 56	≤ 56
Cu	144 ± 39	117 ± 12	170 ± 15	109 ± 9
Cr	≤ 85	≤ 85	176 ± 67	≤ 85
Cd	≤ 72	≤ 72	≤ 72	≤ 72
Tl	≤ 261	≤ 261	≤ 261	≤ 261
Pb	≤ 57	≤ 57	≤ 57	≤ 57
Zn	995 ± 80	≤ 876	1640 ± 1000	1005 ± 124

*Error expressed as one standard deviation ($n = 3$).

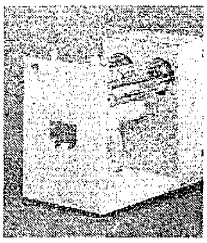


TRACECLEAN Advantages

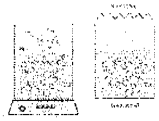
- Unattended cleaning of all Teflon®, glass and quartz items, including microwave digestion vessels and ICP accessories
- Fast (less than 1 hour compared to 8 hours of US EPA 3052 recommended method)
- Use preset programs or create and store your own
- Built-in exhaust/cooling reduces exposure to acid vapors and PTFE-coated stainless steel compartment assures system durability and prevents use-to-use contamination

DUOPUR

- Fully automated sub-boiling distillation system
- Allows chemists to produce their own high-purity acids

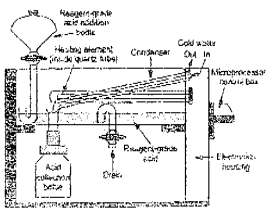


Sub-boiling Acid Distillation

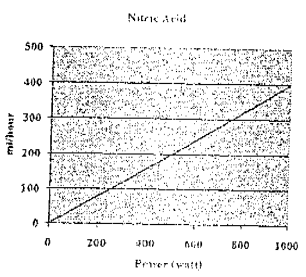


- Based on acid evaporation by infrared heating
- Avoids boiling and transportation of liquid aerosol with the distillate

DUOPUR Schematics



DUOPUR Productivity



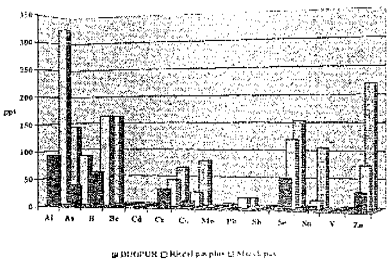
HNO_3 Quality Comparison

Element	Merck Ultrapure[1]	Fluka TraceSelect Ultra[2]	DUOPUR[3]
Ag	< 0,10	< 0,10	< 0,002
Al	< 0,50	< 0,10	< 0,147
As	< 0,10		< 0,001
Ba	< 0,10	< 0,10	< 0,001
Be	< 0,20	< 0,10	< 0,001
Ca	< 1,00	< 0,10	< 0,157
Co	< 0,10	< 0,10	< 0,001
Cr	< 0,10	< 0,10	< 0,005
Cu	< 0,10		< 0,021
Fe	< 1,00		< 0,210
All values in µg/kg			

HNO_3 Quality Comparison

Element	Merck Ultrapure[1]	Fluka TraceSelect Ultra[2]	DUOPUR[3]
Se	< 0,20		< 0,001
Sn	< 0,50	< 0,10	< 0,009
Ti	< 0,10	< 0,10	< 0,008
Tl	< 0,10	< 0,10	< 0,001
V	< 0,10	< 0,10	< 0,011
Zr		< 0,10	< 0,049
[1]Merck "Chemical Reagents" catalogue 2000			
[2]Fluka "Laboratory Chemicals" catalogue 2001/2002			
[3]On-Demand Production of High-Purity Acids in the Analytical Lab. R. Richter – Spectroscopy, January 2000			
All values in µg/kg			

HNO_3 Quality Comparison



Ref. Limites de quantificação em ICP-MS: Influência da Qualidade da Água, dos Ácidos e do Material Utilizados
M. J. Cano Machado, R. M. Santos, Laboratório do ICM, 3. Número de mesta. Portugal - Private Communication

DUOPUR Advantages

- Continuous supply of high purity acids
- Saves up to 90% of the cost of ultra-pure acids by purifying low cost reagent grade acids
- Single or double distill reagents depending on requirements
- Make only the amount you need when you need
- High productivity, up to 4 liters in 10 hours
- Re-purify contaminated acids (reduce waste)

Contamination Sources from the Environment

- Aluminum: laboratory glassware, cosmetics
- Bismuth: lipstick
- Cadmium: smoking, pigments, batteries
- Cobalt: surgical implants, dental prostheses, jewelry
- Copper: algaecides used in swimming pools, boat paint
- Lead: cosmetics, hair dyes
- Manganese: contamination from EDTA
- Mercury: eye make-up
- Selenium: anti-dandruff shampoo
- Zinc: drugs, cosmetics

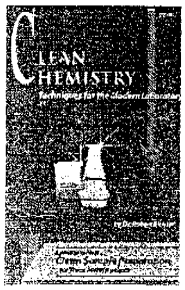
The Importance of Clean Chemistry Techniques

- 'Clean Chemistry' is a matter of having the right equipment (ultra pure reagents, vessels that will not contaminate your samples, air filtering systems, proper clothing etc.)
- 'Clean Chemistry' is also a state of mind, a state of constant awareness involving knowing exactly what are you doing at any given moment, and how those actions will affect the analytical blank

Addressing the Issues

- Milestone is pleased to uniquely offer a complete suite of instruments and accessories, dedicated to meeting these control factors, allowing you to better prepare your samples for ultra-trace metal analysis
- For the first time, your entire sample preparation technologies can be as sophisticated as your analytical techniques

Recommended Literature



Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Manual pentru curs

研修コース

Teoria Material de Referința Certificat

認証標準物質の紹介（BCR038）

Secțiunea 5

セクション 5

EUROPEAN COMMISSION
Joint Research Centre

IRMM

CERTIFIED REFERENCE MATERIALS 2008

Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM)
Reference Materials Unit
Retieseweg 111
B - 2440 Geel, Belgium
Fax: +32-(0)14-590 406
Tel.: +32-(0)14-571 705
e-mail: jrc-irmm-rm-sales@ec.europa.eu
Information on CRMs and on IRMM in general: http://www.irmm.jrc.be

Substance	BCR-144R Sewage sludge (domestic origin) (mg/kg)	BCR-145R Sewage sludge (mixed origin) (mg/kg)	BCR-146R Sewage sludge (industrial origin) (mg/kg)	BCR-597 Sewage sludge (mg/kg)
Cd	1.82 ± 0.10	3.50 ± 0.15	18.8 ± 0.5	
Co	15.0 ± 0.6	5.6 ± 0.4	7.39 ± 0.27	
Cr	104.3 ± 2.4		196 ± 7	203 ± 6
Cu	308 ± 7	696 ± 12	838 ± 16	
Hg	3.14 ± 0.23	2.01 ± 0.22	8.6 ± 0.4	
Mn	207.9 ± 2.5	156 ± 4	323 ± 7	
Ni	47.7 ± 1.1	247 ± 7	70 ± 5	
Pb	106 ± 4	286 ± 5	609 ± 14	
Zn	932 ± 23	2122 ± 23	3060 ± 60	
Aqua regia soluble [1]				
Cd	1.84 ± 0.07	(3.43 ± 0.17)	18.4 ± 0.4	
Co	13.3 ± 0.5	(5.3 ± 0.7)	6.5 ± 0.4	
Cr	90 ± 6	307 ± 13	174 ± 7	
Cu	300 ± 11	707 ± 9	831 ± 16	
Hg	3.11 ± 0.18	(1.99 ± 0.08)	8.39 ± 0.25	
Mn	189 ± 6	(145 ± 7)	298 ± 9	
Ni	44.9 ± 1.5	251 ± 6	65.0 ± 3.0	
Pb	96.0 ± 1.6	282 ± 9	583 ± 17	
Zn	919 ± 16	2140 ± 50	3040 ± 60	

Values in brackets are not certified.
Availability: Glass bottles containing about 50 g of powdered material for BCR-144R and BCR-146R, 40 g for BCR-145R and BCR-597.
[1] Details of the analytical procedure to obtain the aqua regia soluble content of the elements are given in the certification report.

Substance	ERM-CC580 Estuarine sediment (mg/kg)
Total Hg	132 ± 3
CH_3Hg^+	0.075 ± 0.004

Availability: Glass bottles containing about 40 g powder.

Substance	BCR-038 Fly ash from pulverised coal (mg/kg)
As	48.0 ± 2.3
Cd	4.6 ± 0.3
Co	53.8 ± 1.9
Cr	192 ± 10
Cu	176 ± 9
Fe	33.8×10^3 ± 0.7×10^3
Hg	2.10 ± 0.15
Mn	479 ± 16
Na	3.74×10^3 ± 0.15×10^3
Pb	262 ± 11
Zn	581 ± 29

Availability: BCR-038 in ampoules containing about 5 g.

Fly ash on artificial filters - BCR-128

The material consists of a methyl cellulose foil mounted on polythene backed paper in a petrislide (diameter 4.7 cm) of standard size to fit common XRF- and PIXE-equipment. Each foil with a thickness of 10 - 15 μm contains a certified amount of BCR BCR-038 ("fly ash") with particle size smaller than 10 μm. The surface density is in the range: 250 - 275 $\mu g/cm^2$. Each sample is certified individually. Each unit consists of: one blank and one fly ash charged foil.

Substance	Uncertainty (%)	Substance	Uncertainty (%)
As	5.7	Mn	4.5
Co	4.6	Na	5.0
Cu	5.9	Pb	5.2
Fe	3.7	Zn	5.8

EUROPEAN COMMISSION
JOINT RESEARCH CENTRE
Institute for Reference Materials and Measurements

Institute for Reference Materials and Measurements

CERTIFIED REFERENCE MATERIAL
BCR® – 038

CERTIFICATE OF ANALYSIS

FLY ASH FROM PULVERISED COAL

	Mass fraction				Number of accepted sets of data p
	Certified value [1]		Uncertainty [2]		
As	48.0	mg/kg	2.3	mg/kg	9
Cd	4.6	mg/kg	0.3	mg/kg	7
Cl	323	mg/kg	22	mg/kg	10
Co	53.8	mg/kg	1.9	mg/kg	9
Cr	192	mg/kg	10	mg/kg	7
Cu	176	mg/kg	9	mg/kg	11
F	538	mg/kg	13	mg/kg	8
Fe	33.8	g/kg	0.7	g/kg	12
Hg	2.10	mg/kg	0.15	mg/kg	8
Mn	479	mg/kg	16	mg/kg	13
Na	3.74	g/kg	0.15	g/kg	10
Pb	262	mg/kg	11	mg/kg	11
Zn	581	mg/kg	29	mg/kg	10

1) The value is the unweighted mean of p values, each value being the mean of a set of results obtained by a different method and/or laboratory. The certified values are traceable to the SI.

2) The uncertainty is taken as the half-width of the 95 % confidence interval of the certified mean defined in [1]

This certificate is valid for one year after purchase.

Sales date:

The minimum amount of sample to be used is 250 mg for Cl and F determinations and 50 mg for all other parameters.

NOTE

This material has been certified by BCR (Community Bureau of Reference, the former reference materials programme of the European Commission). The certificate has been revised under the responsibility of IRMM.

Brussels, October 1995
Revised: July 2007

Signed:

Prof. Dr. Hendrik Emons
Unit for Reference Materials
EC-JRC-IRMM
Retieseweg 111
2440 Geel, Belgium

Indicative Values		
	Mass Fraction	
	Indicative value [1] [mg/g]	Uncertainty [2] [mg/g]
Water soluble sulphate	7.05	0.19

1) The value is the unweighted mean of values, each value being the mean of a set of results obtained by a different method and/or laboratory. The indicative values are traceable to the SI.
2) The uncertainty is taken as the half-width of the 95 % confidence interval of the certified mean defined in [1].

Additional Material Information	
	Mass Fraction
	Value [1] [mg/kg]
Ni	194
Th	17.3
V	334

1) The values are traceable to the SI.

DESCRIPTION OF THE SAMPLE

The material consists of a fly ash powder in a glass ampoule containing approximately 5 - 6 g. The material preparation, homogeneity and stability studies and methods used in the certification are described in the report EUR 8080 EN (1982); separate reports EUR 16840 EN (1996) and EUR 15418 EN (1994) describe the additional certifications of Cr and, Cl and F, respectively.

ANALYTICAL METHOD USED FOR CERTIFICATION

- Argentometric titration
- (Cold vapour, Hydride, Flame or Electrothermal) atomic absorption spectrometry
- Differential pulse anodic stripping voltammetry
- (Flame) Emission spectrometry
- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry
- Instrumental neutron activation analysis
- Ion chromatography (after combustion, fusion or pyrohydrolysis)
- Ion selective electrode (after fusion or pyrohydrolisis)
- Isotope dilution mass spectrometry
- Neutron activation analysis with radiochemical separation
- Neutron activation analysis with fast neutrons
- Photon activation analysis
- Pulse polarography
- Spectrophotometry
- Titrimetry
- Visual spectrometry
- Voltametry

PARTICIPANTS

- Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin (DE)
- Centraal Laboratorium TNO, Delft (NL)
- Centro di Radiochimica e Analisi per Attivazione del CNR, Pavia (IT)
- Centro di Studi sulla Chimica Analitica Strumentale del CNR, Bari (IT)
- Danish Technological Institute, Hasselager (DK)
- ENEL, Pisa (IT)
- Energieonderzoek Centrum Nederland ECN, Petten (NL)

- Environmental and Medical Science Division, AERA, Harwell (GB)
- Estel-Hoogovens b.v., IJmuiden (NL)
- European Commission, Joint Research Centre, CETIS, Ispra (IT)
- European Commission, Joint Research Centre, Environment Institute (EI), Ispra (IT)
- European Commission, Joint Research Centre, Materials Division, Petten (NL)
- Experimental Station for Fuel, San Donato (IT)
- Forschungszentrum für Umwelt und Gesundheit (GSF), Oberschleißheim (DE)
- Gemeentelijk Centraal Milieulaboratorium, Amsterdam (NL)
- Gesellschaft für Strahlen und Umweltforschung, Neuherberg (DE)
- INERIS, Verneuil (FR)
- Institut de Recherches de la Sidérurgie Française, Mazières-les-Metz (FR)
- Institut für Reinstoffanalyse (MPG), Schwäb, Gmünd (DE)
- Institut für Wasser-, Boden- und Lufthygiene des Bundesgesundheitsamtes, Berlin (DE)
- Instituut voor Nucleaire Wetenschappen, Gent (BE)
- Istituto di Chimica Analitica, Università degli Studi, Roma (IT)
- Istituto Superiore di Sanità, Roma (IT)
- Kernforschungsanlage, Jülich (DE)
- Kernforschungszentrum, Karlsruhe (DE)
- Keuringsdienst voor Electrische Materialen, Arnhem (NL)
- Laboratorio sull'Inquinamento Atmosferico del CNR, Roma (IT)
- Laboratory of the Government Chemist, London (GB)
- Livsmedels Verket, Uppsala (SE)
- Risø National Laboratory, Roskilde (DK)
- Ruhrkohle AG, Essen (DE)
- Service Central d'Analyse (CNRS), Vernaison (FR)
- Studiecentrum voor Kernenergie SCK-CEN, Mol (BE)
- TÜV, Essen (DE)
- Universidad de Barcelona, Depto. de Química Analítica, Barcelona (ES)
- Universitaire Instelling Antwerpen, Antwerpen (BE)
- Universiteit Gent, Gent (BE)
- University of Plymouth, Plymouth (GB)
- University of Technology, Loughsborough (GB)
- VTT, Chemical Technology, Espoo (FI)

SAFETY INFORMATION

The special safety precautions should be taken to avoid breathing in of the material. The material particle size is < 10 µm. Particles in this size range can be drawn deep into the lungs.

INSTRUCTIONS FOR USE

To ensure long term stability of the trace element mass fractions in the sample, it is sealed in hard-glass ampoules. Care must be taken to avoid contamination in opening the ampoule: it is recommended to scratch at the narrower part of the ampoule with a cadmium-free glass knife and remove the upper part by a soft strike or by gently heating the scratch e.g. with a hot soft-glass rod. Precautions should be taken to avoid contamination once the ampoule has been opened. The correction to dry mass should be made on a separate portion of 100 mg which should be dried in an oven at (105 ± 2) °C for 3-4 h until constant mass is attained (successive weighings should not differ by more than 1 mg).
The reference material is intended for the verification of the methods and not for calibration purposes. If the material is used for calibration purposes or to asses the performance of a procedure, the user should refer to the recommendations in the certification report.

STORAGE

Upon arrival, the material should be stored in closed ampoules at ambient temperature (ranging between 4 and 25 °C) in dark.
However, the European Commission cannot be held responsible for changes that happen during storage of the material at the customer's premises, especially of opened samples.

LEGAL NOTICE

Neither IRMM, its subsidiaries, its contractors nor any person acting on their behalf,
(a) make any warranty or representation, express or implied that the use of any information, material, apparatus, method or process disclosed in this document does not infringe any privately owned intellectual property rights; or
(b) assume any liability with respect to, or for damages resulting from, the use of any information, material, apparatus, method or process disclosed in this document save for loss or damage arising solely and directly from the negligence of IRMM or any of its subsidiaries.

NOTE

A technical report on the production of BCR-038 is available on the internet (http://www.irmm.jrc.be). A paper copy can be obtained from IRMM on request.

European Commission – Joint Research Centre
Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM)
Retieseweg 111, 2440 Geel (Belgium)
Telephone: +32-(0)14-571.722 - Telefax: +32-(0)14-590.406

Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた

大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Manual pentru curs

研修コース

Aplicații Practice ale Digesşiei cu Microunde

マイクロウェーブを用いた前処理の実習

Secțiunea 6

セクション 6

INDICATORUL REVIZIILOR

Nr. Crt	Ediția/ revizia	Identificari modificare Capitol, subcapitol, pagina modificata, continut modificari	Nume, prenume, semnatura		
			Elaborat/ Data	Verificat/ Data	Aprobat/ Data
1	Ed.1/ Rev.0	Elaborat IL-5.4-01-1, Ediția 1, Revizia 0	Cristina Nedescu 31.10.2008	Şef laborator Iuliana Neacşu 4.11.2008	Şef laborator Iuliana Neacşu 5.11.2008

1. SCOP

Prezenta instrucțiune de lucru are ca scop descrierea modului de operare şi întreținere a sistemului de dezagregare cu microunde MILESTONE ETHOS D.

2. DOMENIU DE APLICARE

Aceste instrucțiuni se aplică de personalul Laboratorului Național de Referință Aer la mineralizarea probelor de pulberi din aerul ambiental, prelevate pe filtre, în vederea determinării concentrației de metale din aer.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ

Manualul de instrucțiuni al echipamentului

4. DESCRIEREA APARATULUI

Sistemul de dezagregare cu microunde MILESTONE ETHOS D este alcătuit din următoarele componente:

- Cuptorul – prevăzut cu generator de microunde de putere programabilă din terminal şi cu incinta rezistentă la vapori de acizi: HCl, HF, H_2SO_4, $HClO_4$, HNO_3
- Senzorul de temperatură (opțional, senzorul de presiune)
- Terminalul - un minicalculator din care se programează puterea de microunde, timpul de dezagregare şi temperatura maximă din vase.
- Rotorul – pe care se montează cele 10 vase de dezagregare din teflon, care pot lucra cu acizi
- Suportul de lucru – dispozitiv pe care se aşează rotorul în momentul înşurubării şi deşurubării vaselor

Digestorul se află plasat în cam.27 - camera de pregătire probe.

5. MATERIALE ŞI REACTIVI NECESARI

5.1. Materiale necesare:

- Vase de probă (dezagregare) cu capac confectionate din PTFE sau PFA, cu un volum V= 50 ml, capabile să reziste la o t = 220 ^oC şi p = 50 bari
- Cheia dinamometrică – necesară fixării vaselor de dezagregare, cu o forță de înşurubare constantă pentru a rezista până la o presiune de 100 Barr
- Baloane volumetrice cotate de 25 ml, 50 ml, 100 ml, 500 ml, confecționate din sticlă borosilicată, clasă A
- Pipete automate de 1, 2, 5, 10 ml
- Pisetă
- Pâlnii de filtrare
- Hârtie de filtru WHATMAN 42, ashless
- Baghetă de sticlă

5.2.Reactivi:

- Apă deionizată (conductivitate = 0.055 µS /cm)
- Acid azotic (HNO_3) concentrat, suprapur, ρ = 1,42 g/ml, concentrația 69%
- Acid fluorhidric (HF) concentrat, suprapur (pentru mineralizarea MRC)
- Apă oxigenată (H_2O_2), concentrație 30%

6. MOD DE LUCRU

6.1 Pregatirea probelor pentru dezagregare

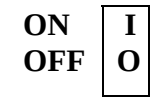
- se scot segmentele de lucru din rotor şi se duc pe suportul de lucru
- se deşurubează cu cheia dinamometrică vasele din segmente
- se scot vasele din segmente
- se introduc probele de lucru în vasele de dezagregare, adăugându-se cu grijă cantitățile de reactivi conform metodei; pentru analiza plumbului din aer se foloseşte un amestec de 8 mL HNO_3 suprapur si 2 mL H_2O_2 30%; lichidul trebuie să acopere în întregime filtrele; vasele se agită uşor pentru omogenizare
- se introduce senzorul de temperatură in vasul de lucru în care se află cel mai agresiv amestec
- se introduc în suporți vasele de dezagregare si se închid
- se înşurubează cu cheia dinamometrică până când se produce un "click" ce indică strângerea capacelor cu o forță optimă; **<u>nu se va continua strângerea după ce s-a auzit clickul</u>**
- se introduc suporții cu vasele în rotor şi se aplică discul de protecție peste acestea
- se închide uşa cuptorului (se trage uşor maneta în jos si se împinge uşa, maneta revenind apoi la poziția normală).

6.2 Pregatirea sistemului

- se verifică legăturile şi etanşeitatea aparatului
- se conectează aparatul la sursa de curent electric

6.3 Pornirea sistemului

• Cuptorul şi terminalul se pornesc din butonul situate pe panoul frontal al cuptorului, aducându-se pe poziția ON.



POWER

6.4 Dezagregarea

Se poate face în două moduri :

6.4.1 În memoria terminalului există deja o metodă programată

<u>Mod de operare</u>:

- la pornirea sistemului , pe terminal apare:

  F1 F2

  WORK EDIT
- se apasă tasta F1
- se tastează cifra corespunzătoare programului de dezagregare existent în memoria terminalului
- se apasă tasta F3 (OK) pentru confirmare
- se apasă tasta START; în acest moment programul începe să se deruleze

Pentru mineralizarea filtrelor în vederea determinării Pb din aer prin AAS se foloseşte următorul program:

- I 250 W $180\,^0$C 6 min

- II 400W 200^0 C 6 min
- III 650W 210^0C 6 min
- IV 350 W 220^0C 6 min
- V ventilaţie 25 min

- la terminarea dezagregării pe terminal apare PROGRAM IS READY
- se lasă să se răcească, după care se deschide uşa cuptorului
- se scot suporţii cu vase ai rotorului şi se aduc pe rând pe suportul de lucru (care este fixat sub nişă)
- se deşurubează vasele de lucru cu ajutorul cheii dinamometrice
- se scot vasele unul câte unul, lăsându-le sub nişă
- se scoate dopul vasului (având grijă la vaporii de acizi care încă se degajă) şi se spală cu apă ultrapură; apa de spălare se colectează în acelaşi vas
- se filtrează proba dezagregată din vasele de teflon în baloane cotate de 50 mL, prin hârtie de filtru Whatman, 42, ashless, spălând cu apă ultrapură până la trecerea completă a probei solubilizate în balonul cotat, aducând, apoi, la semn cu apă ultrapură; probele astfel pregătite sunt duse apoi pentru analiza prin AAS în camera 14
- se opreşte digestorul prin apăsarea în poziţia OFF a butonului ON/ OFF şi se scoate din priză
- se spală vasele cu HNO3 10%, se lasă să se usuce; vasele sunt astfel pregătite pentru o nouă dezagregare

ATENTIE! Dacă în timpul dezagregării se doreşte oprirea programului se apasă STOP, dar ventilatorul continuă să funcţioneze.

6.4.2 Introducerea unui nou program (metodă) de dezagregare în memoria terminalului

Mod de operare:

- la pornirea sistemului pe terminal apare:

F1 F2
WORK EDIT

- se apasă tasta F2
- se tastează o cifră corespunzătoare programului de dezagregare dorit să se scrie
- pentru a introduce un nou program se apasă tasta F1 (NEW)
- se apasă tasta F3 (OK)
- se va seta pe rând, prin tastare, fiecare parametru (Step, Time, Power, Temp), conform metodei de lucru alese; după setarea fiecărui parametru, pentru confirmarea comenzii, se apasă F3 (OK)
- se apasă tasta F3 (OK) pentru confirmarea finală
- apare pe display mesajul ROTOR CONTROL care se va seta ON
- se apasă tasta F3
- apare pe display mesajul ROTOR TWIST care se va seta ON
- se tastează timpul dorit pentru ventilaţie
- se apasă tasta F3
- în acest moment se consideră programul introdus în memorie şi se poate lucra conform modelului de lucru prezentat la **6.4.1,** după ce probele au fost pregătite în prealabil

***6.4.3*Atenţionări**

- Segmentele rotorului sunt numerotate de producător (dacă eticheta se pierde este obligatorie inscripţionarea acestora cu marker-ul). Fiecare vas se va aşeza întotdeauna lângă segmentul său numerotat pentru a nu se încurca probele
- Primele probe în lucru trebuie urmărite şi abia după verificare şi confirmarea metodei se poate lăsa nesupravegheat aparatul
- Modul de asamblare/ dezasamblare a vaselor şi utilizarea cheii dinamometrice pentru închiderea/ deschiderea vaselor sunt prezentate în amanunt în cartea tehnică a aparatului.
- **După o întrerupere accidentală de curent electric probele trebuie refăcute**

7 NORME DE PROTECŢIA MUNCII

- Prelucrarea probelor (înainte şi după dezagregare) se face întotdeauna sub nişa aflată în stare de funcţionare, cu mare atenţie, deoarece se lucrează cu acizi concentraţi
- Operatorul va purta obligatoriu halat şi mănuşi
- Probele fierbinţi se vor manipula cu mare atenţie, pentru evitarea arsurilor
- **Dacă probele din cuptor explodează (crearea unei suprapresiuni):**
  - lucrul poate fi continuat dacă fenomenul nu se mai repetă; la sfârsitul dezagregării acele probe sunt considerate sau nu ratate funcţie de cât de mult este ridicat manşonul alb de plastic al dopului
  - se poate opri dezagregarea apasând tasta "STOP" de pe ecranul terminalului şi **<u>niciodată</u>** trecând butonul pe poziţia OFF

ANEXA

< Scop>

- Se verifica rata de recuperare pentru obişnestea modului de operare şi gasirea punctelelor care trebuie imbunatatite.

< Probele pentru rata de recuperare >

① Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g/L）
② Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g/L）
③ Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）
④ Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）
⑤ Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）
⑥ Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）
⑦ Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g L）
⑧ Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）
⑨ Filtre + STD 0ml
⑩ Filtre + STD 0ml
Prima digestie HF 3ml+ HNO_3 5ml + H_2O_2 1ml

< Programare Microunde>

Programarea digestiei e cuprinsă în tabelul următor.

Tabla1-Programarea digestiei

Ordine	Timp	Putere	Presiune	Temp1	Temp2
1	6min	250w		180	0
2	6min	400w		200	0
3	6min	650w		210	0
4	6min	350w		220	0
5	25min	0		Vent	
	Rotire	On			
	Răsucire	On			

< Rata de recuperare >

Digestie	Numele Probelor	Concentratie teoretic	Concentratia plactic	Rata de Recuperare
Digestie O data	(1) Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）	10.00 μ g/L		%
	(2) Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）	10.00 μ g/L		%
	(3) Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）	10.00 μ g/L		%
	(4) Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）	10.00 μ g/L		%
	(5) Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）	10.00 μ g/L		%
	(6) Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）	10.00 μ g/L		%
	(7) Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）	10.00 μ g/L		%
	(8) Filtre + STD 0.5ml（1000 μ g /L）	10.00 μ g/L		%
	(9) Filtr Blank			
	(10) Filtr Blank			

Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた

大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Manual pentru curs

研修コース

Aplicații practice verificarea debitlui cu DELTA CAL

流量校正器（Delta Cal）による PM10 サンプラーの

流量確認の実習

Secțiunea 7

セクション 7

ISO 9001 CERTIFIED COMPANY

ROM TECH SRL Sibiu, Str.M. Sturza nr. 5A
Tel. 0269-233465, Fax 0269-233482
Bucuresti, B-dul Burebista nr. 1, bl. D15/28, sector.3
Tel. 021-3272294, Fax. 021-3272295
e-mail: romtech@asconet.ro www.romtech.ro

DELTACAL
CALIBRATOR PORTABIL DE ANALIZA COMPATIBIL EPA-FRM

NIST - ISO 9001:2000

CUPRINS

1. Pornirea rapida a aparatului
2. Introducere
3. Specificatii
4. Principiul de operare
5. Instalarea aparatului
6. Utilizarea aparatului DeletCal
7. Software
8. Mentenanta
9. Masuri de siguranta
10. Garantia

Anexa A Standardizare NIST
Anexa B Utilizarea deltaCal cu prelevatoare non volumetrice

1. Pornirea rapida a aparatului

Pentru a utiliza imediat deltaCal ca analizor FRM, urmati pasii de mai jos:
Pasul 1: Scoateti aparatul din geanta de transport si porniti-l.
Pasul 2: Scoateti mufa '10 micron' de la prelevatorul FRM, dar lasati tubul de 12 inchi la locul sau.
Pasul 3: Instalati capul de masurare deltaCal la tubul de 12 inchi fixat la mufa de 10 microni. Daca analizorul nu functioneaza deja, porniti-l acum.
Pasul 4: Puteti acum citi displayul deltaCal pentru a determina debitul volumetric, temperatura ambientala si presiunea barometrica.
Pasul 5: Opriti analizorul, deschideti suportul pentru caseta cu filtru si scoateti caseta. Acum puteti vedea senzorul cu filtru pentru monitorizarea temperaturii. Conectati senzorul de temperatura portabil livrat impreuna cu deltaCal la controler. Tineti varful senzorului la 1 cm de senzorul de temperatura cu filtru, fara a-l atinge. Aveti grija ca razele soarele sa nu bata direct pe senzori. Acum puteti examina temperatura de filtrare (vezi Figura 1).

2. Introducere

DeltaCal este un analizor EPA FRM, care se bazeaza pe principiul de functionare al tubului Venturi, privind determinarea curentului de aer. A fost fabricat de firma BGI, conform ISO 9001-2000. Permite indicarea pe LCD a debitului volumetric, presiunii barometrice, temperaturii ambientale si a senzorului de temperatura cu filtru. Opereaza fie cu 4 baterii AA alcaline sau cu un modul de alimentare la retea. Toate componentele electronice se gasesc in controler.

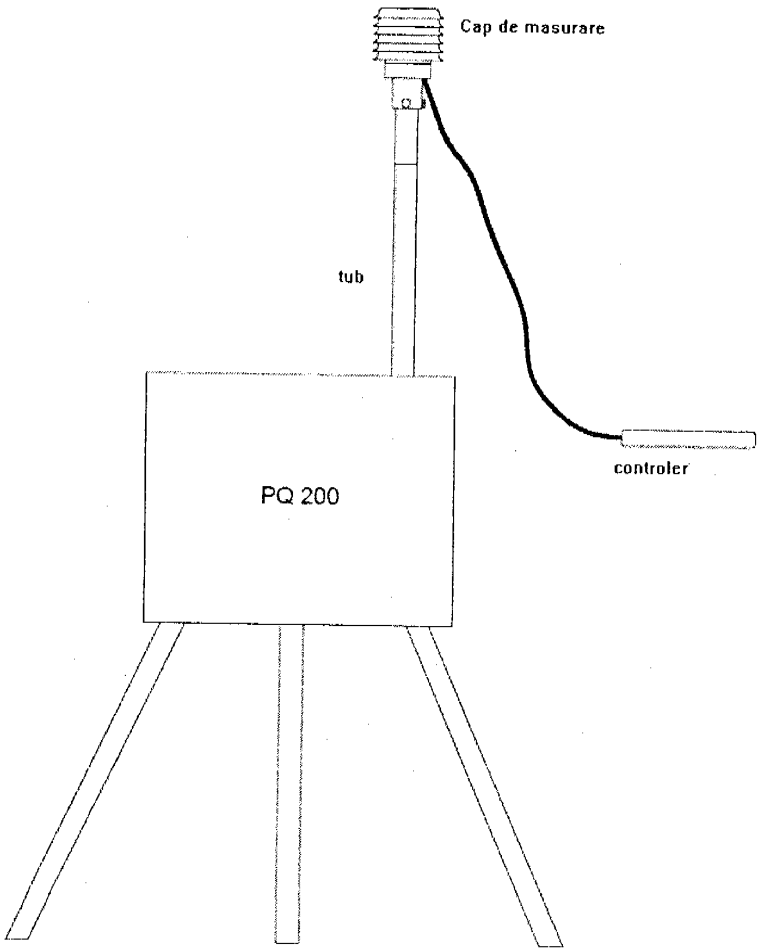


Figura 1 – Instalarea deltaCal la un analizor FRM

3. Specificatii

Domeniu de debit	2 – 20 Lpm (±1%)
Domeniul temperaturii de operare	-30°C la 50°C
Domeniul temperaturii de citire	-30°C la 50°C (±.5°C)
Domeniul presiunii barometrice	400 la 800 mm Hg (±5mm)
Dimensiuni:	
Cap de masurare	Max OD 12.7cm x 25.4cm inaltime
Controler	20.3 cm (h), 10.15 cm (l), 4.32 cm (ad)
Greutate combinata	1 kg
Senzor de temperatura, portabil:	
Lungimea cablului	83.8 cm
Lungimea senzorului	12.7 cm
Geanta de transport:	
Dimensiuni	45.7 cm x 33 cm x 17.8 cm
Greutate (cu aparatul inclus)	2.5 kg

Aparatul complet contine:

Cantitate	Descriere	Nr. catalog
1	DeltaCal	DC-1
1	Senzor de temperatura	DC-2
1	Borna pentru alimentare de la retea	DC-3 (120/240V)
4	Baterii AA suplimentare	De inlocuire
1	Manual de operare	Descarcati fisierul PDF de pe pagina de web a firmei BGI
1	Geanta de transport	DC-4
1	CD cu soft	DC-5

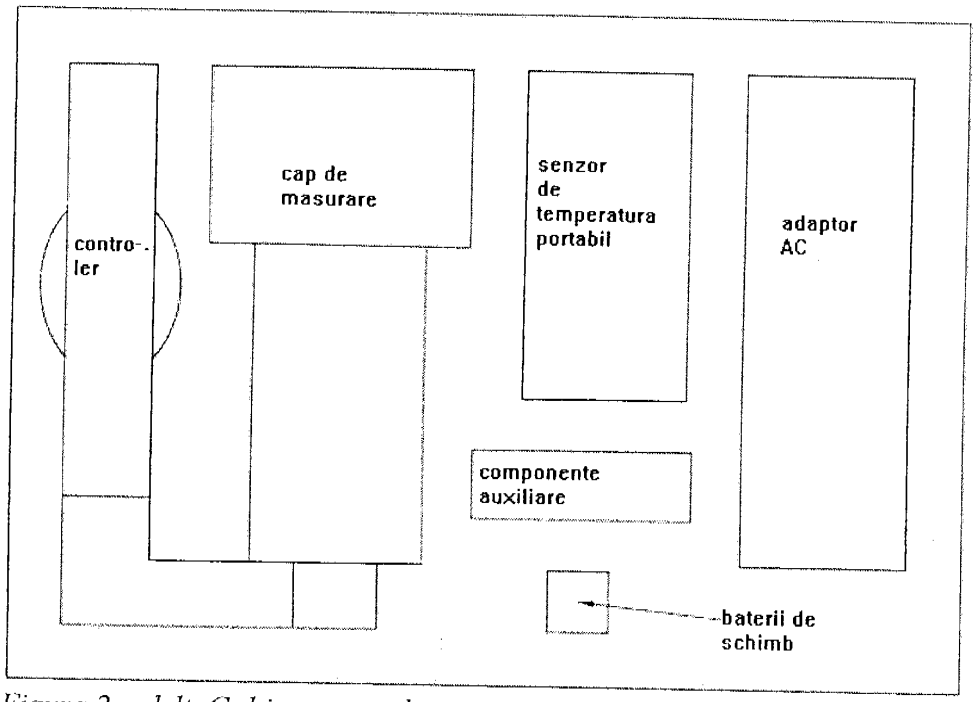


Figura 2 – deltaCal in geanta de transport

Componente de schimb (nu sunt inlcuse la livrare)

1	Set de 4 garnituri pentru racordul de presiune	DC-6
1	Inlocuire surub cu cap striat/de presiune	DC-7
1	Inlocuire garnituri mufa (2)	X010

Adaptori pentru aplicatii non FRM

DC-8 racord de ¼ in. pentru deltaCal
DC-9 racord de 5/16 in. pentru deltaCal
DC-10 racord de 3/8 in. pentru deltaCal (se foloseste cu MetOne SASS)
DC-11 racord de ½ in. pentru deltaCal

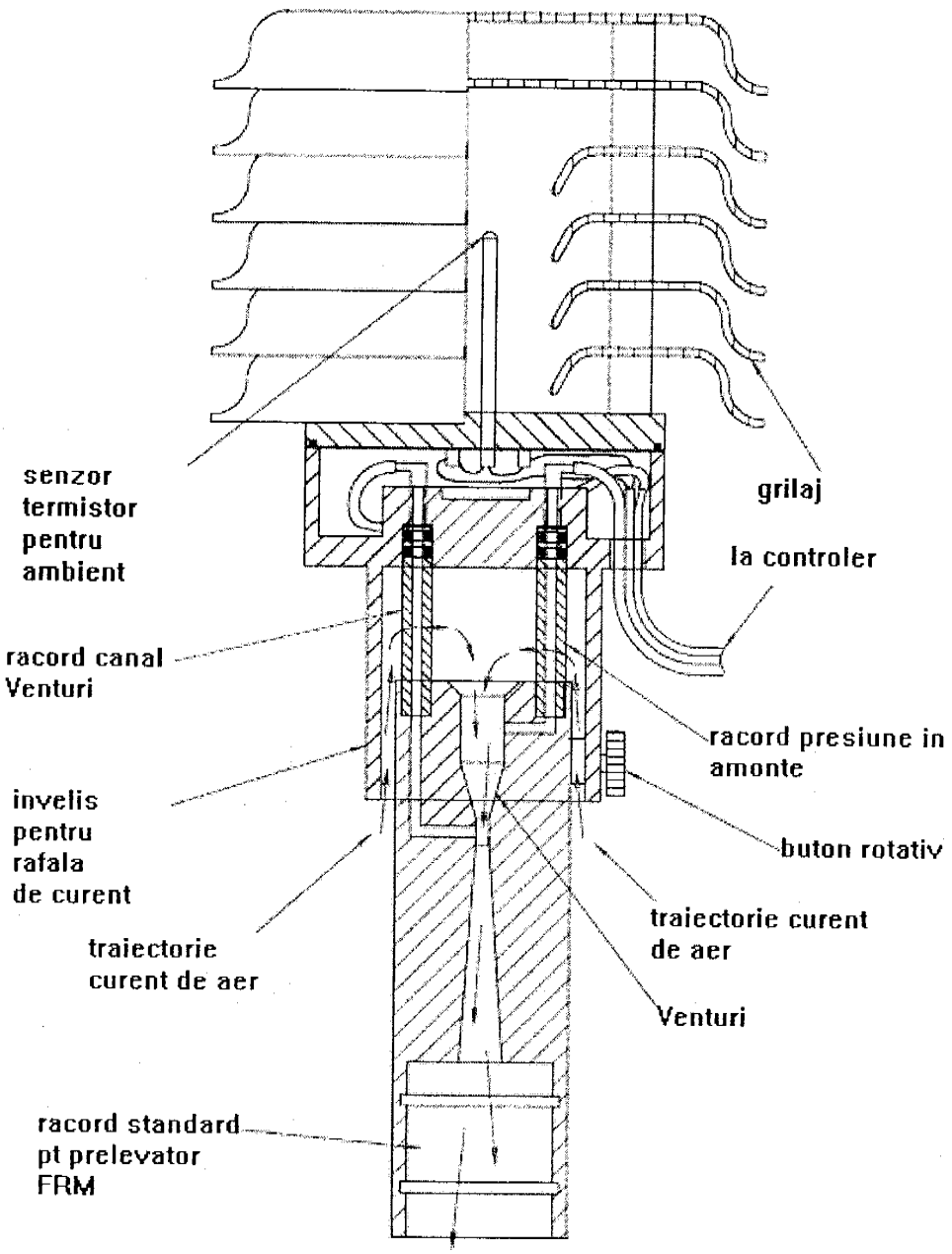


Figura 3 – Vedere din profil a capului de masurare

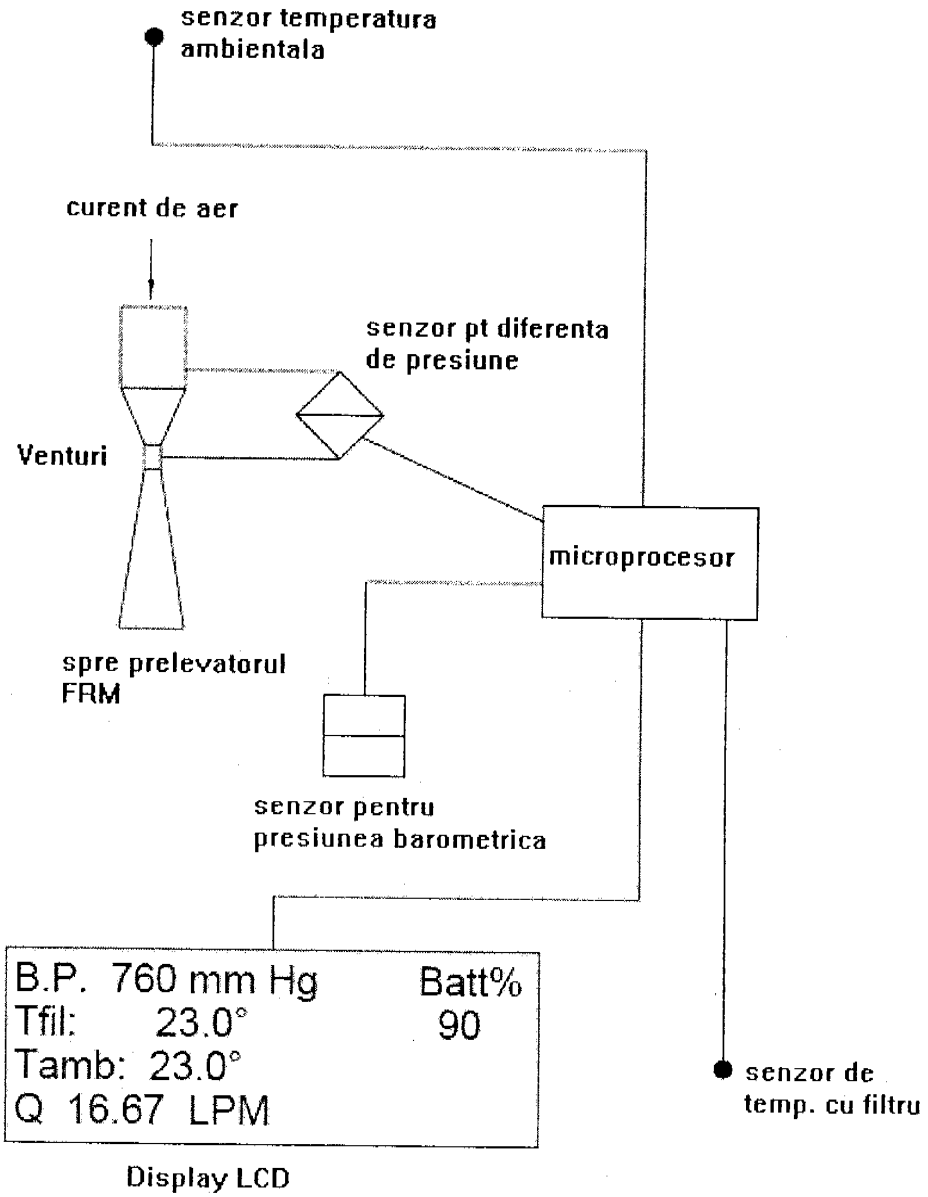


Figura 4 – Diagrama schematica a deltaCal

4. Principiul de operare

Aparatul deltaCal masoara debitul volumetric utilizand un convertor de presiune pentru a evalua reducerea presiunii cauzata de aerul admis printr-un tub venturi. Pe masura ce creste debitul de aer care trece prin venturi, creste si scaderea presiunii ca radacina patrata. O crestere de 4 ori a reducerii presiunii produce de 2 ori debitul de aer. O caracteristica a tubului venturi este aceea ca reducerea presiunii create de aparat este restabilita in sectiunea de expansiune a tubului venturi. De aceea, masuratorile sunt efectuate cat mai aproape de conditiile de operare ale prelevatorului.

Semnalul de la convertorul de presiune este transmis la microprocesor unde, este combinat pe baza unui algoritm cu informatiile de la senzorul pentru presiunea barometrica si cel pentru temperatura ambientala.
Pentru a elimina fluctuatiile de pe display ale debitului volumetric, se face media primelor 20 de citiri si apoi se continua ca medie de rulare.
Presiunea barometrica si temperatura sunt monitorizate si afisate continuu, atunci cand aparatul este pornit. Poate fi utilizat un senzor suplimentar de temperatura pentru a analiza temperatura de filtrare a unui prelevator FRM. Temperatura senzorului este afisata pe display daca acesta este conectat la modul.

5. Instalarea aparatului

Scoateti aparatul din geanta de transport si conectati senzorul de temperatura cu filtru la portul respectiv de pe panoul de conectare (vezi Fig. 5).

Note importante referitoare la utilizarea aparatului deltaCal

A. Prin capul de masurare nu trebuie sa treaca aer.
De fiecare data cand porniti aparatul, se va seta automat la zero. Daca exista curent de aer, acest debit de aer va fi setat la zero.

B. Controlerul trebuie sa fie asezat in pozitia in care va fi utilizat la pornire (orizontal sau vertical). In carcasa se gasesc convertorii de presiune, supusi fortei gravitatiei. Modificarea pozitiei poate duce la erori minore. Acest lucru se aplica tuturor aparatelor care contin convertori de presiune.

C. Pentru a efectua o masurare exacta, aparatul deltaCal trebuie sa fie adaptat din punct de vedere termic la mediul ambiental in care se gaseste prelevatorul. Astfel, scoateti aparatul din geanta de transport si lasati-l o ora inainte de a-l utiliza, in apropierea prelevatorului pe care-l veti analiza. Din 2004, cand au fost introduse componente din aluminiu anodizat, aceasta perioada de aclimatizare a fost redusa la 10 minute. Daca, in timpul utilizarii, deltaCal este supus unei modificari a temperaturii de mai mult de 5 °C, opriti-l si porniti-l din nou.
Cand porniti deltaCal si nu este conectat la o sursa externa de curent, pe display este afisat XX % (capacitatea ramasa a bateriei). Cat timp este indicat mai mult de 10 %, mai puteti opera aparatul cel putin o ora. Daca folositi adaptorul AC, pe display va fi afisat 'DC In' si nu exista nici o limita de timp.
NOTA!
Utilizarea unui alt adaptor AC decat cel livrat poate deteriora componentele circuitelor. Daca pierdeti adaptorul AC sau daca se strica, operati aparatul numai cu bateriile AA.
Acum puteti efectua analiza.

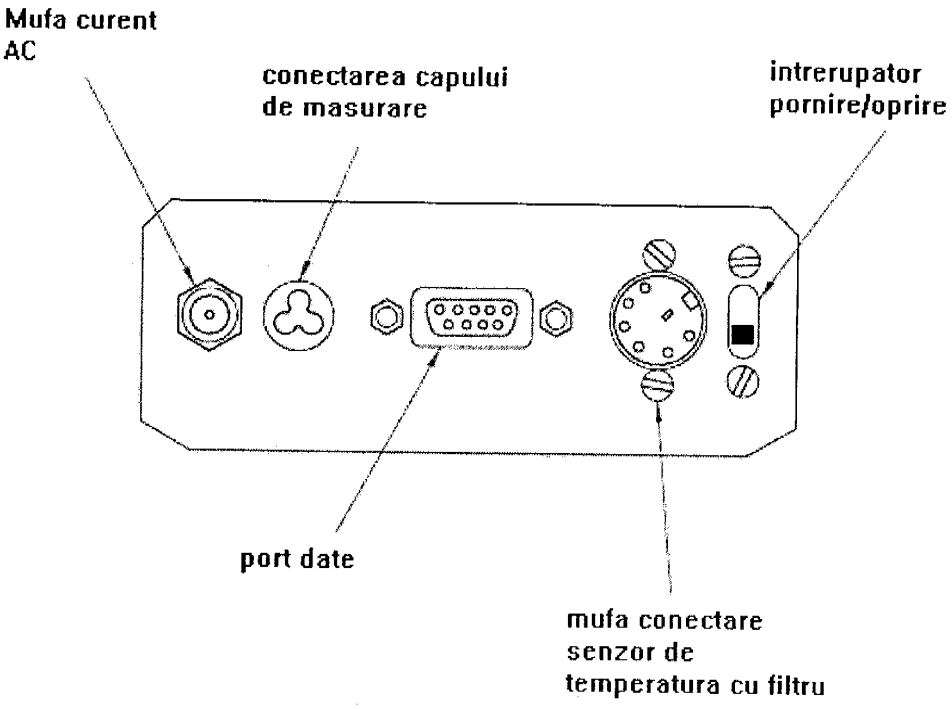


Figura 5 – Panou de comanda deltaCal

Tabel 1 Raport de analiza

Aparat de analiza:

Fabricat:_____ Model:_____S/N:_____
Data:_____Ora:_____deltaCal S/N_____

Debit – Lpm
Prelevator: _____ dif % = [(deltaCal-prelevator)/deltaCal] x 100
DeltaCal:_____ dif. permisa = 4%; Admis_____ Respins_____

Temperatura ambientala °C
Prelevator: _____
DeltaCal:_____ dif. permisa = ±2°C; Admis_____ Respins_____

Presiune barometrica – mm Hg
Prelevator: _____
DeltaCal:_____ dif. permisa = ± 10mm; Admis_____ Respins_____

Opriti prelevatorul, deschideti suportul filtrului, scoateti caseta si tineti varful senzorului de temperatura langa senzorul de temperatura cu filtru al prelevatorului, *fara a-l atinge.*

Temperatura filtrului C
Prelevator: _____
DeltaCal: _____ dif. permisa = ±2°C; Admis_____ Respins_____

Tehnici de lucru în spectrometria de absorbție atomică (AAS) utilizate la determinarea metalelor din aer

原子吸光光度計（グラファイトファーネス法）を用いた

大気中の重金属類の測定技術に関する研修

Manual pentru curs

研修コース

Teoria Probleme Întâmpinate la Utilizarea SAA şi Rezolvarea lor

AAS 測定において問題が生じた場合の解決法

Secțiunea 8

セクション 8

Identificarea deficientelor spectrometriei de absorbtie atomica pe cuptor

Spectrometria de absorbtie atomica este o tehnica relativ directa de obtinere a rezultatelor corecte si precise. Probleme apar in toate tehnicile, dar majoritatea pot fi rezolvate de catre analist. Acest ghid a fost realizat pentru a asista la indentificarea si corectarea cel mai multor deficiente comune gasite in spectrometria de absorbtie atomica pe cuptor. Exista patru probleme principale care trebuiesc luate in considerare:

- Sensibilitate redusa
- Precizie mica
- Abaterea de la conditiile stabile (drift)
- Rezultate incorecte

Sensbilitate redusa

Daca presupuneti ca sensibilitatea este redusa pentru un anumit element, sunteti sfatuit sa comparati absorbantele masurate cu cele publicate in cartea de date a aparatului, inainte de a incepe analiza urmarind sugestia de mai jos.

Lampa cu catod cavitar

Este necesar ca lampa caracteristica elementului de analizat sa fie instalata si alimentata in spectrometru. Monocromatorul trebuie sa fie setat la lungimea de unda corecta, lampa sa fie aliniata pentru maximum de energie, fanta corect selectata si curentul lampii otimizat conform Manualului de Metode al spectrometrului utilizat.

Parametrii cuptorului

Parametrii cuptorului trebuie optimizati in functie de analiza dorita. Cauzele principale pentru o sensibilitate redusa pot fi:

- Uscarea probei se realizeaza prea repede;
- Temperatura necesara pentru transformarea probei in cenusa (calcinare) este prea mare
- Temperatura de atomizare este prea mica
- In timpul fazei de atomizare, temperatura nu a fost corect controlata
- Sursa interna de gaz inert este utilizata si in timpul atomizarii
- Proba se imprastie (in special probele organice)

Interferente

Interferentele pot fi clasificate dupa cum urmeaza:

Interferente fizice

Efectele vascozitatii pot conduce la valori diferite ale concentratiei probei injectate in tubul cuptorului sau vor duce la caracteristici diferite ale uscarii. Probele si solutiile etalon trebuie sa fie intotdeauna similare din punct de vedere al vascozitatii.

Formarea unui compus stabil

Multe elemente refractare formeaza carburi stabile, reducand astfel eficienta atomizarii. Este recomandata utilizarea de cuve acoperite pirolitic sau ELC pentru a reduce aceste efecte. Datorita faptului ca elemente ca aluminiu formeaza nitruri este necesar ca sa se utilizeze ca gaz inert argonul (nu azotul) in aceste cazuri.

Formarea de compusi volatili

In anumite matrice, elementele pot fi atomizate la temperaturi mai joase decat cele asteptate, datorita formarii mai multor compusi volatili. Realizarea unui grafic cenusare/atomizare a matricei unei probe va indica temperatura maxima de obtinere a cenusii, ceea ce va duce la eliminarea acestei probleme.

Interferentele fazei de vapori

Interferentele fazei de vapori sunt cele mai intilnite in cazul analizelor de spectrometrie de absorbtie atomica pe cuptor de grafit. Au fost propuse mai multe metode pentru a controla aceste interferente. Principalele metode utilizate astazi presupun:

- Modificarea matricei – presupune adaugarea de anumiti compusi chimici care pot reactiona cu matricea probei sau cu analitul de interes pentru a reduce interferentele. Modificatorii de matrice trebuiesc utilizati cu atentie pentru ca acestia sa nu devina o sursa de contaminare
- Atomizarea pe platforma – proba este injectata pe platforma de grafit, aceasta fiind introdusa intr-o cuveta; platforma este incalzita prin radiatie de la peretele tubului de grafit si astfel, temperatura acesteia ramane in urma temperaturii tubului. Atomizarea este intarziata si faza gazoasa devine mai calda decat platforma. In aceste conditii, analitul atomizat si matricea nu condenseaza, interferentele fazei de vapori fiind astfel minimalizate. Are loc totodata si o reducere a semnalului de background datortia descompunerii termice mai mari a moleculelor in faza de vapori in comparatie cu atomizarea peretelui tubului.
- Particule – daca solutia supusa analizei contine particule este foarte probabil ca acestea nu vor fi complet atomizate si vor rezulta absorbante mai mici decat cele reale. Daca proba nu a fost omogenizata inaintea analizei, particulele se pot sedimenta conducand la valori mai mici ale absorbantelor decat cele reale. Este recomandat ca solutiile ce vor fi supuse analizei prin spectrometrie de absorbtie atomica pe cuptor sa nu contina particule, de cate ori este posibil.

Cuvetele

Tehnologia moderna pune la dispozitie o varietate de cuvete pentru a acoperi toate tipurile de probe cunoscute. Selectarea corecta a cuvei se va face in functie de elementul si matricea probei de analizat

Cuvete electrografitice

Cuveta electrografitica este o cuveta ce corespunde pentru analiza unor elemente cu caracter volatil pronuntat ca plumbul si cadmiul.

Cuvete acoperite pirolitic

Aceste cuvete sunt cuvete electrografitice cu o acoperire pirolitica a suprafetei de grafit . Acoperirea pirolitica reduce porozitatea tubului si formarea carbidului prezentand o sensibilitate ridicata la o temeperatura medie pentru elemente refractare cum ar fi vanadiu, mangan si molibden.

Cuvete ELC

Aceste cuvete sunt cuvete electrografitice cu o acoperire a suprafetei de grafit pirolitic foarte densa si in profunzime. Acoperirea pirolitica reduce porozitatea tubului si formarea carbidului prezentand o sensibilitate ridicata la o temeperatura medie, pentru elemente refractare cum ar fi vanadiu, mangan si molibden. Aceste cuvete pot fi folosite pentru elemente volatile, dar pot fi avantajos utilizate pentru controlul incalzirii prin tensiune constanta decat controlul temperaturii prin senzor cu fibra optica.

Cuvete cu creste

Cuvetele cu creste sunt acoperite pirolitic si au 2 creste semi-circulare situate de o parte si de cealalta a orificiului de injectie; aceste creste retin solutia prevenind imprastierea in timpul fazei de uscare. Aceste cuvete sunt utile in special pentru analiza solutiilor foarte mobile, cum ar fi solventii organici.

Gazul intern

Pentru o sensibilitate ridicata fluxul de gaz intern trebuie oprit in timpul atomizarii.

O cauza frecventa a obtinerii unei sensibilitati reduse este pregatirea incorecta a probei.

Precizie scazuta

Erorile de prelevare la concentratii mici constituie o sursa importanta pentru lipsa de precizie . De aceea metodele de prelevare trebuie luate in considerare in cazul in care

analiza necesita o precizie mare. De mentionat este faptul ca la nivel de ppb, valori ridicate ale RSD reprezinta variatii foarte mici ale concentratiilor.

Sistemul de injectie al probei

Volumul solutiei injectate in cuptor trebuie sa fie reproductibil. O injectie imprecisa poate fi evitata cu sisteme moderne de autosamplere, dar problema pipetarii manuale nu este eliminata. Daca o pipetare este imprecisa, atunci verificati volumul autosampler-ului prin dispensarea de apa deionizata intr-un vas si cantarind 10 injectii. Curgerea inceata se poate datora varfului capilarului care poate fi unsuros. De aceea varful capilarului trebuie curatat in mod regulat cu alcool pentru a preveni acest efect

Adancimea capilarului de injectie

Adancimea incorecta a capilarului de injectie este o cauza uzuala pentru o precizie mica in analiza pe cuptor de grafit. O regula simpla pentru a evita micsorarea preciziei presupune ca, cu cat o proba este mai putin vascoasa, cu atit sistemul de injectie poate fi mai aproape de perete. Utilizati o oglinda sau GFTV pentru a verifica injectia.

Aplicarea unui program incorect al cuptorului

Imprastierea probei in timpul fazei de uscare este o problema generala, in special cand se utilizeaza solventi de natura organica.
Deasemenea, daca proba este incalzita prea repede, apare fenomenul de fierbere care micsoreaza precizia analizei. Este recomandata reducerea vitezei rampei si a temperaturii finale, marind timpul de uscare pana in momentul in care se observa o uscare a probei. Daca aducerea sub forma de cenusa a probei este incompleta, cand timpul alocat programului de calcinare s-a terminat se va inregistra si in acest caz o precizie mica.Fumul de la faza de cenusare ar trebui purjat inainte de terminarea programului de calcinare.

Aceasta problema poate fi eliminata crescand timpul pentru obtinerea cenusii si posibila crestere a temperaturii de obtinere a cenusii.

Lampa cu catod cavitar

Daca este utilizat un curent prea mic pentru lampa cu catod cavitar, atunci zgomotul acesteia este mare 9semnificativ0 si poate afecta precizia. In mod normal curentul lampii trebuie sa fie de la 75 la 90% maxim pentru analiza. In circumstante neobisnuite cand se utilizeaza lungimile de unda mai putin sensibile, amplificarea aplicata fotomultiplicatorului poate reduce precizia analizei printr-o valoare mica.

Corectia background-ului

Daca cuptorul de grafit nu este aliniat corect in raport cu lampa sistemului de corectie a backgroundului si lampa cu catod cavitar, vor fi observate probleme datorita

atenuarii sursei de radiatii sau de la emisia peretelui tubului. Sistemul trebuie realiniat in conformitate cu manualul de utilizare al aparatului.

O precizie mica se va datora si selectarii unei lungimi de unda mai mare decat cea specificata pentru corectia de background.

Limitarea energiei datorita opticii

Semnalele cu zgomot mare inregistrate pot fi datorate atenuarii sursei de radiatii sau folosirii unei latimi de banda incorecte.

Realinierea capului cuptorului si folosirea unei deschiderei mai mari va imbunatati raportul semnal-zgomot. Partea optica murdara, in special al sistemelor optice cu dublu fascicol va reduce semnalul.

Depunerea de carbune pe ferestrele capului cuptorului va creste zgomotul in sistem. De aceea ferestrele cuptorului trebuiesc curatate in mod regulat. Folosirea oxigenului in faza de cenusa si a debitelor mari de gaz intern va reduce depunerea de carbune.

Abaterea de la stabilitate(driftul)

Abaterea nu mai constituie o problema majora in spectrometria de absorbtie atomica. Stabilitatea este obtinuta daca instrumentului i se permite sa se incalzeasca cel putin 10 minute inainte de analiza. Datorita faptului ca aparatul face automat autozero inainte de etapa de atomizare si controlul optic al temperaturii va asigura analiza fara abatere de la stabilitate, fara a fi influentata de drift. Singura sursa potentiala de abatere este imbatranirea tubului si aceasta se poate depasi prin folosirea cuvelor pirolitice.

Solutiile etalon de verificare trebuie masurate si in timpul analizei pentru a confirma ca analiza are loc fara abateri.

Rezultate incorecte

In practica multe cauze pot conduce la obtinerea de rezultate incorecte, sursa erorilor provine fie din prepararea solutiilor etalon, fie de la pregatirea probei sau contaminarea probei. Factorii de dilutie vor influenta acuratetea finala a rezultatului si greutatea probei trebuie sa fie intotdeauna corecta. Materialele de referinta ar trebui sa fie utilizate ori de cate ori este posibil pentru validarea metodei si modul de pregatire al materialului de referinta ar trebui sa fie acelasi ca in cazul probelor.

Daca materialele de referinta nu sunt disponibile pentru o anumita analiza, atunci validarea este posibila folosind tehnici alternative cum ar fi ICP-MS.

Multe solutii sunt instabile la concentratii foarte mici si de aceea ar trebui sa fie analizate cat se poate de repede si preferabil ar fi sa fie stabilizate cu acid.

Problema (cauza)	Solutia
Sensibilitate redusa	
Lampa este pozitionata incorect	Aliniati lampa
Curentul lampii este incorect	Folositi lampa la un curent de maxim 70-90%
Lungime de unda diferita	Selectati lungimea de unda corecta
Alinierea cuptorului	Realiniati capul cuptorului conform manualului de utilzare al acestuia
Program incorect al cuptorului	Optimizati temperatura si timpul de uscare. Realizati graficul de optimizare cenusare/atomizare
Neutilizarea controlului de temperatura	Folositi controlul temperaturii in timpul atomizarii
Rampa in timpul fazei de atomizare	Folositi viteza maxima de atomizare
Tip de cuveta incorecta	Folositi tipurile de cuvete cerute in conditiile cerute de program/in cartea de metode a aparatului: • elemente volatile – neacoperite • elemente refractare – acoperite sau ELC
Gaz inert incorect	Folositi azot sau de preferinta argon
Gazul nu se opreste	Utilizati debit zero in timpul fazei de atomizare
Interferente	Folositi solutii standard de aditie Optimizati metoda de analiza Diluati matricea Folositi tehnicile de modificare a matricei Folositi extractia cu solvent
Particule	Pregatiti proba printr-o alta metoda
Solutii etalon incorecte	Pregatiti solutii etalon proaspete
Precizie mica	
Adancimea injectiei este incorecta	Reglati adancimea injectiei

Programul de uscare este incorect	Optimizati faza de uscare
Faza de calcinare este incorecta	Optimizati faza de calcinare Folositi graficul cenusare/atomizare
Faza de atomizare este incorecta	Optimizati faza de atomizare Folositi graficul cenusare/atomizare
Neutilizarea controlului de temperatura	Folositi controlul temperaturii in timpul fazei de atomizare
Pipetare manuala	Folositi autosamplerul pentru o precizie mai buna
Proba curge incet pe sistemul de injectie	Curatati varful sistemului de injectie cu alcool
Cuptorul este aliniat gresit	Realiniati capul de cuptor in conformitate cu Manualul de utilizare al acestuia
Corectie gresita a fondului spectral	Verificati alinierea Optimizati metoda in scopul reducerii la minim a semnalului background-ului Deselectati corectia de background la lungimi de unda ridicate
Ferestrele capului cuptorului sunt murdare	Curatati ferestrele
Gazul inert circula in timpul atomizarii	Opriti gazul in timpul fazei de atomizare
Exista particule in proba	Pregatiti proba printr-o alta metoda
Rezultate incorecte	
Preparare incorecta a solutiilor etalon	Preparati solutii etalon proaspete
Pregatirea probei este incorecta	Revedeti tehnica de pregatire a probei
Materialul de referinta este incorect	Utilizati alt material de referinta

Contaminare	Curatati toate vasele de prelevare si echipamentul
Interferente	Diluati proba Folositi corectia background-ului Optimzati metoda de analiza Folositi alte lungimi de unda Folositi aditia standard Folositi extractia cu solvent
Particule	Pregatiti proba printr-o alta metoda
Vascozitate	Vascozitatea probelor similara cu solutiile etalon
Programul cuptorului este incorect	Optimizati programul cuptorului Optimizare automata faze cenusare/atomizare
Tubul are viata scurta	
Temperaturile sunt incorecte	Curatati lentilele care asigura controlul temperaturii Folositi controlul optic al temperaturii in timpul atomizarii si a curatarii cuvetei
Tipul cuvetei este incorect	Inlocuiti cuveta cu una de tip corect
Timpi mari pentru fazele de atomizare si respectiv de curatare al tubului	Folositi maxim 3 secunde pentru atomizare si curatarea tubului
Debitul de gaz este restrictionat	Verificati conexiunile blocate strangulate, ciupite
Folositi oxigen pentru a aduce proba sub forma de cenusa	Introduceti oxigen pentru maxim 40 secunde. Purjati cu argon pentru a elimina tot oxigenul inainte de a trece la urmatoarea etapa
Matrice agresiva	Diluati proba Folositi ECL Pregatiti proba printr-o alta metoda
Supraincalzirea capului de cuptor	
Debitul lichidului de racire este restrictionat	Curatati filtru de pe linie

MINISTERUL MEDIULUI ŞI DEZVOLTARII DURABILE

AGENȚIA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA MEDIULUI
Aleea Lacul Morii nr. 151, Sector 6, Bucureşti , Cod 060841
Splaiul Independentei 294, sect 6, Bucuresti;tel
021-2071117;Fax:021-2071115
DIRECȚIA GENERALĂ MONITORING, SINTEZĂ ŞI COORDONARE
DIRECȚIA LABORATOARE NAȚIONALE DE REFERINȚĂ
SERVICIUL LABORATOR AER

5.3 Curs de tehnici de lucru pentru măsurarea concentrației de benzen în aer
Training Course of Benzene Measurement in the Air
大気中のベンゼン濃度測定に関する研修コース

Curs GC – Prelevare si tehnici auxiliare

Zi	Tema abordată	Lector
1	GC: Prezentare şi prelevare cu pompa NPL. Prezentarea sistemului extern de condiționare a tuburilor; prezentarea sistemului ATIS de injecție in tuburile de adsorbție - demonstrație practică.	Ms.Luminita Popescu（NRL）

GC 研修プログラム

日	テーマ・研修内容	講師
1	GC 分析研修 Tenax チューブ用 NPL サンプラーの紹介及びサンプリングの実演 Tenax チューブの洗浄方法の紹介 ATIS を用いた検量線作成用標準試料（Tenax チューブ）の作成方法の紹介、実演及び実習	Ms.Luminita Popescu（NRL）

Materials

1. Procedura pentru condiționarea tuburilor adsorbante umplute cu : Tenax TA+Graphitised Carbon Black+Carbonised Molecular Sieve
2. Instrucțini de lucru pentru sistemul automat de condiționare al tuburilor adsorbante utilizate în analiza TD/GC (SPTDCS)
3. Instructiuni de lucru prelevatorul NPL-Controlled Flow Air Sampler
4. Instructiuni pentru transferul datelor din pompa Delta in calculator
5. Procedura de prepare a soluțiilor etalon pentru injectare în fază lichidă
6. Procedura de încărcare tuburi cu soluții etalon
7. Instructiuni de lucru pentru aparatul ATIS ™
8. Annex 1
9. Annex 2

Procedura pentru condiționarea tuburilor adsorbante umplute cu : Tenax TA+Graphitised Carbon Black+Carbonised Molecular Sieve

1. SCOP

Prezenta procedura prezintă modul de condiționare pentru tuburile cu adsorbant în vederea utilizarii lor pentru prelevarea cu un dispozitiv de prelevare.

2. DOMENIU DE APLICARE

Procedura se aplică de către persoana din laborator responsabilă cu condiționarea tuburilor ,instruită pentru realizarea condtiționării tuburilor.
Aceasta se poate realiza folosind ca echipamente de lucru :
a. Atosampler UltraTD /softul Unity-Ultra instalat pe PC , varianta Conditioning Tubes din softul Unity.
b. Short Path Thermal Desorbtion Conditioning System
Ambele echipamente utilizează desorbția termică a tuburilor la o temperatură egală sau puțin mai mare decât temperatura de desorbție analitică Timpul de condiționare tipic este de 10 minute cu un debit de gaz purtător de cel puțin 100 ml/min.

3. DOCUMENTE DE REFERINTA

Manualul calității ,cod

SR EN 14662-1 Calitatea aerului înconjurator Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de benzene Partea1: Prelevare prin pompare urmată de desorbție termică şi cromatografie în fază gazoasă

Unity Thermal Desorber User Manual

Short Path Thermal Desorbtion Conditioning System SERIE 942 User s manual.

Tube Packing Report/ How to condition your sorbent tubes – Markes International limited

4 DEFINITII SI PRESCURTARI

Valoarea martor a desorbței

5 DESCRIEREA ACTIVITATII

5.1. Date generale

Tuburile utilizate sunt umplute cu Tenax+graphitised Carbon Black+Carbonised Molecular Sieve.
Ele se cintaresc la balanta Kern şi se notează valoarea in caietul de cintariri.
Temperatura maximă de desorbție este de 350 0C
Pentru condiționarea tuburilor conținând site moleculare trebuie aplicată o temperatură inițială scazută care va fi ridicată pas cu pas pentru îndepărta complet oxigenul şi urmele de apă fără a provoca deteriorarea sorbentului.
Se realizează următoarea secvență de temperatură :
1.Pentru tuburi condiționate prima dată este recomnadată următoarea succesiune de temperaturi:
1 oră la 100 ^{0}C
1 oră la 200 ^{0}C
1 oră la 300 ^{0}C
30 minute la 335 ^{0}C

2. Pentru tuburi recondiționate se recomandă următoarea succesiune de temperaturi:
15 minute pentru fiecare temperatură specificată pentru tuburile condiționate prima dată .
Este recomandată totuşi o temperatură de desorbție de 300-320 ^{0}C pentru reducerea artefactelor şi extinderea timpului de viață al solventului.

5.2. Condiționarea folosind autosamplerul Ultra TD/Soft Unity
Se montează tuburile adsorbante închise cu capacele DiffLok ,pentru condiționare în tăvițele autosamplerului în acelaşi mod ca în cazul efectuării analizei GC/TD
Se dă drumul la gazul purtător (N 2 –generator Claind sau butelie), cu un debit de 100 ml/min . Fluxul de gaz purtător trebuie să fie în direcția opusă celui din perioada prelevării.
Se deschid unitățile Autosampler Ulta TD, Unity , GC , PC
Se încarcă softul Unity –Ultra
În freastra deschisă se selectează din rigla Conditioning Tubes Mode
Parametrii de condiționare se setează în această fereastră în conformitate cu indicațiile din Unity Thermal Desorber User Manual capitolul 22.1
Se încarcă metoda de conditionare si se realizează secvența corespunzătoare poziției tuburilor în autosampler.
Se rulează secvența cu metoda indicată

5.3. Condiționarea folosind aparatul Short Path Thermal Desorbtion Conditioning System
Se deschide aparatul Short Path Thermal Desorbtion Conditioning System conform Instrucțiunilor de lucru pentru acest aparat.
Se montează cele 6 tuburi în dispozitivele din partea inferioară a aparatului .
Se dă drumul la gazul purtător (N 2 –generator Claind sau butelie), cu un debit de 100 ml/min . Fluxul de gaz purtător trebuie să fie în direcția opusă celui din perioada prelevării.
Verificarea debitului gazului purtător se face montând un debitmetru etalonat în capul tubului liber, Se ajustează valoarea debitului la valoarea dorită din butoanele de pe panoul central al aparatului pentru fiecare poziție în parte.
Se seteaza manual temperature/urile de condiționare şi la atingerea acesteia se introduc tuburile in cuptorul aparatului.
Secventa de temperatură este cea indicată la pct.4.1
La finalul condiționării tuburile se scot din cuptor , cu foarte mare atenție fiind foarte fierbinți (se utilizează manusi de protecție sau se evită contactul pielii cu acestea) şi se aşează în pozițiile din spate pentru răcire , cca 5-7 minute.

5.4 Stocarea tuburilor condiționate

Tuburile condiționate folosind echipamentele de la pct.2 se capsulează cu capacele de siguranță şi se pot păstra în cutii speciale în vedrea utilizarii ulterioare.
Se cântaresc pentru a se vedea dacă greutatea după condiționare a scăzut foarte mult.
În cazul in care diferența de greutate este foarte mare se repetă condiționarea.
Ele trebuie analizate prin utilizarea parametrilor analitici de rutină pentru a se asigura că valoarea martor a desorbției termice este suficient de scăzută.
Dacă valoarea martor este inacceptabilă ,tuburile trebuie recondiționate prin repetarea acestei proceduri.
Odată ce o probă a fost analizată, tubul poate fi reutilizat imediat pentru o nouă prelevare.
Dacă tuburile nu au fost utilizate o perioadă lungă de timp (mai mult de o săptămână) sau sunt puternic contaminate ,înainte de reutilizare sau dacă este prevăzută prelevarea pentru un alt analit este recomandat să se verifice valoarea martor a desorbței.
Tuburile au un timp de viață de aproximativ 100 cicluri care includ atât desorbția cât şi condiționarea. După aceste cicluri este recomandată reumplerea lor cu sorbent proaspăt.

6 RESPONSABILITATI

6.1. Persoana desemnată cu condiționarea tuburilor :
- verifică aspectul tuburilor şi ultima data cît acestea au fost condiționate
- cântareşte tuburile şi notează greutatea acestora în caietul de cântăriri
- montează tuburile în echipamentele pentru condiționare
- efectuează condiționarea conform pct.5.2 sau 5.3
-cântăreşte tuburile după condiționare şi notează valoarea acesteia în caietul de cântăriri
- stochează tuburile conform pct.5.4
- noteaza in caiet periodicitatea condiționării tuburilor

6.2. Responsabil de încercare
- verifică valoarea martor a desorbței termice
- verifică periodicitatea condiționării tuburilor în vederea reumplerii lor cu sorbent proaspăt

7 INREGISTRARI

Nr. crt.	Denumirea documentului	Suport	Persoana care completeaza	Loc de pastrare	Observatii
1	Caiet conditionare tuburi	Cod	Laborant	Sala GC/conditionare	

Nr serial al tubului	Masa totala a sorbentului mg	Cântărirea tuburilor				Condiționarea tuburilor			Echipament folosit la condiționare	
		Data ultimei cintariri	Data cintariri	Masa ÎC g	Masa DC g	Data ultimei condiționări	Data condiționării	Nr. condiționari	Ultra TD	SPT DCS

Instrucțini de lucru pentru sistemul automat de condiționare al tuburilor adsorbante utilizate în analiza TD/GC (SPTDCS)

Destinația aparatului

Aparatul SPTDCS este un dispozitiv de condiționare a tuburilor adsorbante folosite pentru prelevarea probelor de aer Această operație se realizează prin desorbția inversă lentă a urmelor de oxigen, apă şi analiti într-un cuptor, în curent de gaz continuu şi la o temperatură care nu distruge sorbentul , sau cea indicată de producătorul tuburilor adsorbante.

Modul de lucru

1. Se conectează aparatul la sursa de curent introducând cablul de alimentare în mufa din spatele aparatului.
2. Se montează tuburile adsorbante în dispozitivele de prindere tuburi din spatele aparatului cu capatul gravat în capacul albastru.
3. Se deschide aparatul din butonul POWER de pe panoul frontal al aparatului
4. Se deschide butelia de gaz azot 5N sau generatorul de azot.
5. Se deschide admisia gazului din butonul GAS de pe panoul frontal al aparatului
6. Cu ajutorul display- ului WATLOW se setează manual/automat secvența de temperatură dorită folosind cheia Up
7. Se porneşte încălzirea din butonul Heater de pe panoul frontal al aparatului
8. Se urmăreşte egalizarea temperaturilor pe cele două ecrane ale display-iului
9. La atingerea temperaturii setate se introduc cele 6 tuburi în cuptorul aparatului şi se mențin la temperatura setata o perioada specificata de timp.

   Secvența de temperatură în cazul tuburilor umplute cu Tenax TA+Graphitised Carbon Black+Carbonised Molecular Sieve este :
   - 1 oră 100 ^{0}C /1oră 200 ^{0}C/1 oră 300 ^{0}C/30 minute 335 ^{0}C pentru tuburi condiționate prima data
   - 15 minute 100 ^{0}C/15 minute 200 ^{0}C/15 minute 300 ^{0}C/15 minute 335 ^{0}C pentru tuburi reutilizate
10. Se ajustează debitul gazului purtător la 100 ml/min cu ajutorul butoanelor rotametrelor de pe panoul frontal.
11. După terminarea secvenței de condiționare tuburile se scot din cuptor cu foarte mare atenție (Sunt f fierbinți -3350C!!!!!) şi se aşează în suporturile din spatele aparatului pentru răcire. Se utilizează manusi de protectie antitermice..
12. După cca 5-10 minute de răcire tuburile sunt sigilate şi stocate în cutii speciale în vederea utilizării ulterioare.
13. Se setează pe display-iul aparatului temperatura ambiantă folosind cheia Down şi se închide butonul Heater.
14. Se închide butonul Gas
15. Imediat sau după răcire se închide butonul POWER.
16. Se închide butelia de gaz.

INSTRUCTIUNI DE LUCRU PRELEVATORUL NPL – CONTROLLED FLOW AIR SAMPLER

DESTINATIA APARATULUI

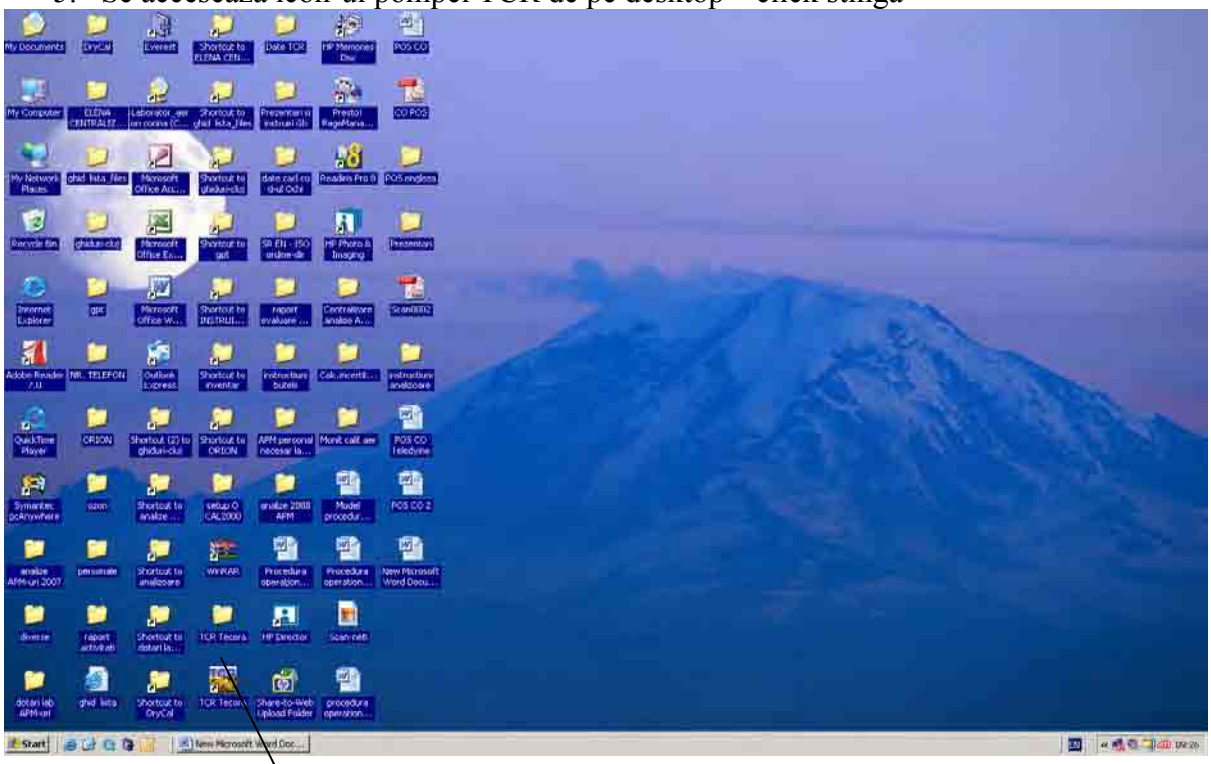
Prelevatorul NPL – Controlled Flow Air Sampler este o pompa de vid pentru prelevarea COV-urilor din aerul ambiental, folosind ca suport de prelevare tuburile adsorbante umplute cu Tenax .

MODUL DE LUCRU

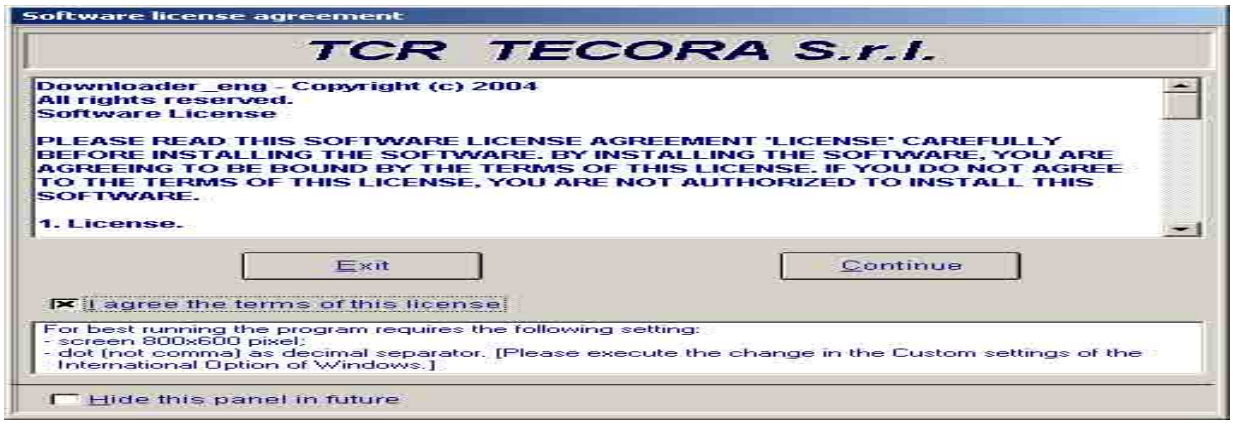
1. Se aşează pompa în locul de prelevare pe un suport adecvat (masa, birou, etc)
2. Se realizeaza traseul de prelevare prin montarea unui furtun Ø = 8 mm la mufa de admisie situata pe panoul din partea dreapta in partea de sus .
3. Se monteaza pompa de vid prin conectarea furtunului Ø = 8 mm la mufa de admisie situată pe partea dreaptă jos şi în mufa pompei de vid .
4. Se monteaza fiecare tub adsorbant in coturile speciale pentru fixare
5. Tubul se va monta cu capatul gravat pe direcţia de prelevare respectând indicaţia de pe panou **Grove at this end**
   Dupa asamblarea celor doua coturi tubul se monteaza in suportii verticali şi se insurubeaza uşor pentru fixare
6. Se noteza pozitia A sau pe B în care s-a montat tubul şi indicatia acestuia
7. Se aşează un tub lîngă cele două tuburi montate în pompa care reprezintă blank-ul
8. Se verifica etanşeitatea traseului şi posibilitatea existenţei unor întreruperi prin îndoirea furtunelor de prelevare. Se remediaza manual.
9. Se conectează prelevatorul şi pompa de vid la curent 220V 50+60 Hz
10. Se porneşte pompa de vid din butonul verde poziţia 1
11. Se urmăreste becul verde de pe parte superioară a prelevatorului
12. Acesta trebuie să se aprinda la interval de 8 secunde
13. Se notează în Foaia de înregistrare a prelevării indicaţia de pornire de pe display-ul aflat lânga becul verde şi timpul de pornire al prelevării (e.g **814-14)**
14. Se verifică setarea bypass flow pentru valoarea 3 L/min prin deschiderea capacului panoului central din butonul negru şi vizualizarea rotametrului din partea stîngă Bila neagră va fi în dreptul valorii 2.5
15. După 24 ore (sau alt timp de prelevare stabilit în prealabil) se opreşte pompa de vid din butonul verde pozitia O
16. Se notează în Foaie de înregistrare a prelevării indicaţia finala de pe display-ul aflat lânga becul verde şi timpul final al prelevării
17. Se desurubează coturile celor două tuburi şi apoi se scot din ele.
18. Tuburile se capsulează cu capacele de transport
19. Coturile se păstrează într-o cutie specială pîna la viitoarea prelevare

Instructiuni pentru transferul datelor din pompa Delta in calculator

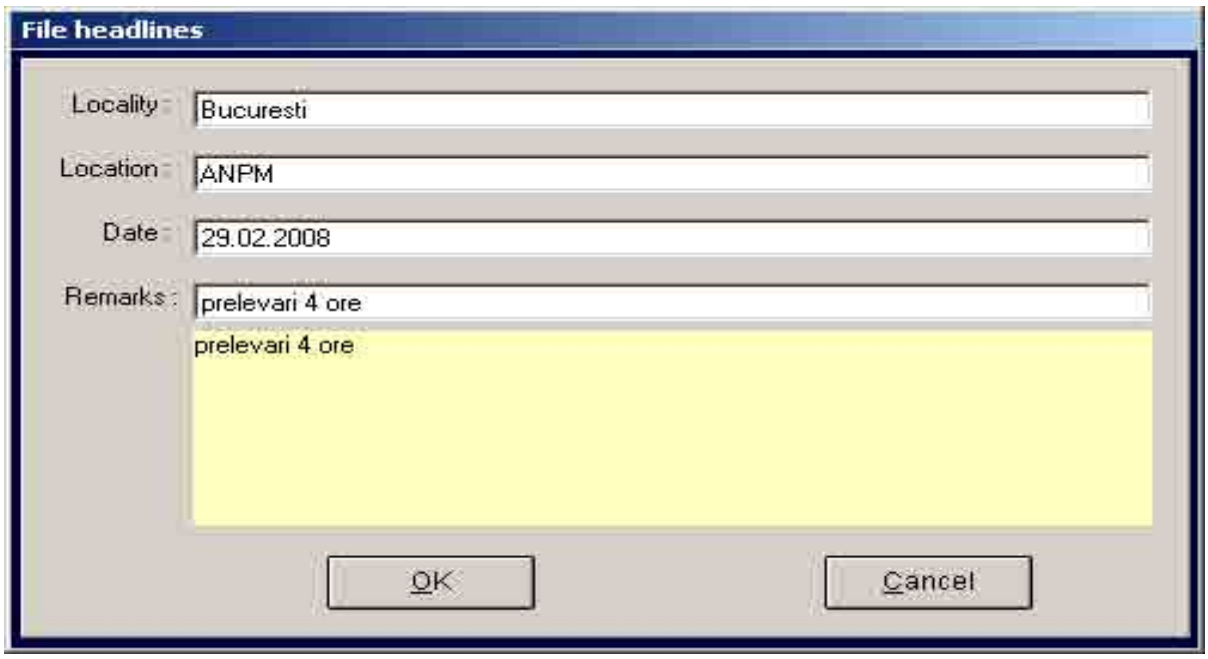
1. Pompa TCR Tecora Delta se conectează la curent.
2. Se conectează PC-ul la curent.
3. Se conecteaza cablul de transfer RS 232 la pompa şi la PC în USB-urile din spate.
4. Se deschide pompa şi calculatorul.
5. Se acceseaza icon-ul pompei TCR de pe desktop – click stinga



6. In fereastra deschisa se bifeaza " I agree the terms of the licence "



7. Click "Continue"
8. Click Setup RS 232
9. Click Memory Download/Delta/ Se completeaza fereastra File headlines/OK



All data retrieved! /ok

10. Click Export data to Excel

11. C:/ in fereastra albastra /Type the file name (Data TCR)/OK

12. Verificare transfer/Copy de pe C intr-un fisier
13. Abort
14. Exit
15. Deconectat RSR 232
16. Deconectat pompa si calculatorul de la current.

Procedura de prepare a soluțiilor etalon pentru injectare în fază lichidă

1. SCOP
Prezenta procedură descrie activitatea desfăşurată în laborator pentru realizarea soluțiilor soluțiilor etalon pentru injectare în fază lichidă , în tuburile adsorbante pentru termodesorbție. Scopul acesteia este realizarea curbei de calibrare a gazcromatografului.

2. DOMENIU APLICARE
Prezenta procedură se aplică de către personalul laboratorului cu responsabilitate în activitatea de preparare soluții, sub îndrumarea responsabilului de încercare.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ
3.1. Manualul calității , cod
3.2. SR EN 14662-1 Calitatea aerului înconjurător Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de benzen Parte1: Prelevare prin pompare urmată de desorbție termică şi cromatografie în faza gazoasă

4. DEFINIȚII ŞI PRESCURTĂRI
4.1 Definiții
Soluție etalon : Soluție cu conținut cunoscut de benzen în metanol , exprimat în µg/ml
4.2 Prescurtări : Nu este cazul

5. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII

5.1 Materiale şi reactivi
5.1.1. Materiale
a. baloane cotate de 10 ml -6 bucați
b. pipete gradate 1 ml - 6 bucăți
c. pipete gradate 5 ml - 2 bucăți
d. pahar Berzelius 50 ml – 2 bucăți
e. seringă 10 µl
f. para de cauciuc

5.1.2 Reactivi
a. Benzen 3-5 ml
b. Metanol 70 ml

5.2. Modul de lucru
5.2.1. Pregătirea sticlăriei
Sticlăria de la punctul 5.1.1 se spală cu metanol .
În fiecare balon cotat se introduce cca. 5 ml de metanol şi se astupă cu dopul.
Se notează fiecare balon cotat cu concentrația soluției care o va conține, respectiv :
1000 µg/ml, 100 µg/ml, 50 µg/ml, 10 µg/ml, 5 µg/ml, 1 µg/ml
5.2.2. Cântarirea
Pentru cîntărire se utilizează balanța analitică Kern urmărind instrucțiunile de lucru de la balanță.
5.2.2.1. Cîntarirea seringii de 10 µl .
Se deschide balanța Kern. Dupa efectuarea testelor automate ale balanței, se aşeaza seringa uscată pe platanul balanței si se noteaza greutatea acesteia în caietul de cîntariri.
5.2.2.2. Cintarirea unei cantități aproximative de 10 mg de benzen.

Se spală seringa cu benzen şi se aspiră în ea un volum de solvent care apoi se cintareste la aceeasi balanță. si se noteaza greutatea acesteia în caietul de cîntariri.

5.2.3. Prepararea soluției cu un conținut de aproximativ 1000 µg/ml

În balonul inscripționat cu conc 1000 µg/ml se introduce chiar în metanol volumul de solvent cintărit conform punctului 5.2.2.2. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

5.2.4. Prepararea soluției cu un conținut de aproximativ 100 µg/ml

În balonul înscripționat cu conc. 100 µg/ml se introduce cu ajutorul unei pipete 1ml din sol. de la pct. 5.2.3. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

5.2.5. Prepararea soluției cu un conținut de aproximativ 50 µg/ml

În balonul înscripționat cu conc. 50 µg/ml se introduc cu ajutorul unei pipete 5 ml din sol. de la pct.5.2.4. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

5.2.5. Prepararea soluției cu un conținut de aproximativ 10 µg/ml

În balonul înscripționat cu conc. 10 µg/ml se introduce cu ajutorul unei pipete 1 ml din sol. de la pct.5.2.4. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

5.2.5. Prepararea soluției cu un conținut de aproximativ 5 µg/ml

În balonul înscripționat cu conc. 5 µg/ml se introduc cu ajutorul unei pipete 5 ml din sol. de la pct.5.2.5. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

5.2.6. Prepararea soluției cu un conținut de aproximativ 1 µg/ml

În balonul înscripționat cu conc. 1 µg/ml se introduce cu ajutorul unei pipete 1 ml din sol. de la pct.5.2.5. Se aduce la semn cu metanol şi se agită pentru omogenizare.

5.3 Stabilitatea soluțiilor etalon

Soluțiile etalon se vor prepara in incinte ventilate , in absenta altor solventi , la frigider.
Soluțiile etalon se prepară săptămânal sau chiar mai des dacă se evidențează deteriorări.

6 RESPONSABILITĂȚI

6.1. Persoana desemnată cu prepararea soluțiilor etalon :

- preia sticlăria si reactivii necesari pentru solutiile etalon
- cintăreste şi notează cintaririle in caietul de la balanta
- prepara solutiile etalon conform modului de lucru de la pct. 5.2
- spala sticlăria si o lasa curată in vederea unei preparari ulterioare

6.2. Responsabil de încercare

- verifică calitatea reactivilor utilizati pentru prepare
- informeaza persoana de la pct.6.1 asupra calității solutiilor etalon si solicita refacerea lor
- noteaza in caiet periodicitatea prepararii solutiilor.

7. INREGISTRARI

Nr. crt.	Denumirea documentului	Suport	Persoana care completeaza	Loc de pastrare	
1	Caiet cintariri	Cod	Laborant	Sala balante	

Procedura de încărcare tuburi cu soluții etalon

1. SCOP
Prezenta procedură descrie activitatea desfăşurată în laborator pentru realizarea încărcării tuburilor cu soluții etalon Scopul acesteia este realizarea curbei de calibrare a gazcromatografului.

2. DOMENIU APLICARE
Prezenta procedură se aplică de către personalul laboratorului cu responsabilitate în activitatea de încărcare a tuburilor adsorbante cu soluții etalon , sub îndrumarea responsabilului de încercare.

3. DOCUMENTE DE REFERINȚĂ
Manualul calității , cod
SR EN 14662-1 Calitatea aerului înconjurător Metodă standardizată pentru măsurarea concentrației de benzen Parte1: Prelevare prin pompare urmată de desorbție termică şi cromatografie în faza gazoasă
ATIS ^{TM} Operation Manual- Adsorbant Tube Injector System

4. DEFINIȚII ŞI PRESCURTĂRI

5. DESCRIEREA ACTIVITĂȚII
Tuburile adsorbante se prepară prin injectarea de cote părți de soluții etalon în tuburi adsorbante curate (noi sau condiționate conform Procedurii pentru condiționarea tuburilor).
Aparatul ATIS ^{TM} se aduce în parametrii de lucru urmărind Instrucțiunile de punere în funcțiune .
După atingerea temperaturii de lucru (T=70-74 0C) tubul se montează în dispozitivul de prindere cu capatul gravat în interiorul acestuia. Se purjează cu azot pentru verificarea debitului la 50 ml/min.
Se injectează cu ajutorul unei seringi volumetrice o cotă parte de 5 µl dintr-o soluție etalon preparată conform Procedurii din Anexa 1.
Acul seringii se introduce în garniture verde de la parte superioară a aparatului . Se introduce acul până la atingerea peretelui sticlei interioare.
Se porneşte cronometrul şi dă drumul la gazul purtător. Se menține seringa în locul injectării cam 10 secunde pentru eliminarea completă a soluției din seringă. Se continuă purjarea până la 5 minute.
Se închide gazul purtător şi se scoate tubul din dispozitivul de prindere în aparat.
După aceea se sigilează tuburile şi se păstrează pentru efectuarea curbei etalon.
Se prepară etaloane proaspete la fiecare lot de probe .
La cca 25 de injecții trebuie schimbată garniture verde .

6 RESPONSABILITĂȚI

6.1. Persoana desemnată cu încărcarea tuburilor cu soluții etalon:
- preia tuburile curate şi soluțiile etalon de la persoanele responsabile cu realizarea acestor activități
-aduce aparatul în parametrii de lucru ți efectuează injectarea acestora cu soluții în fază lichidă
-sigilează şi stochează tuburile în condiții de siguranță
- completeză caietul cu evidența preparării tuburilor

6.2. Responsabil de încercare
- verifică calitatea reactivilor utilizati pentru prepare
- informeaza persoana de la pct.6.1 asupra calității tuburilor etalon si solicita refacerea lor

7. INREGISTRARI

Nr. crt.	Denumirea documentului	Suport	Persoana care completeaza	Loc de pastrare	
1	Caiet de evidența preparare tuburi	Cod	Laborant	Sala GC	

Instructiuni de lucru pentru aparatul ATIS ™

Destinația aparatului

Aparatul ATIS ™ este un dispozitiv de preparare a probelor care permite transferul rapid şi eficient al standardelor de calibrare sau al probelor în tubul dasorbant. Această operație se realizează prin injecție directă cu o seringă volumetrică în tubul adsorbant a unei cote de solutie în curent contiuu de gaz, la temperatură superioară solventului.

Modul de lucru

1. Se conectează aparatul la sursa de curent introducând cablul de alimentare în mufa din spatele aparatului.
2. Se conectează aparatul la gazul purtător.(azot 5N) utilizând un redactor adecvat
3. Se deschide aparatul din comutatorul ON/OFF de pe panoul frontal – Pozitia ON
4. Se setează temperatura de lucru din butoanele Low şi High
   Butonul LOW – interval de temperatură : T ambianta -100 ^{0} C
   Butonul High – interval de temperatură 75 - 150 ^{0} C
5. Se setează temperatura o valoare mai ridicată cu 10 ^{0}C decât cea a solventului
   În cazul soluțiilor în metanol temperatura de lucru este 74 ^{0}C
6. Se aşteaptă cca 5 minute pînă la atingerea temperaturii de lucru care se citeşte pe termometru introdus în partea superioară a scutului fierbinte
7. Se montează tubul adsorbant în dispozitivul de prindere cu capătul gravat în interiorul dispozitivului. Se vor utiliza mănuşi .
8. Se deschide butelia de gaz.
9. Se deschide valva de presiune
10. Se verifică debitul gazului purtător cu ajutorul unui debitmetru etalonat
11. Debitul gazului purtător se ajustează la valoarea dorită (50-100ml/min) din valva de presiune
12. Se injectează un volum cunoscut de soluție (1-5 µl) în septumul verde de la partea suprioară a scutului fierbinte. Se utilizează o seringa volumetrică Hemilton de 10 µl
13. Se înteapă septumul cu atenție şi după efectuarea injecției se lasă cîiteva secunde pînă se scoate acul seringii din septum
14. Se cronometrează operatia începând cu momentul injectării.
15. După 5 minute (sau alt timp determinat experimental) se închide valva sub presiune
16. Se scoate tubul injectat cu soluțe etalon şi se capsulează cu capacele
17. Se repetă operatiile 7-16 până la incarcarea tuturor tuburilor necesare efectuarii unei curbe de etalonare ,folosind solutii de concentratii cunoscute.
18. Se închide aparatul din comutatorul ON/OFF - Pozitia OFF
19. Se închide butelia de gaz.

Annex 1

Nr serial	Masa totala sorbent mg	Cintarirea tubului			Conditionarea tubului			Echipament utilizat la conditionare		Observatii/Scop utilizare
		Data	Masa IC g	Masa DC g	Data	Nr. conditionari		Ultra Td	SPTDCS	

Annex 2

Nr.crt	Data injectării	Numar serial tub	Soluția etalon injectată				Volumul injectat µl	Temperatura 0C	Debitul gaz purtător ml/min	Observații
			Analit	Solvent	Data preparării soluței	Conc. ppm				

ANNEX 6

Monitoring Data
モニタリングデータ

List of Annex 6

6.1. SO2 Calibration Test in Monitoring Equipment Field

SO2 感度確認テスト (モニタリング機材分野)

6.2. NO Calibration Test in Monitoring Equipment Field

NO 感度確認テスト (モニタリング機材分野)

6.3. Result of PM10 Measurement

大気中の PM10 測定結果

6.4. Result of Lead Measurement

大気中の鉛測定結果

6.5. Result of Ammonia Measurement

大気中のアンモニア測定結果

6.6. Result of Benzene Measurement

大気中のベンゼン測定結果

6.7. Result of SO_2 and NO_2 Measurements

大気中の SO_2 及び NO_2 測定結果

6.8. Example of Air Quality Monitoring Data of Romania

ルーマニアの大気モニタリングデータの例

6.9. Form from Romania to the EU

ルーマニアから EU への報告書式

6.10. Part of White Book of Romania(Result of Air Quality Monitoring)

2006 年ルーマニア環境報告書の一部(大気モニタリング結果)

6.1. SO2 Calibration Test in Monitoring Equipment Field
SO2 感度確認テスト （モニタリング機材分野）

使用機器　　1) 校正希釈システム（EDA-2000ほか）　2) 大気自動NOx測定機（ML9850B）

Nr Crt	Date	Nr Crt	Place	Standard gas conc.	Span gas flow rate	Zero gas flow rate	Introducing period	Theoritical conc.	Measured conc.
Nr	実施期	Nr.	実施場所	ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ濃度	ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ流量	ゼロガス流量	ｶﾞｽ導入時間	計算濃度	実測濃度
V.M		P		(ppm)	(ml/min)	(ml/min)	(min)	(ppb)	(ppb)
1	Mar-8	1	ANPM	40.2	0	6000	20	0.0	**5.2**
2	Mar-8	2	ANPM	40.2	15	6000	20	100.2	**75.2**
3	Mar-8	3	ANPM	40.2	30	6000	20	200.0	**179.0**
4	Mar-8	4	ANPM	40.2	45.1	6000	20	299.9	**287.6**
5	Mar-8	5	ANPM	40.2	60.3	6000	20	400.0	**394.8**
6	Mar-8	1	ANPM	40.2	60.3	6000	20	400.0	**394.8**
7	Mar-8	7	ANPM	40.2	0.0	8000	20	0.0	**0.0**
8	Mar-8	8	ANPM	40.2	20.0	8000	20	100.2	**85.0**
9	Mar-8	9	ANPM	40.2	40.0	8000	20	200.0	**187.0**
10	Mar-8	10	ANPM	40.2	62.2	8000	20	310.1	**301.0**
11	Mar-8	11	ANPM	40.2	80.4	8000	20	400.0	**395.0**
12	Mar-8	12	ANPM	40.2	60.3	6000	20	400.0	**394.8**

6.2 NO Calibration Test in Monitoring Equipment Field
NO 感度確認テスト （モニタリング機材分野）

使用機器　　1) 校正希釈システム（EDA-2000ほか）　2) 大気自動NOx測定機（ML9841B）

Nr Crt Nr V.M	Date 実施期	Nr Crt Nr. P	Place 実施場所	Standard gas conc. ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ濃度 (ppm)	Span gas flow rate ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ流量 (ml/min)	Zero gas flow rate ゼロガス流量 (ml/min)	Introducing period ｶﾞｽ導入時間 (min)	Theoritical conc. 計算濃度 (ppb)	Measured conc. 実測濃度 (ppb)
1	Mar-08	1	ANPM	75.9	0	6000	20	0.0	**1.0**
2	Mar-08	2	ANPM	75.9	9.9	6000	20	125.0	**102.0**
3	Mar-08	3	ANPM	75.9	19.8	6000	20	250.0	**230.0**
4	Mar-08	4	ANPM	75.9	29.8	6000	20	375.0	**374.0**
5	Mar-08	5	ANPM	75.9	39.8	6000	20	500.0	**516.0**
6	Mar-08	1	ANPM	75.9	0	6000	20	0.0	**0.0**
7	Mar-08	2	ANPM	75.9	9.9	6000	20	125.0	**81.0**
8	Mar-08	3	ANPM	75.9	19.8	6000	20	250.0	**228.0**
9	Mar-08	4	ANPM	75.9	29.8	6000	20	375.0	**375.0**
10	Mar-08	5	ANPM	75.9	39.8	6000	20	500.0	**515.0**
11	Mar-08	1	ANPM	75.9	0.0	6000	20	0.0	**1.0**
12	Mar-08	2	ANPM	75.9	13.9	6000	20	175.0	**145.0**
13	Mar-08	3	ANPM	75.9	27.8	6000	20	350.0	**332.0**
14	Mar-08	4	ANPM	75.9	41.8	6000	20	525.0	**517.0**
15	Mar-08	5	ANPM	75.9	55.9	6000	20	700.0	**701.0**
16	Mar-08	1	ANPM	75.9	0.0	6000	20	0.0	**1.0**
17	Mar-08	2	ANPM	75.9	13.9	6000	20	175.0	**144.0**
18	Mar-08	3	ANPM	75.9	27.8	6000	20	350.0	**333.0**
19	Mar-08	4	ANPM	75.9	41.8	6000	20	525.0	**521.0**
20	Mar-08	5	ANPM	75.9	55.9	6000	20	700.0	**709.0**
21	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	＞20	0.0	**0.0**
22	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	＞20	192.0	**165.0**
23	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	＞20	577.0	**577.0**
24	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	＞20	914.0	**914.0**
25	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	＞20	0.0	**0.0**
26	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	＞20	192.0	**167.0**
27	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	＞20	577.0	**577.0**
28	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	＞20	914.0	**912.0**
29	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	＞20	0.0	**1.0**
30	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	＞20	192.0	**162.0**
31	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	＞20	577.0	**577.0**
32	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	＞20	914.0	**942.0**
33	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	＞20	0.0	**2.0**
34	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	＞20	192.0	**166.0**
35	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	＞20	577.0	**579.0**
36	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	＞20	914.0	**940.0**
37	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	＞20	0.0	**0.0**
38	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	＞20	192.0	**156.0**
39	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	＞20	577.0	**577.0**
40	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	＞20	914.0	**914.0**
41	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	＞20	0.0	**0.0**
42	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	＞20	192.0	**156.0**
43	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	＞20	577.0	**577.0**

44	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**914.0**
45	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**1.0**
46	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	192.0	**162.0**
47	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	577.0	**577.0**
48	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**942.0**
49	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**2.0**
50	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	192.0	**163.0**
51	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	577.0	**579.0**
52	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**940.0**
53	Apr-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**0.0**
54	Apr-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	100.0	**63.0**
55	Apr-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	300.0	**288.0**
56	Apr-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	475.0	**494.0**
57	May-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**0.0**
58	May-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	192.0	**152.0**
59	May-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	577.0	**567.0**
60	May-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**947.0**
61	May-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**0.0**
62	May-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	192.0	**157.0**
63	May-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	577.0	**586.0**
64	May-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**977.0**
65	May-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**0.0**
66	May-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	192.0	**157.0**
67	May-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	577.0	**586.0**
68	May-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**980.0**
69	May-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**0.0**
70	May-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	192.0	**151.0**
71	May-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	577.0	**571.0**
72	May-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**956.0**
73	May-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**0.0**
74	May-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	192.0	**157.0**
75	May-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	577.0	**592.0**
76	May-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**989.0**
77	May-08	1	ANPM	75.9	-	-	>20	0.0	**0.0**
78	May-08	2	ANPM	75.9	-	-	>20	192.0	**153.0**
79	May-08	3	ANPM	75.9	-	-	>20	577.0	**574.0**
80	May-08	4	ANPM	75.9	-	-	>20	914.0	**959.0**

6.3. Pulberi sedimentarii（PM10）2007
PM10 測定結果(2007)

SR EN 12341:1998

Nr Crt Nr V.M	Luna şi ziua recolt 採取日	Nr Crt Nr. P	Locul recoltării 採取場所	Volum colectat 吸引量 (m^3)	Filtru gol(A1) 採取前 (g)	Filtru expus(A2) 採取後 (g)	Reziduu A2-A1 重量 (g)	Calcul 計算 (μ g/m^3 pe zi)	Raport 分析結果 (µg/m^3 pe zi)
1	17-Aug-07	1	DLRN	54.96	0.14783	0.15505	0.00722	131.367	**131.4**
2	18-Aug-07	2	DLRN	54.96	0.14872	0.15166	0.00294	53.493	**53.5**
3	19-Aug-07	3	DLRN	54.96	0.15209	0.15474	0.00265	48.216	**48.2**
4	20-Aug-07	4	DLRN	54.96	0.15235	0.15635	0.00400	72.780	**72.8**
5	21-Aug-07	5	DLRN	54.96	0.14687	0.15125	0.00438	79.694	**79.7**
6	22-Aug-07	6	DLRN	54.96	0.15358	0.15811	0.00453	82.423	**82.4**
7	23-Aug-07	7	DLRN	54.96	0.15025	0.15523	0.00498	90.611	**90.6**
8	24-Aug-07	8	DLRN	54.96	0.15293	0.16034	0.00741	134.824	**134.8**
9	25-Aug-07	9	DLRN	54.96	0.14817	0.15356	0.00539	98.070	**98.1**
10	26-Aug-07	10	DLRN	54.96	0.14404	0.14675	0.00271	49.308	**49.3**
11	27-Aug-07	11	DLRN	54.96	0.15104	0.15390	0.00286	52.037	**52.0**
12	28-Aug-07	12	DLRN	54.96	0.15089	0.15477	0.00388	70.596	**70.6**
13	29-Aug-07	13	DLRN	54.96	0.15521	0.15933	0.00412	74.963	**75.0**
14	30-Aug-07	14	DLRN	54.96	0.15018	0.15569	0.00551	100.254	**100.3**
15	17-Sep-07	1	DLRN	54.96	0.15250	0.16241	0.00991	180.311	**180.3**
16	18-Sep-07	2	DLRN	54.96	0.15160	0.16148	0.00988	179.765	**179.8**
17	19-Sep-07	3	DLRN	54.96	0.15195	0.15690	0.00495	90.065	**90.1**
18	20-Sep-07	4	DLRN	54.96	0.15226	0.15421	0.00195	35.480	**35.5**
19	21-Sep-07	5	DLRN	54.96	0.14940	0.15245	0.00305	55.494	**55.5**
20	22-Sep-07	6	DLRN	54.96	0.14504	0.14763	0.00259	47.125	**47.1**
21	23-Sep-07	7	DLRN	54.96	0.15117	0.15586	0.00469	85.334	**85.3**
22	24-Sep-07	8	DLRN	54.96	0.15252	0.15588	0.00336	61.135	**61.1**
23	25-Sep-07	9	DLRN	54.96	0.14777	0.15205	0.00428	77.874	**77.9**
24	26-Sep-07	10	DLRN	54.96	0.15321	0.15528	0.00207	37.663	**37.7**
25	27-Sep-07	11	DLRN	54.96	0.15178	0.15274	0.00096	17.467	**17.5**
26	28-Sep-07	12	DLRN	54.96	0.14862	0.15080	0.00218	39.665	**39.7**
27	29-Sep-07	13	DLRN	54.96	0.15101	0.15143	0.00042	7.642	**7.6**
28	30-Sep-07	14	DLRN	54.96	0.15251	0.16116	0.00865	157.386	**157.4**
29	1-Oct-07	15	DLRN	54.96	0.15442	0.15986	0.00544	98.980	**99.0**
30	2-Oct-07	16	DLRN	54.96	0.15277	0.15485	0.00208	37.845	**37.8**
31	12-Nov-07	1	DLNR	54.96	0.1478	0.15505	0.00722	131.367	**131.4**
32	13-Nov-07	2	DLNR	54.96	0.1487	0.15166	0.00296	53.857	**53.9**
33	14-Nov-07	3	DLNR	54.96	0.1520	0.15474	0.00274	49.854	**49.9**
34	15-Nov-07	4	DLNR	54.96	0.1524	0.15635	0.00400	72.780	**72.8**
35	16-Nov-07	5	DLNR	54.96	0.1469	0.15125	0.00438	79.694	**79.7**
36	17-Nov-07	6	DLNR	54.96	0.1536	0.15811	0.00453	82.423	**82.4**
37	18-Nov-07	7	DLNR	54.96	0.1503	0.15523	0.00498	90.611	**90.6**
38	19-Nov-07	8	DLNR	54.96	0.1539	0.16034	0.00641	116.629	**116.6**
39	20-Nov-07	9	DLNR	54.96	0.1482	0.15356	0.00539	98.070	**98.1**
40	21-Nov-07	10	DLNR	54.96	0.1440	0.14675	0.00271	49.308	**49.3**
41	22-Nov-07	11	DLNR	54.96	0.1510	0.15390	0.00286	52.037	**52.0**
42	23-Nov-07	12	DLNR	54.96	0.1510	0.15477	0.00373	67.867	**67.9**
43	24-Nov-07	13	DLNR	54.96	0.1552	0.15930	0.00410	74.599	**74.6**
44	25-Nov-07	14	DLNR	54.96	0.1502	0.15569	0.00551	100.254	**100.3**

Pulberi sedimentarii（PM10）2008
PM10 測定結果(2008)

SR EN 12341:1998

Nr Crt Nr V.M	Luna şi ziua recolt 採取日	Nr Crt Nr. P	Locul recoltării 採取場所	Volum colectat 吸引量 (m^3)	Filtru gol(A1) 採取前 (g)	Filtru expus(A2) 採取後 (g)	Reziduu A2-A1 重量 (g)	Calcul 計算 (μ g/m^3 pe zi)	Raport 分析結果 (µg/m^3 pe zi)
1	12-Mar-08	1	DLNR	54.96	0.1505	0.1534	0.0029	52.766	**52.8**
2	13-Mar-08	2	DLNR	54.96	0.1538	0.1559	0.0022	39.301	**39.3**
3	14-Mar-08	3	DLNR	54.96	0.14983	0.15183	0.0020	36.390	**36.4**
4	15-Mar-08	4	DLNR	54.96	0.15047	0.15297	0.0025	45.488	**45.5**
5	16-Mar-08	5	DLNR	54.96	0.15143	0.15586	0.0044	80.604	**80.6**
6	17-Mar-08	6	DLNR	54.96	0.15415	0.15596	0.0018	32.933	**32.9**
7	18-Mar-08	7	DLNR	54.96	0.15209	0.15396	0.0019	34.025	**34.0**
8	19-Mar-08	8	DLNR	54.96	0.15137	0.15478	0.0034	62.045	**62.0**
9	20-Mar-08	9	DLNR	54.96	0.15218	0.15584	0.0037	66.594	**66.6**
10	21-Mar-08	10	DLNR	54.96	0.1497	0.15285	0.0032	57.314	**57.3**
11	22-Mar-08	11	DLNR	54.96	0.15586	0.1603	0.0044	80.786	**80.8**
12	23-Mar-08	12	DLNR	54.96	0.15361	0.15758	0.00397	72.234	**72.2**
13	24-Mar-08	13	DLNR	54.96	0.15325	0.15946	0.00621	112.991	**113.0**
14	25-Mar-08	14	DLNR	54.96	0.1565	0.15846	0.00196	35.662	**35.7**
15	26-Mar-08	15	DLNR	54.96	0.1516	0.1516	Firtor Peteren		
16	27-Mar-08	16	DLNR	54.96	0.15337	0.15337	Firtor Peteren		
17	03-Apr-08	1	DLNR	54.96	0.14882	0.15126	0.00244	44.396	**44.4**
18	04-Apr-08	2	DLNR	54.96	0.15395	0.15983	0.00588	106.987	**107.0**
19	05-Apr-08	3	DLNR	54.96	0.1508	0.15541	0.00461	83.879	**83.9**
20	06-Apr-08	4	DLNR	54.96	0.15454	0.15757	0.00303	55.131	**55.1**
21	07-Apr-08	5	DLNR	54.96	0.15188	0.15312	0.00124	22.562	**22.6**
22	08-Apr-08	6	DLNR	54.96	0.14728	0.15025	0.00297	54.039	**54.0**
23	09-Apr-08	7	DLNR	54.96	0.14629	0.14807	0.00178	32.387	**32.4**
24	10-Apr-08	8	DLNR	54.96	0.15292	0.15448	0.00156	28.384	**28.4**
25	11-Apr-08	9	DLNR	54.96	0.15058	0.152	0.00142	25.837	**25.8**
26	12-Apr-08	10	DLNR	54.96	0.14798	0.15021	0.00223	40.575	**40.6**
27	13-Apr-08	11	DLNR	54.96	0.15015	0.15598	0.00223	40.575	**40.6**
28	14-Apr-08	12	DLNR	54.96	0.14541	0.14759	0.00583	106.077	**106.1**
29	15-Apr-08	13	DLNR	54.96	0.15103	0.15543	0.00218	39.665	**39.7**
30	16-Apr-08	14	DLNR	54.96	0.14697	0.14697	0.0044	80.058	**80.1**
31	17-Apr-07	15	DLNR	54.96	0.15038	0.15038	Firtor Peteren		
32	18-Apr-08	16	DLNR	54.96	0.14595	0.14595	Firtor Peteren		
33	06-May-08	1	DLNR	54.96	0.14576	0.15036	0.0046	83.697	**83.7**
34	07-May-08	2	DLNR	54.96	0.14866	0.15413	0.00547	99.527	**99.5**
35	08-May-08	3	DLNR	54.96	0.14746	0.15199	0.00453	82.424	**82.4**
36	09-May-08	4	DLNR	54.96	0.14743	0.15158	0.00415	75.509	**75.5**
37	10-May-08	5	DLNR	54.96	0.1473	0.15056	0.00326	59.316	**59.3**
38	11-May-08	6	DLNR	54.96	0.14896	0.15208	0.00312	56.769	**56.8**
39	12-May-08	7	DLNR	54.96	0.14926	0.15216	0.0029	52.766	**52.8**
40	13-May-08	8	DLNR	54.96	0.147	0.14992	0.00292	53.130	**53.1**
41	14-May-08	9	DLNR	54.96	0.14868	0.15331	0.00463	84.243	**84.2**
42	15-May-08	10	DLNR	54.96	0.14901	0.15166	0.00265	48.217	**48.2**
43	16-May-08	11	DLNR	54.96	0.14752	0.15166	0.00414	75.328	**75.3**
44	17-May-08	12	DLNR	54.96	0.1465	0.14947	0.00297	54.039	**54.0**

Pulberi sedimentarii（PM10）2008
PM10 測定結果(2008)

SR EN 12341:1998

Nr Crt	Luna şi ziua recolt	Nr Crt	Locul recoltării	Volum colectat	Filtru gol(A1)	Filtru expus(A2)	Reziduu A2-A1	Calcul	Raport
45	18-May-08	13	DLNR	54.96	0.15046	0.1548	0.00434	78.967	**79.0**
46	03-Jun-08	1	DLNR	54.96	0.14943	0.15176	0.00233	42.394	**42.4**
47	04-Jun-08	2	DLNR	54.96	0.15062	0.15346	0.00284	51.674	**51.7**
48	05-Jun-08	3	DLNR	54.96	0.15159	0.1536	0.00201	36.572	**36.6**
49	06-Jun-08	4	DLNR	54.96	0.14916	0.15159	0.00243	44.214	**44.2**
50	07-Jun-08	5	DLNR	54.96	0.14903	0.15154	0.00251	45.670	**45.7**
51	08-Jun-08	6	DLNR	54.96	0.14552	0.14807	0.00255	46.397	**46.4**
52	09-Jun-08	7	DLNR	54.96	0.14926	0.15149	0.00223	40.575	**40.6**
53	10-Jun-08	8	DLNR	54.96	0.14854	0.15002	0.00148	26.929	**26.9**
54	11-Jun-08	9	DLNR	54.96	0.14838	0.14982	0.00144	26.201	**26.2**
55	12-Jun-08	10	DLNR	54.96	0.14958	0.15168	0.0021	38.210	**38.2**
56	13-Jun-08	11	DLNR	54.96	0.15081	0.15304	0.00223	40.575	**40.6**
57	14-Jun-08	12	DLNR	54.96	0.14791	0.1511	0.00319	58.042	**58.0**
58	15-Jun-08	13	DLNR	54.96	0.14735	0.15155	0.0042	76.419	**76.4**
59	16-Jun-08	14	DLNR	54.96	0.1457	0.14834	0.00264	48.035	**48.0**
60	17-Jun-08	15	DLNR	54.96	0.14723	0.15349	0.00626	113.901	**113.9**

6.4 Pb measurements with AAS- Thermo Solar during 27.02.2008 – 31.03.2008
原子吸光光度計を用いた大気中の鉛測定結果（2008.02.27 – 2008.03.31）

No.	Date （分析日）	Annalist （分析者）	Type of analyze （分析項目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析結果）
1	28/02/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration from an unknown stock – intercomparison between laboratories	Determinare001	- sample 1 from stock solution, 1:50 dilution Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	Average of 3 successive measurements 5,2111 microgr/L
2	28/02/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration from an unknown stock – intercomparison between laboratories	Determinare002	-sample 2 from stock solution, 1:50 dilution Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	Average of 3 successive measurements 4,8249 microgr/L
3	28/02/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration from an unknown stock – intercomparison between laboratories	Determinare003	-sample 3 from stock solution, 1:50 dilution Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	Average of 3 successive measurements 5,0805 microgr/L (U=7,8%)
4	28/02/2008	Capitanescu C.	Repeatability test-interlaboratories comparison	Intercalibrare_tip_A	The same sample, 1:50 dilution, 10 measurements Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	Rsd = 3,8%

No.	Date （分析日）	Annalist （分析者）	Type of analyze （分析項目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析結果）
5	03/03/2008	Capitanescu C.	Measurement of Cd concentration from an unknown stock – intercomparison between laboratories	Cadmiu0303001	Sample from stock solution, 1:50 dilution Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 1,9872 microgr/L
6	03/03/2008	Capitanescu C.	Measurement of Cd concentration from an unknown stock – intercomparison between laboratories	Cadmiu0303002	Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	Average of 3 successive measurements 2,0307 microgr/L
7	03/03/2008	Capitanescu C.	Measurement of Cd concentration from an unknown stock – intercomparison between laboratories	Cadmiu0303003	Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 1,9220 microgr/L (U=5,5%)
8	14/03/2008	Capitanescu C.	Pb measurement in an aqueous solution	SolicitareANPM (NEPA demand)	Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	4,2298 microgr/L
9	14/03/2008	Capitanescu C.	Cd measurement in an aqueous solution	Cadmiu apa (NEPA demand)	Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	0,133 microgr/L
10	20/03/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 12.11.2007	Balon7+filter_nov	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 100 mL Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	445,1 microgr/L (804 ng/mc aer)

No.	Date （分析日）	Annalist （分析者）	Type of analyze （分析项目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析结果）
11	20/03/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 13.11.2007	Balon7+filter_nov	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 100 mL Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	16,44 microgr/L (28,33 ng/mc aer)
12	20/03/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 14.11.2007	Balon7+filter_nov	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 100 mL Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	88,98 microgr/L (159,7 ng/mc aer)
13	20/03/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 15.11.2007	Balon7+filter_nov	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 100 mL Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	347,9 microgr/L (628,9 ng/mc aer)
14	20/03/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 16.11.2007	Balon7+filter_nov	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 100 mL Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	103 microgr/L (185,2 ng/mc aer)

No.	Date （分析日）	Annalist （分析者）	Type of analyze （分析项目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析結果）
15	20/03/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 17.11.2007	Balon7+filter_nov	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 100 mL Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	69,77 microgr/L (124,9 ng/mc aer)
16	21/03/2008	Capitanescu C.	Unexposed filter measurement for Pb recovery rate calculation	Filter_si_adaus	Digestion of an unexposed filter, bring to 100 mL Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	0,8211 microgr/L
17	21/03/2008	Capitanescu C.	Pb recovery rate with standard solution addition	Filter_si_adaus	Digestion of an unexposed filter, fortified with 0,5 mL standard solution 1000 microgr/L and bring to 50 mL Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	12,1086 microgr/L (Rr=104,7%)
18	24/03/2008	Capitanescu C.	Recovery rate Pb from MRC 038 cnf SR EN 14902	MRC 1%	Digestion of 590 mg MRC038 with 9 mL HNO3 and 3 mL H2O2, bring to 100 mL, then dilution 1/100 mL and 0,3/ 100 mL Theoretic: 15,458 microgr/L and 4,6374 microgr/L Pb Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	7,008 microgr/L (Rr=45,33%) and 2,1383 microgr/L (Rr=46,11%)

No.	Date （分析日）	Annalist （分析者）	Type of analyze （分析项目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析结果）
19	24/03/2008	Capitanescu C.	Recovery rate Pb from MRC 038 cnf SR EN 14902	Rate_Recov	Digestion 363 mg MRC038 with 9 mL HNO3, 3 mL H2O2 and 3 mL HF, bring to 100 mL and after that, dilution 1/100 mL Theoretic 9,51 microgr/L Pb Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	3,8062 microgr/L (Rr=40,02 %)
20	26/03/2008	Capitanescu C.	Recovery rate Pb from MRC 038 cnf SR EN 14902	MRC2603	Digestion 333 mg MRC038 with 9 mL HNO3, 3 mL H2O2, 5 mL HF and 5 mL HCl, bring to 100 mL and then dilution 0,5/100 mL Theoretic 4,3623 microgr/L Pb Volume: 20 µl sample + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background correction: D2	2,3491microgr/L (Rr=53,85%)

Observations: The AAS staff has performed many checks for calibration curves, standard solurions and stock solutions. They have also tested some different temperature program of the digestor and the recovery rate. The staff find out that standard solutions (20, 1000 microgr/L Pb) have a good stability (the solutions have even after 2 weeks good absorbance values); the standard solutions were keept even at 29°C. The recovery rate for MRC 038 was poor, (less than 54%), but with standard addition they obtained a good recovery rate (105%). In April the staff will continue to study the causes of this fenomenon.

Pb measurements with AAS- Thermo Solar during 01.04.2008 – 30.04.2008
原子吸光光度計を用いた大気中の鉛測定結果（2008.04.01 – 2008.04.30）

No.	Date （分析日）	Analyst （分析者）	Type of analyze （分析項目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析結果）
1	17/04/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Blank02 bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 0,8999 microgr/L
2	17/04/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Filt-Inject-1,5 m bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 2,4150 microgr/L Corrected value: 1,5151 microgr/L
3	17/04/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Filt-Inject-1,5 ml bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 3,0494 microgr/L Corrected value: 2,1495 microgr/L
4	17/4/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Filt-Inject-2 ml bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 3,5912 microgr/L Valoare corectata: 2,6913 microgr/L

No.	Date （分析日）	Analyst （分析者）	Type of analyze （分析项目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析结果）
5	17/04/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Filt-Inject-2 ml bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 3,4897 microgr/L Corrected value: 2,5898 microgr/L
6	17/04/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Filt-Inject-3 ml bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 2,6651 microgr/L Valoare corectata: 1,7652 microgr/L
7	17/04/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Filt-Inject-3 ml bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 3,0294 microgr/L Corrected value: 2,1295 microgr/L
8	17/04/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Filt-Inject-4 m bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 3,4988 microgr/L Corrected value: 2,5989 microgr/L

No.	Date （分析日）	Analyst （分析者）	Type of analyze （分析项目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析结果）
9	17/04/2008	Capitanescu C.	Measurement of Pb concentration in the solution issued after the digestion of 2 blank filters and 4 couple of filters injected with 0,15-0,4 ml solution 1000µg/L and brought to 100 mL for uncertainty determination (on sampling).	Uncertainty 5 filters	- Filt-Inject-4 ml bring to 100 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	Average of 3 successive measurements 3,5332 microgr/L Corrected value: 2,6333microgr/L
10	24/04/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 12.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	39,1572 microgr/L 33,8561 ng/mc aer
11	24/04/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 13.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	27,7098 microgr/L 23,4871 ng/mc aer
12	24/04/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 14.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	28,2476 microgr/L 23,9742 ng/mc aer

No.	Date （分析日）	Analyst （分析者）	Type of analyze （分析項目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析結果）
13	24/04/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 15.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	26,2204 microgr/L 22,1380 ng/mc aer
14	24/04/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 16.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	21,6926 microgr/L 18,0367 ng/mc aer
15	24/04/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 17.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	33,7892 microgr/L 28,9938 ng/mc aer
16	24/04/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 18.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	16,2340 microgr/L 13,0924 ng/mc aer

No.	Date （分析日）	Analyst （分析者）	Type of analyze （分析項目）	Analysis code, according to GLP-AAS report	Analysis conditions （分析条件）	Results （分析結果）
17	24/04/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 19.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	30,1049 microgr/L 25,6566 ng/mc aer
18	24/03/2008	Capitanescu C.	Pb measurement from exposed filter in 20.03.2008	Analiza-filtre-april	Filter digestion: 8mL HNO3 + 2 mL H2O2, then bring to sign at 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modifier Matrix Modifier Pd(NO3)2 : 25µg/ml Background Correction: D2	15,6316 microgr/L 12,5467 ng/mc aer

Observatie: We have performed 3 calibration curves. The couples of filters injected with 0,3 si 0,4 mL standard solution 1000 ug/L have a small recovery rate. The pair of filters injected with 0,15 mL standard solution 1000 ug/L is totally different. Only the pair injected with filtre injectata cu 0,2 mL solution 1000 ug/L has good results both for recovery rate and repeatability. For this reasons we decided to inject a new set of filters and to analyse them.

Pb measurements with AAS- Thermo Solar during 05.05.2008 – 30.05.2008
原子吸光光度計を用いた大気中の鉛測定結果（2008.05.05 – 2008.05.30）

Nr.	Data (分析日)	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
1	15/05/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in filtru expus in data de 06.04.2008	Analiza - filtru	Mineralizare filtru cu 9 ml acid azotic si 3 ml apa oxigenata. Adus la semn in 50 ml. Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator matrice Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 17,6535 microgr/L 14,3781ng/mc aer
2	17/05/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in filtru expus in data de 07.04.2008	Analiza - filtru	Mineralizare filtru cu 9mL ac. Azotic si 3 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 42,5485 microgr/L 36,9279 ng/mc aer
3	17/05/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea filtrului expus in 08.04.2008	Analiza - filtru	Mineralizare filtru cu 9 ml acd azotic si 3 ml apa oxigenata Adus la semn cu apa ultrapura in 50 ml Volum : 20 µl proba + 5µl Modificator azotat de paladiu 25µl/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 6,1869microgr/L 3,9917ng/mc aer
4	17/05/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea filtrului din data de 09.04.2008	Analiza - filtru	Mineralizare filtru cu 9mL ac. Azotic si 3 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 17,2376 microgr/L 14,0014ng/mc aer

Nr.	Data (分析日)	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
5	17/05/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea filtrului din 10.04.2008	Analiza - filtru	Mineralizare filtru cu 9 ml acid azotic si 3 ml apa oxigenata si adus la semn in 50 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 44,2787 microgr/L 38,4951ng/mc aer
6	17/04/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea filtrului din 11.04.2008	Analiza - filtru	Mineralizare cu 9 ml acid azotic si 3 ml de apa oxigenata adus la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 62,9055 microgr/L 55,3672ng/mc aer
7	17/05/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea filtrului expus in data de 12.04.2008	Analiza - filtru	Mineralizare cu 9 ml acid azotic si 3 ml apa oxigenata Adus la semn 50 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 72,1131 microgr/L 63,7074 ng/mc aer
8	17/05/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea filtrului expus in data de 13.04,2008	Analiza - filtru	Mineralizare cu 9 ml acid azotic si 3 ml apa oxigenata Adus la 50 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 50,7901 microgr/L 44,3931

Nr.	Data (分析日)	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
9	17/05/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea filtrului din data de 14.04.2008	Analiza - filtru	Mineralizare cu 9 ml acid azotic si 3 ml apa oxigenata Adus la 50 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 42,6846 microgr/L 37,0512 ng/mc aer
10	1705/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in filtru expus in data de : 15.04.2008	Analiza-filtre-april	Mineralizare filtru cu 9mL ac. Azotic si 3 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	33,3017microgr/L 28,5522ng/mc aer
11	22/05/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in MRC Rata de racuperare	Analiza-MRC-april	Mineralizare filtru cu 9mL ac. Azotic si 3 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	52,9698 microgr/L 20,21748 %
12	22/05/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in MRC Rata de recuperare	Analiza-MRC-april	Mineralizare filtru cu 9mL ac. Azotic si 3 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	41,0010 microgr/L 15,64923 %

Nr.	Data (分析日)	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
13	22/05/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in MRC Rata de recuperare	Analiza-MRC-april	Mineralizare filtru cu 9mL ac. Azotic si 3 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	31,4330 microgr/L 11,999735 %
14	22/05/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in MRC Rata de recuperare	Analiza-MRC-april	Mineralizare filtru cu 9mL ac. Azotic si 3 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	49,4556 microgr/L 18,87617 %

Pb measurements with AAS- Thermo Solar during 02.06.2008 – 30.06.2008
原子吸光光度計を用いた大気中の鉛測定結果（2008.06.02 – 2008.06.30）

Nr.	Data （分析日）	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
1	13.06.2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 100mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 123,1896 microgr/L
2	13/06/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 91mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 134,9632 microgr/L
3	13/06/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 88mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari succesive 266,5356 microgr/L
4	13/06/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 81mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari successive 238,4514 microgr/L

Nr.	Data （分析日）	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
5	13/06/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 68mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari successive 141,2252 microgr/L
6	13/06/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 74mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari successive 154,9946 microgr/L
7	13/06/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 100mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari successive 1199,634 microgr/L Valoare corectata: 2,1295 microgr/L
8	13/06/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 91mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari successive 1346,177 microgr/L

Nr.	Data （分析日）	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
9	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare concentratie Pb in solutia rezultata de la mineralizarea 100 mg MRC adus la 100 mL pentru calcularea RATEI DE RECUPERARE	MRC	Mineralizare in perioada 11-18.06.2008 a 100 mg mrc 038 cu acid azotic 65%,acid fluorhidric40%si apa oxigenata conform indicatiilor expert JICA ,adus la semn la 100 ml Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	Media aritmetica a trei determinari successive 40,4978 microgr/L
10	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in 91 mg MRC Adus la 100 ml	MRC	Mineralizare 11-18.06.2008	Media aritmetica a trei determinari successive 41,8049 microgr/L
11	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in 88 mg MRC +100µ/l	MRC	Mineralizare 11-18.06.2008	Media aritmetica a trei determinari successive 41,8049 microgr/L
12	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb 81 mg MRC +100µl	MRC	Mineralizare 11-18.06.2008	Media aritmetica a trei determinari successive 64,1912 microgr/L
13	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in 68 mg MRC Adus la 100 ml	MRC	Mineralizare 11-18.06.2008	Media aritmetica a trei determinari successive 35,9320 microgr/L

Nr.	Data （分析日）	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
14	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in 74 mg MRC Adus la 100 ml	MRC	Mineralizare 11-18.06.2008	Media aritmetica a trei determinari successive 39,9640 microgr/L
15	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in 0 mg MRC +100µ/l	MRC	Mineralizare 11-18.06.2008	Media aritmetica a trei determinari successive 36,6150 microgr/L
16	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in 0 mg MRC +100µ/l	MRC	Mineralizare 11-18.06.2008	Media aritmetica a trei determinari successive 26,2557 microgr/L
17	17/06/2008	Capitanescu C.	Determinare Pb in MRC nediluat	MRC	Mineralizare 11-18.06.2008	Media aritmetica a trei determinari successive 459,7256 microgr/L
18	26/06/2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :13.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	98,2097 ng/mc aer

Nr.	Data （分析日）	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
19	26.06.2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :14.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	42,6840 ng/mc aer
20	26.06.2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :15.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	33,8999ng/mc aer
21	26.06.2006	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :15.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	57,0299ng/mc aer
22	26.06.2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :15.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	138,8131ng/mc aer
23	26.06.2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :15.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	49,4873ng/mc aer

Nr.	Data （分析日）	Analist (分析者)	Tipul analizei （分析項目）	Codul analizei Conform raport GLP-AAS	Conditiile de analiza （分背条件）	Rezultate （分析結果）
24	26.06.2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :15.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	129,5217ng/mc aer
25	26.06.2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :15.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	0,7114ng/mc aer
26	26.06.2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :15.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	51,9281ng/mc aer
27	26.06.2008	Serban	Determinare Pb in filtru expus in data de :15.05.2008	Analiza-filtre	Mineralizare filtru cu 8mL ac. Azotic si 2 mL apa oxigenata, adus la semn la 50 mL Volume: 20 µl proba + 5 µl modificator Modificator azotat de paladiu : 25µg/ml Corectie background : D2	6,5692ng/mc aer

Intocmit,
Serban Mioara

6.5 Ammonia measurements with UV-VIS 24.03.2008 – 28.08.2008
UV-VISを用いた大気中のアンモニア測定結果（2008.03.24 – 2008.08.28）

Rezultate

Analize amoniac(prelevare cu pompa)

Locatia	*Nr. probei*	*Data expunerii*	*Data recoltarii*	*Timpul de prelevare (min)*	*Volum prelevat (l)*	*Debit de prelevare NH3(l/min)*	*Conținut de NH3 (µg)*	*Absolbanța*	*Concentratia NH3 (mg/m3)*	*Observții*
設置場所	Nr.	採取開始日	採取終了日	採取時間	吸引量	採取流量	濃度	吸光度	測定結果	
ANPM	1	24.03.2008	25.03.2008	1440	1688.4	1	29.08	0.069	0.017	
ANPM	2	25.03.2008	26.03.2008	1440	1670.6	1	5.53	0.013	0.003	
ANPM	3	26.03.2008	27.03.2008	1440	1629.0	1	12.40	0.030	0.008	
ANPM	4	27.03.2008	28.03.2008	1440	1502.3	1	24.72	0.059	0.016	
ANPM	5	31.03.2008	01.04.2008	1440	1584.4	1	68.33	0.163	0.043	
ANPM	6	01.04.2008	02.04.2008	1440	1560.0	1	36.03	0.086	0.023	
ANPM	7	02.04.2008	03.04.2008	1440	1574.5	1	38.08	0.091	0.024	
ANPM	8	03.04.2008	04.04.2008	1440	1601.1	1	56.64	0.135	0.035	

Rezultate

Analize amoniac(prelevare cu pompa)

Locatia	*Nr. probei*	*Data expunerii*	*Data recoltarii*	*Timpul de prelevare (min)*	*Volum prelevat (l)*	*Debit de prelevare NH3(l/min)*	*Conținut de NH3 (µg)*	*Absolbanța*	*Concentratia NH3 (mg/m3)*	*Observții*
設置場所	Nr.	採取開始日	採取終了日	採取時間	吸引量	採取流量	濃度	吸光度	測定結果	
ANPM	1	27.05.2008	28.05.2008	1440	1619.5	1	69.08	0.141	0.042	
ANPM	2	28.05.2008	29.05.2008	1440	1635.9	1	29.04	0.059	0.018	
ANPM	3	29.05.2008	30.05.2008	1440	1633.7	1	30.85	0.063	0.019	
ANPM	4	02.06.2008	03.06.2008	1440	1607.3	1	19.31	0.039	0.012	
ANPM	5	03.06.2008	04.06.2008	1440	1613.8	1	14.98	0.031	0.009	
ANPM	6	04.06.2008	05.06.2008	1440	1629.0	1	17.00	0.035	0.010	
ANPM	7	05.06.2008	06.06.2008	1440	1639.1	1	22.55	0.046	0.014	
ANPM	8	09.06.2008	10.06.2008	1440	1600.3	1	21.72	0.044	0.013	
ANPM	9	10.06.2008	11.06.2008	1440	1629.2	1	20.63	0.042	0.012	
ANPM	10	11.06.2008	12.06.2008	1440	1655.6	1	26.92	0.055	0.016	
ANPM	11	12.06.2008	13.06.2008	1440	1668.9	1	17.10	0.035	0.010	
ANPM	12	16.06.2008	17.06.2008	1440	1626.8	1	23.04	0.047	0.014	
ANPM	13	17.06.2008	18.06.2008	1440	1654.2	1	38.36	0.078	0.023	
ANPM	14	18.06.2008	19.06.2008	1440	1657.4	1	31.12	0.063	0.018	
ANPM	15	19.06.2008	20.06.2008	1440	1628.0	1	33.60	0.068	0.020	

Rezultate

analize amoniac(prelevare cu pompa)

Locatia	*Nr. probei*	*Data expunerii*	*Data recoltarii*	*Timpul de prelevare (min)*	*Volum prelevat (l)*	*Debit de prelevare NH3(l/min)*	*Conținut de NH3 (µg)*	*Absolbanța*	*Concentratia NH3 (mg/m3)*	*Observții*
設置場所	Nr.	採取開始日	採取終了日	採取時間	吸引量	採取流量	濃度	吸光度	測定結果	
ANPM	1	11.08.2008	12.08.2008	1440	1655.3	1	58.66	0.122	0.035	
ANPM	2	12.08.2008	13.08.2008	1440	1667.1	1	54.70	0.114	0.032	
ANPM	3	13.08.2008	14.08.2008	1440	1619.2	1	75.85	0.159	0.046	
ANPM	4	14.08.2008	15.08.2008	1440	1623.2	1	57.42	0.120	0.035	
ANPM	5	18.08.2008	19.08.2008	1440	1649.1	1	39.18	0.082	0.023	
ANPM	6	19.08.2008	20.08.2008	1440	1660.0	1	51.61	0.108	0.031	
ANPM	7	20.08.2008	21.08.2008	1440	1666.7	1	59.52	0.124	0.035	
ANPM	8	21.08.2008	22.08.2008	1440	1666.1	1	53.18	0.111	0.032	
ANPM	9	28.08.2008	29.08.2008	1440	1634.9	1	94.81	0.198	0.057	

6.6 Ambient Air Measurements of Benzene concentration by gas chromatography

ガスクロマトグラフィによる大気中ベンゼン濃度測定結果

1．Sampling Status by DELTA TECORA Pump

	Tube Lot No. チューブロットNo.	Sampled Quantity サンプリング量	Start Day 開始日	Start time 開始時刻	End Day 終了日	End time 終了時刻	Sampling Time サンプリング時間	Average Flow 平均速度	Average temp. 平均温度	Air Pressure 大気圧	Name 採取者
		L	-	-	-	-	min	ml/min	℃	kPa	-
1	Mi10***/GC164	11.58	26-02	10:10	26-02	14:10	240	49.79	19.3	101	Popescu
2	Mi10*****/GC167	9.32	26-02	14:10	26-02	17:18	188	49.71	22.0	101	Popescu
3	MI088524/GC16	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
4	MI088526/GC19	67.22	4-03	13:54	5-03	13:54	1440	49.95	13.2	100	Popescu
5	MI088527/GC14	69.41	5-03	13:54	6-03	13:54	1440	49.95	7.3	101	Popescu
6	MI088528/GC15	69.09	6-03	13:54	7-03	13:54	1440	49.95	10.0	101	Popescu
7	MI109126/GC26	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
8	MI109121/GC27	66.35	12-03	15:23	13-03	15:23	1440	49.96	15.6	99	Popescu
9	MI109122/GC28	67.40	13-03	15:23	14-03	15:23	1440	49.95	12.8	99	Popescu
10	MI109124/GC57	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
11	MI109121/GC55	66.13	18-03	11:35	19-03	11:35	1440	49.94	16.1	100	Popescu
12	MI109122/GC56	68.24	19-03	11:35	20-03	11:35	1440	49.93	9.5	100	Popescu
13	MI109123/GC54	66.92	20-03	11:35	21-03	11:35	1440	49.93	14.3	99	Popescu
14	Mi088528/GC82	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
15	Mi088524/GC78	61.80	24-03	10:30	25-03	10:30	1440	49.95	15.5	98	Popescu
16	Mi088541/GC79	66.70	25-03	10:30	26-03	10:30	1440	49.95	11.3	98	Popescu
17	Mi088529/GC80	68.00	26-03	10:30	27-03	10:30	1440	49.95	9.9	99	Popescu
18	Mi088530/GC81	67.19	27-03	10:30	28-03	10:30	1440	49.95	14.4	100	Popescu
19	Mi088529GC102	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
20	Mi088523/GC 98	65,03	7-04	10:45	8-04	10:45	1440	49,96	16.4	99	Popescu
21	Mi088524/GC 99	*	8-04	10:45	8-04	15:20	275				Popescu
22	Mi088527/GC100	65,44	8-04	17:05	9-04	17:05	1440	49,96	20.7	100	Popescu
23	Mi088528/G 101	65,84	9-04	17:05	10-04	17:05	1440	49,96	19.3	99	Popescu
24	Mi088521/GC134	63.79	6-08	12:05	7-08	12:05	1437	49.96	30.5	100	Popescu
25	Mi088522/GC135	63.98	7-08	12:05	8-08	12:05	1437	49.95	30.3	100	Popescu
26	Mi109141/GC137	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
27	Mi109142/GC136	64.22	19-08	13:48	20-08	13:48	1437	49.96	29.8	100	Popescu
28	Mi109143/GC138	64.07	20-08	13:48	21-08	13:48	1437	49.95	30.1	100	Popescu
29	Mi109144/GC139	64.22	21-08	13:48	22-08	13:48	1437	49.95	29.7	100	Popescu
30	Mi109150/GC143	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
31	Mi109126/GC144	64.27	25-08	11:00	26-08	11:00	1437	49.96	29.7	100	Popescu
32	Mi109127/!45	64.25	26-08	11:00	27-08	11:00	1437	49.95	30.5	101	Popescu
33	Mi109147/GC146	64.35	27-08	11:00	28-08	11:00	1437	49.95	30.1	101	Popescu
34	Mi109149/GC147	64.14	28-08	11:00	29-08	11:00	1437	49.95	29.8	100	Popescu
35	Mi109141	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
36	Mi109142	64.75	10-09	9:00	11-09	9:00	1437	49.96	27.4	100	Popescu
37	Mi109143	64.36	11-09	9:00	12-09	9:00	1437	49.95	27.5	100	Popescu
38	Mi109141	-	-	-	-	-	−	-	-	-	Popescu
39	Mi109142	66.88	17-09	10:25	18-09	10:25	1437	49.95	16.6	100	Popescu
40	Mi109143	66.76	18-09	10:25	19-09	10:25	1437	49.95	17.6	100	Popescu

２．Analysis status by gas chromatography （TECORA Delta Pump）

No.	Sample name 試料名	RT Retention time 保持時間	Area 面積	Benzene concentration ﾍﾞﾝｾﾞﾝ濃度 (a)	(a)-Blank (a)-ブランク	Sampling Volume 試料量	Temp. 温度	Air Pressure 大気圧
		min	-	ng/tube	ng/tube	L(Gas)	℃	kPa
1	MI088526/GC19	5.31	5.60	-0.11	-0.11	67.22	13.2	99.5
2	MI088527/GC14	5.37	203.80	211.35	211.35	69.41	7.3	100.5
3	MI088528/GC15	5.38	3.30	-2.57	-2.57	69.04	10.0	101.0
4	MI109126/GC26	5.22	0.73	-5.31	—	—	—	—
5	MI109121/GC27	5.38	65.60	63.90	69.21	66.35	15.6	99.1
6	MI109122/GC28	5.36	4.10	-1.71	3.60	67.4	12.8	99.2
7	MI109124/GC57	5.28	9.60	4.15	—	—	—	—
8	MI109121/GC55	5.23	77.60	76.70	72.55	66.13	16.1	99.8
9	MI109122/GC56	5.22	14.60	9.49	5.33	68.24	9.5	99.6
10	MI109123/GC54	5.22	28.20	24.00	19.84	66.92	14.3	99.4
11	Mi088528/GC82	5.26	6.00	0.31	—	—	—	—
12	Mi088524/GC78	5.20	13.30	8.10	7.79	61.80	15.5	97.6
13	Mi088541/GC79	5.22	185.80	192.15	191.83	66.70	11.3	98.1
14	Mi088529/GC80	5.37	39.10	35.63	35.32	68.00	9.9	99.4
15	Mi088530/GC81	5.26	8.40	2.87	2.56	67.19	14.4	99.8
16	Mi088521/GC134	5.16	365.34	365.34	365.34	63.79	30.5	100.0
17	Mi088522/GC135	5.19	861.12	861.12	861.12	63.98	30.3	100.2
18	Mi109141/GC137	5.18	69.11	69.11	—	—	—	—
19	Mi109142/GC136	5.25	87.46	87.46	18.35	64.22	29.8	100.4
20	Mi109143/GC138	5.17	78.16	78.16	9.05	64.07	30.1	100.3
21	Mi109144/GC139	5.16	103.69	103.69	34.58	64.22	29.7	100.4
22	Mi109150/GC143	5.16	71.45	71.45	—	—	—	—
23	Mi109126/GC144	5.21	77.45	77.45	6.00	64.27	29.7	100.5
24	Mi109127/GC145	5.14	94.72	94.72	23.27	64.25	30.5	100.8
25	Mi109147/GC146	5.12	86.07	86.07	14.62	64.35	30.1	100.8
26	Mi109149/GC147	5.18	91.93	91.93	20.49	64.14	29.8	100.4
27	Mi109141/GC175	5.16	2.64	71.07	—	—	—	—
28	Mi109142/GC176	5.21	13.08	98.39	27.32	63.79	30.5	100.0
29	Mi109143/GC177	5.33	5.45	78.44	7.37	63.98	30.3	100.2
30	Mi109141/GC185	5.16	10.29	91.09	—	—	—	—
31	Mi109142/GC186	5.24	404.44	1122.38	1031.29	64.07	30.09	100.3
32	Mi109143/GC187	5.14	374.41	1043.80	952.70	64.22	29.73	100.4

３．Sampling Status by NPL Pump

No	Sample Name 試料名	A B	Lot No. ﾛｯﾄ番号	Sampled Quantity (L) 試料量	Start Indication 開始表示	End Indication 終了表示	Start Day 開始日	Start Time 開始 時刻	End Day 終了日	End Time 終了 時刻	Name 採取者
1	BLK	-	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2	N-1-1	-	Mi109121	7.2	13.12	25.20	26-feb.	14:45	27-feb.	14:38	Popescu
3	N-1-2	-	Mi109122	7.2	13.12	25.20	26-feb.	14:45	27-feb.	14:38	Popescu
4	N-1-3	B	Mi109123	7.0	25.51	37.22	27-feb.	14:47	28-feb.	15:10	Popescu
5	N-1-4	A	Mi109124	7.0	25.51	37.22	27-feb.	14:47	28-feb.	15:10	Popescu
6	N-1-5	A	Mi109125	7.4	37.30	49.69	28-feb.	15:42	29-feb.	14:54	Popescu
7	N-1-6	B	Mi109126	7.4	37.30	49.69	28-feb.	15:42	29-feb.	14:54	Popescu
8	BLK	-	Mi088525	—	—	—	—	—	—	—	—
9	N-I-9	A	Mi109124	15.2	191.95	217.35	12-mar.	14:19	14-mar.	15:00	Popescu
10	N-1-10	B	Mi109126	15.2	191.95	217.35	12-mar.	14:19	14-mar.	15:00	Popescu
11	BLK	-	Mi088525	—	—	—	—	—	—	—	—
12	N-1-11	A	Mi088526	15.7	217.35	243.57	19-mar.	11:24	21-mar.	15:47	Popescu
13	N-1-12	B	Mi088527	15.7	217.35	243.57	19-mar.	11:24	21-mar.	15:47	Popescu
14	BLK	-	Mi088641	—	—	—	—	—	—	—	—
15	N-1-13	A	Mi109125	14.3	243.57	267.41	24-mar.	10:40	26-mar.	10:47	Popescu
16	N-1-14	B	Mi109126	14.3	243.57	267.41	24-mar.	10:40	26-mar.	10:47	Popescu
17	BLK	-	Mi109123	—	—	—	—	—	—	—	—
18	N-1-15	A	Mi109121	14.3	267.50	291.38	26-mar.	13:20	28-mar.	13:20	Popescu
19	N-1-16	B	Mi109122	14.3	267.50	291.38	26-mar.	13:20	28-mar.	13:20	Popescu
20	Blk	-	Mi109126	—	—	—	—	—	—	—	—
21	N-I-17	A	Mi109124	15.7	291.40	317.58	7 apr.	11:08	9.apr	15:27	Popescu
22	N-I-18	B	Mi109125	15.7	291.40	317.58	7 apr.	11:08	9.apr.	15:27	Popescu
23	Blk	-	Mi088527	—	—	—	—	—	—	—	—
24	N-i-19	A	Mi088523	7.4	317.58	329.91	14.apr.	15:28	15.apr.	15:55	Popescu
25	N-I-20	B	Mi088524	7.4	317.58	329.91	14.apr.	15:28	15.apr.	15:55	Popescu
26	Blk	-	Mi 088529	—	—	—	—	—	—	—	—
27	N-i-21	A	Mi088526	21.4	329.93	365.67	15.apr.	16:10	17.apr.	15:36	Popescu
28	N-I-22	B	Mi088528	21.4	329.93	365.67	15.apr.	16:10	17.apr.	15:36	Popescu
29	Blk	-	Mi088527	—	—	—	—	—	—	—	—
30	N-I-23	A	Mi088523	14.4	365.70	389.68	22.apr	14:32	24 apr.	14:40	Popescu
31	N-l-24	B	Mi088524	14.4	365.70	389.68	22.apr	14:32	24 apr.	14:40	Popescu
32	Blk	-	Mi088525	—	—	—	—	—	—	—	—
33	N-I-25	A	Mi088523	15.4	389.82	415.55	12-mai.	11:05	14-mai.	14:15	Popescu
34	N-I-26	B	Mi088524	15.4	389.82	415.55	12-mai.	11:08	14-mai.	14:15	Popescu
35	Blk	-	Mi109124	—	—	—	—	—	—	—	—
36	N-i-27	A	Mi109122	14.8	415.55	440.15	14-mai.	14:27	16-mai.	15:35	Popescu
37	N-I-28	B	Mi109123	14.8	415.55	440.15	14-mai.	14:27	16-mai.	15:35	Popescu
38	Blk	-	Mi086641	—	—	—	—	—	—	—	—
39	N-i-29	A	Mi109126	15.9	440.15	466.57	21-mai.	9:57	23-mai.	14:46	Popescu
40	N-I-30	B	Mi109142	15.9	440.15	466.57	21-mai.	9:57	23-mai.	14:46	Popescu
41	Blk	-	Mi109147	—	—	—	—	—	—	—	—
42	N-I-31	A	Mi088543	14.6	466.57	490.98	26-mai.	14:54	28-mai.	15:37	Popescu
43	N-l-32	B	Mi109143	14.6	466.57	490.98	26-mai.	14:54	28-mai.	15:37	Popescu
44	Blk	-	Mi088528	—	—	—		—	—	—	—
45	N-I-33	A	Mi109121	13.6	490.98	513.72	3 iun.	16:07	5 iun	13:29	Popescu

46	N-I-34	B	Mi088529	13.6	490.98	513.72	3 iun.	16:07	5 iun	13:29	Popescu
47	Blk	-	Mi109125	–	–	–	–	–	–	–	–
48	N-i-35	A	Mi109122	16.0	527.10	553.72	10iun	9:23	12 iun	14:38	Popescu
49	N-I-36	B	Mi109126	16.0	527.10	553.72	10iun	9:23	12 iun	14:38	Popescu
50	Blk	-	CO9382	–	–	–	–	–	–	–	–
51	N-i-37	A	CO10911	14.2	553.72	577.38	17 iun	16:00	19 iun	15:30	Popescu
52	N-I-38	B	CO10412	14.2	553.72	577.38	17 iun	16:00	19 iun	15:30	Popescu
53	Blk	-	Mi109123	–	–	–	–	–	–	–	–
54	N-I-39	A	Mi088524	14.1	577.47	600.89	23 iun	16:00	25 iun	15:31	Popescu
55	N-l-40	B	Mi088527	14.1	577.47	600.89	23 iun	16:00	25 iun	15:31	Popescu
56	Blk	-	CO9382	–	–	–	–	–	–	–	–
57	N-i-41	A	CO10412	7.5	600.90	613.38	25 iun	15:32	26 iun	16:30	Popescu
58	N-i-42	B	CO10911	7.5	600.90	613.38	25 iun	15:32	26 iun	16:30	Popescu
59	Blk	-	Mi088542	–	–	–	–	–	–	–	–
60	N-I-53	A	Mi109145	21.5	759.51	795.32	19.aug	15;30	22.aug	15;04	Popescu
61	N-I-54	B	Mi109146	21.5	759.51	795.33	19.aug	15;30	22.aug	15;04	Popescu
62	Blk	-	Mi0109128	–	–	–	–	–	–	–	–
63	N-i-55	A	Mi088526	7.8	795.32	801.84	26.aug	15;47	27.aug	16;05	Popescu
64	N-I-56	B	Mi088527	7.8	795.32	801.85	26.aug	15;47	27.aug	16;05	Popescu
65	Blk	-	Mi 088530	–	–	–	–	–	–	–	–
66	N-i-57	A	Mi088528	7.6	801.84	814.44	28.aug	14;30	29.aug	14;30	Popescu
67	N-I-58	B	Mi088529	7.6	801.85	814.44	28.aug	14;30	29.aug	14;30	Popescu
68	Blk	-	Mi109145	–	–	–	–	–	–	–	–
69	N-I-59	A	Mi109147	7.2	814.45	826.38	10.sept	10;05	11.sept	10:09	Popescu
70	N-I-60	B	Mi109149	7.2	814.45	826.38	10.sept	10;05	11.sept	10:09	Popescu
71	Blk	-	Mi 088542	–	–	–	–	–	–	–	–
72	N-i-61	A	Mi109144	7.3	826.38	838.51	11.sept.	10;09	12. sept	10:09	Popescu
73	N-I-62	B	Mi109146	7.3	826.38	838.51	11.sept.	10;09	12. sept	10:09	Popescu
74	Blk	-	Mi109145	–	–	–	–	–	–	–	–
75	N-i-63	A	Mi109147	7.3	838.51	850.63	17.sept	11;25	18. sept	11;30	Popescu
76	N-I-64	B	Mi109149	7.3	838.51	850.63	17.sept	11;25	18. sept	11;30	Popescu
77	Blk	-	Mi088542	–	–	–	–	–	–	–	–
78	N-i-65	A	Mi109144	7.2	850.63	862.56	18.sept	11;30	19.sept	11;30	Popescu
79	N-I-66	B	Mi109146	7.2	850.63	852.56	18.sept	11;30	19.sept	11;30	Popescu

4．Analysis status by gas chromatography（NPL Pump）

Analysis Day GC GC分析 日	Sample name 試料名			RT Retention time 保持時間	Area 面積	Benzene concentration ﾍﾞﾝｾﾞﾝ濃度 (a)	(a)-Blank (a)-ﾌﾞﾗﾝｸ	Sampling Volume 試料量	Temp. 温度	Air Pressure 大気圧
				min	-	ng/tube	ng/tube	L(Gas)	℃	kPa
17-Mar	Blk			5.325	2.30	0.00	-	-	-	-
17-Mar	N-1-9		A/GC30	5.300	8.10	3.74	3.74	7.6	20	101
17-Mar	N-1-10		B/GC31	5.316	9.80	5.59	5.59	7.6	20	101
19-Mar	Blk			5,306	4.80	0.25	-	-	-	-
19-Mar	N-1-11		A/GC58	5,228	6.72	2.31	2.05	7.9	20	101
19-Mar	N-1-12		B/Gc60	5.325	4.45	0.86	0.61	7.9	20	101
26-Mar	Blk			4.895	14.80	0.00	-	-	-	-
26-Mar	N-1-13		A/GC70	5.183	22.24	18.75	18.75	7.1	20	101
26-Mar	N-1-14		B/GC69	4.724	5.00	0.00	0.00	7.1	20	101
28-Mar	BLK			5.380	5.14	0.00	-	-	-	-
28-Mar	N-1-15	A/GC84	Mi109121	5.302	7.03	1.41	1.41	14.3	20	101
28-Mar	N-1-16	B/GC85	Mi109122	5.340	4.45	-1.34	0.00	14.3	20	101
11-Apr	Blk		Mi109126	5379	1.75	0.00	-	-	-	-
11-Apr	N-I-17		Mi109124	5382	5.06	-0.69	-2.10	15.7	20	101
11-Apr	N-I-18		Mi109125	5335	3.90	-1.93	-3.34	15.7	20	101
16-Apr	Blk		Mi088527	5295	1.06	-4.96	-6.37	-	20	101
19-Apr	N-1-19		Mi088523	5110	1.29	-4.71	-6.12	7.4	20	101
19-Apr	N-1-20		Mi088524	5274	1.67	-4.31	-5.72	7.4	20	101
25-Apr	Blk		Mi 088529	5202	0.00	-6.09	-1.13	-	20	101
25-Apr	N-i-21		Mi088526	5307	5.06	-0.69	4.27	21.4	20	101
25-Apr	N-I-22		Mi088528	5274	4.88	-0.88	4.08	21.4	20	101
25-Apr	Blk		Mi088527	5223	1.95	-4.01	-3.32	-	20	101
25-Apr	N-I-23		Mi088523	5384	2.65	-3.26	-2.56	14.4	20	101
25-Apr	N-l-24		Mi088524	5275	2.41	-3.52	-2.82	14.4	20	101
3-May	Blk		Mi088525	5.202	0.96	0.00	-	-	-	-
16-May	N-I-25		Mi088523	5.255	2.14	-3.81	3.27	15.4	20	101
16-May	N-I-26		Mi088524	5.160	17.00	12.05	2.03	15.4	20	101
2-May	Blk		Mi109124	5.188	4.63	-1.15	-	-	-	-
2-May	N-i-27		Mi109122	5.222	3.57	-2.28	0.25	14.8	20	101
2-May	N-I-28		Mi109123	5.453	5.95	0.26	0.65	14.8	20	101
16-May	Blk		Mi086641	5.267	2.41	0.00	-	-	-	-
16-May	N-i-29		Mi109126	5.431	4.13	-1.68	-0.69	15.9	20	101
16-May	N-I-30		Mi109142	5.442	2.71	-3.20	-0.88	15.9	20	101
16-May	Blk		Mi109147	5.518	3.13	0.00	-	-	-	-
13-May	N-I-31		Mi088543	5.328	0.34	-5.73	0.75	14.6	20	101
13-May	N-l-32		Mi109143	5.526	3.78	-2.06	0.50	14.6	20	101
8-Jun	Blk	GC 37	Mi088528	5.490	0.00	0.00	-	-	-	-
8-Jun	N-I-33	A/GC38	Mi109121	5.223	2.12	0.00	0.00	13.6	20	101
8-Jun	N-I-34	B /GC39	Mi088529	5.526	2.88	0.00	0.00	13.6	20	101
8-Jun	Blk	GC/ 103	Mi109125	5.540	4.84	0.03	-	-	-	-
8-Jun	N-i-35	A/104	Mi109122	5.457	2.13	0.00	0.00	16.0	20	101
8-Jun	N-I-36	B/105	Mi109126	5.409	1.72	0.00	0.00	16.0	20	101
19-Jun	Blk	GC71	CO9382	5.270	4.02	0.00	-	-	-	-
19-Jun	N-i-37	A/72	CO10911	5.392	3.71	0.00	0.00	14.2	20	101
19-Jun	N-I-38	B/73	CO10412	5.294	2.75	0.00	0.00	14.2	20	101
8-Jun	Blk	GC106	Mi109123	5.482	0.00	0.00	-	-	-	-
8-Jun	N-I-39	A/GC107	Mi088524	5.482	0.00	0.00	0.00	14.1	20	101
8-Jun	N-l-40	B/GC108	Mi088527	5.686	6.58	2.13	2.13	14.1	20	101
8-Jun	Blk	GC100	CO9382	5.560	0.96	0.00	-	-	-	-
8-Jun	N-i-41	A/GC101	CO10412	5.273	4.64	0.07	0.07	7.5	20	101
8-Jun	N-i-42	B/GC102	CO10911	5.274	2.00	0.00	0.00	7.5	20	101

1-Sep	Blk	Gc140	Mi088542	5.130	5.89	78.71	-	-	-	-
1-Sep	N-I-53	A/Gc141	Mi109145	5.120	6.59	81.42	2.71	21.5	20	101
1-Sep	N-I-54	B /Gc142	Mi109146	5.070	5.56	79.57	0.86	21.5	20	101
2-Sep	Blk	GC148	Mi0109128	5.144	3.25	72.68	-	-	-	-
2-Sep	N-i-55	A*/GC149	Mi088526	5.326	5.00	77.25	4.57	7.8	20	101
2-Sep	N-I-56	B*/GC150	Mi088527	5.240	3.54	73.42	0.74	7.8	20	101
4.sept	Blk	GC151	Mi 088530	5.108	1.61	68.39	-	-	-	-
4.sept	N-I-57	A/GC152	Mi088528	5.299	3.05	72.15	3.76	7.6	20	101
4.sept	N-I-58	B/Gc153	Mi088529	5.201	5.62	78.86	10.48	7.6	20	101

Calibration Table

btex

Calib. Data Modified : 25.03.2008 10:40:28

Calculate : External Standard
Based on : Peak Area

Rel. Reference Window : 5.000 %
Abs. Reference Window : 0.000 min
Rel. Non-ref. Window : 5.000 %
Abs. Non-ref. Window : 0.000 min
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Uncalibrated Peaks : not reported
Partial Calibration : Yes, identified peaks are recalibrated
Correct All Ret. Times: No, only for identified peaks

Curve Type : Linear
Origin : Ignored
Weight : Equal

Recalibration Settings:
Average Response : Average all calibrations
Average Retention Time: Floating Average New 75%

Calibration Report Options :
Printout of recalibrations within a sequence:
Calibration Table after Recalibration
Normal Report after Recalibration
If the sequence is done with bracketing:
Results of first cycle (ending previous bracket)

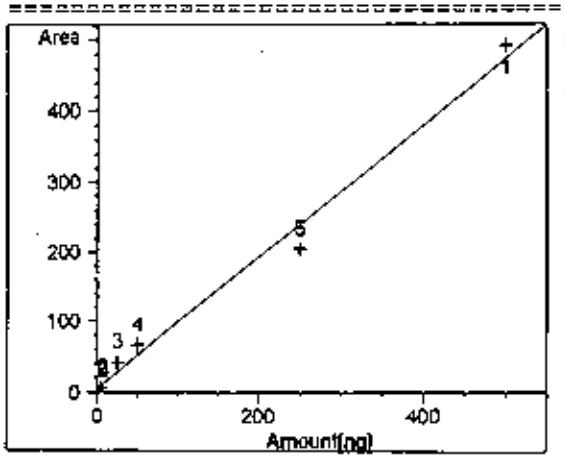
Signal 1: FID1 B,

RetTime [min]	Sig	Lvl	Amount [ng]	Area	Amt/Area	Ref	Grp	Name
5.202	1	6	0.00000	1.37532	0.00000			benzen
		2	5.00000	5.74281	8.70654e-1			
		3	25.00000	41.13153	6.07806e-1			
		4	50.00000	65.31867	7.65478e-1			
		5	250.00000	204.24454	1.22402			
		1	500.00000	491.59097	1.01711			

Peak Sum Table

No Entries in table

Calibration Curves



benzen at exp. RT: 5.202
FID1 B,
Correlation: 0.99466
Residual Std. Dev.: 21.89996
Formula: y = mx + b
m: 9.42135e-1
b: 4.57202
x: Amount[ng]
y: Area

6.7. Ambient Air Measurements of Nitrogen Dioxide and Sulfur Dioxide concentration by ion chromatography
イオンクロマトグラフィによる大気中二酸化窒素、二酸化硫黄　濃度測定結果

Rezultate analize statii de monitorizare Bucuresti （Nitrogen Dioxide：NO_2 Passive Sampler）

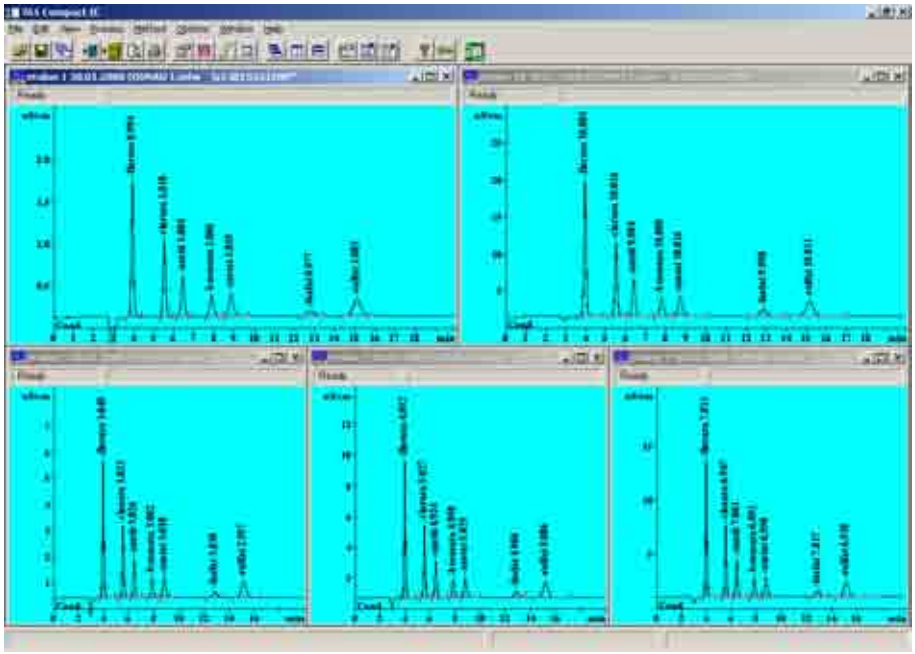
ブカレスト市内モニタリング測定局での分析結果（二酸化窒素：NO_2 パッシブサンプラー）

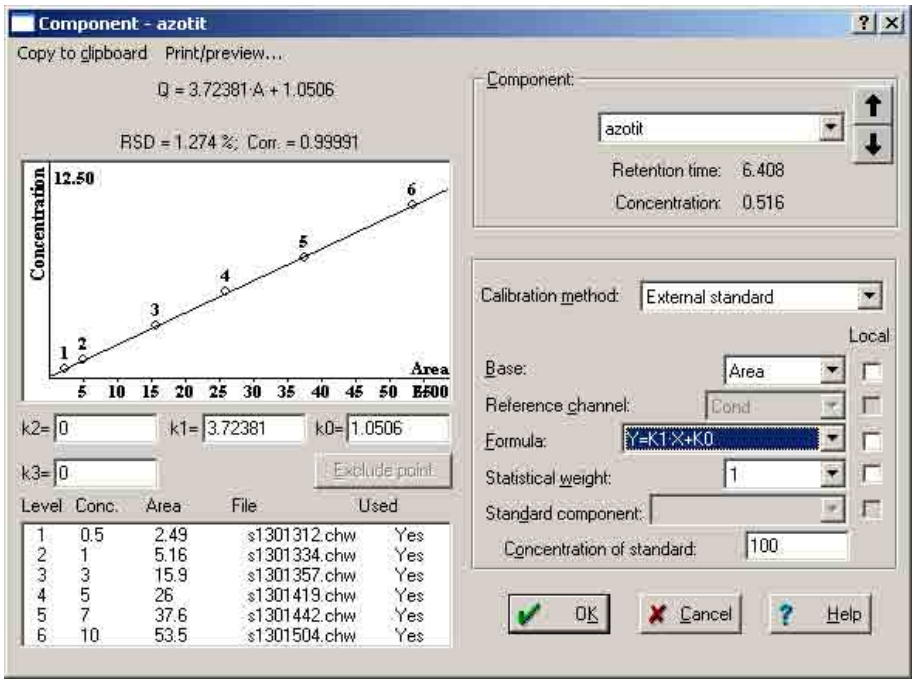
Statia	*Nr. probei*	*Data expunerii/ora*	*Data recoltarii/ora*	*Timpul de prelevare (min)*	*Blanc NO_2^- (mg/l)*	*Medie blanc NO_2^- (mg/l)*	*Blanc de teren NO_2^- (mg/l)*	*Medie blanc de teren NO_2^- (mg/l)*	*Concentratia NO_2^- (mg/l)*	*Temperatura (ºC)*	*Viteza de prelevare NO2 (ng/ppb*min)*	*Concentratia NO_2 ($\mu g/m^3$)*	*factor de corectie (NO_2)*	*OBSERVAȚII*
測定局	No.	開始日	終了日	サンプリング時間（分）	操作ﾌﾞﾗﾝｸ NO_2^-(mg/l)	操作ﾌﾞﾗﾝｸ平均 NO_2^-(mg/l)	ﾌｨｰﾙﾄﾞﾌﾞﾗﾝｸ NO_2^- (mg/l)	ﾌｨｰﾙﾄﾞﾌﾞﾗﾝｸ平均 NO_2^-(mg/l)	NO_2^-濃度 (mg/l)	温度 (ºC)	NO_2捕集速度 (ng/ppb･min)	NO_2 濃度 (μg/m3)	自動測定機平均値との比較 (NO_2) Auto/Passive	気付き
Lacul Morii	1	15.02.08/10.48	29.02.08/10.33	20145	0.069	0.063	0.064	0.067	3.526	4.01	0.08456	**42.43**	***0.94***	
	2	15.02.08/10.48	29.02.08/10.33	20145	0.057		0.07		2.549		0.08456	**30.67**	***1.30***	
Drumul Taberei	1	15.02.08/11.10	29.02.08/11.10	20160					3.462	4.77	0.08619	**40.84**	***1.75***	
	2	15.02.08/11.10	29.02.08/11.10	20160					3.352		0.08619	**39.54**	***1.81***	
Lacul Morii	1	29.02.08/10.33	14.03.08/11.15	20195	0.069	0.063	0.051	0.053	3.407	8.97	0.09574	**36.12**	***0.98***	
	2	29.02.08/10.33	14.03.08/11.15	20195	0.057		0.054		2.690		0.09574	**28.52**	***1.25***	
Drumul Taberei	1	29.02.08/11.10	14.03.08/11.50	20200					4.547	9.37	0.09701	**47.72**	***1.38***	
	2	29.02.08/11.10	14.03.08/11.50	20200					4.081		0.09701	**42.82**	***1.54***	
Lacul Morii	1	14.03.08/11.15	01.04.08/11.00	25905	0.069	0.063	0.053	0.049	2.582	8.68	0.09505	**21.50**	***1.23***	
	2	14.03.08/11.15	01.04.08/11.00	25905	0.057		0.044		3.054		0.09505	**25.43**	***1.04***	
Drumul Taberei	1	14.03.08/11.50	01.04.08/11.30	25900					3.025	8.79	0.09532	**25.12**	***2.27***	
	2	14.03.08/11.50	01.04.08/11.30	25900					2.624		0.09532	**21.79**	***2.61***	
Lacul Morii	1	01.04.08/11.00	17.04.08/10.30	24450	0.069	0.063	0.076	0.065	4.079	11.3	0.10142	**33.72**	***0.98***	
	2	01.04.08/11.00	17.04.08/10.30	24450	0.057		0.053		3.035		0.10142	**25.09**	***1.32***	
Drumul Taberei	1	01.04.08/11.30	17.04.08/11.00	24450					4.882	11.3	0.10142	**40.36**	***1.12***	
	2	01.04.08/11.30	17.04.08/11.00	24450					5.035		0.10142	**41.62**	***1.08***	
Lacul Morii	1	17.04.08/10.30	30.04.08/10.30	18720	0.069	0.063	0.047	0.047	-	13.7	0.10757	-	-	prelevatorul a fost gasit pe jos
	2	17.04.08/10.30	30.04.08/10.30	18720	0.057				1.541		0.10757	***15.69***	***1.36***	
Drumul Taberei	1	17.04.08/11.00	30.04.08/11.00	18720					1.410	13.4	0.10678	***14.46***	***2.31***	
	2	17.04.08/11.00	30.04.08/11.00	18720					1.735		0.10678	***17.79***	***1.88***	
Lacul Morii	1	22.05.08/10.05	06.06.08/10.15	21610	0.069	0.063	0.056	0.056	3.267	18.9	0.12199	***29.33***	***0.77***	
	2	22.05.08/10.05	06.06.08/10.15	21610	0.057				2.676		0.12199	***20.81***	***1.08***	
Drumul Taberei	1	22.05.08/10.30	06.06.08/10.45	21605					3.936	18.8	0.12170	***30.68***	***0.91***	
	2	22.05.08/10.30	06.06.08/10.45	21605					3.981		0.12170	***31.04***	***0.90***	

Statia	*Nr. probei*	*Data expunerii/ora*	*Data recoltarii/ora*	*Timpul de prelevare (min)*	*Blanc NO_2^- (mg/l)*	*Medie blanc NO_2^- (mg/l)*	*Blanc de teren NO_2^- (mg/l)*	*Medie blanc de teren NO_2^- (mg/l)*	*Concentratia NO_2^- (mg/l)*	*Temperatura (ºC)*	*Viteza de prelevare NO2 (ng/ppb*min)*	*Concentratia NO_2 (µg/m3)*	*factor de corectie (NO_2)*	*OBSERVAŢII*
測定局	No.	開始日	終了日	サンプリング時間（分）	操作ﾌﾞﾗﾝｸ NO_2^-(mg/l)	操作ﾌﾞﾗﾝｸ平均 NO_2^-(mg/l)	ﾌｨｰﾙﾄﾞﾌﾞﾗﾝｸ NO_2^- (mg/l)	ﾌｨｰﾙﾄﾞﾌﾞﾗﾝｸ平均 NO_2^-(mg/l)	NO_2^-濃度 (mg/l)	温度 (ºC)	NO_2捕集速度 (ng/ppb･min)	NO_2 濃度 (µg/m3)	自動測定機平均値との比較 (NO_2) Auto/Passive	気付き
Lacul Morii	1	06.06.08/10.15	04.07.08/10.05	40310	0.069	0.063	0.059	0.059	-	23.1	0.13482	-	-	prelevatorul a fost gasit pe jos-
	2	06.06.08/10.15	04.07.08/10.05	40310	0.057				4.556		0.13482	***17.19***	***1.20***	
Drumul Taberei	1	06.06.08/10.45	04.07.08/10.40	40325					6.956	23.6	0.13642	***25.93***	***1.22***	prelevatorul a fost gasit pe jos, dar analizat
	2	06.06.08/10.45	04.07.08/10.40	40325					4.835		0.13642	***18.02***	***1.76***	
Lacul Morii	1	04.07.08/10.40	18.07.08/9.45	20105	0.069	0.063	0.017	0.019	2.829	23.8	0.13707	***10.49***	***2.43***	
	2	04.07.08/10.40	18.07.08/9.45	20105	0.057		0.02		-		0.13707	-	-	prelevatorul a fost gasit pe jos
Drumul Taberei	1	04.07.08/11.20	18.07.08/10.15	20105					3.830	24.1	0.13804	***28.29***	***1.38***	
	2	04.07.08/11.20	18.07.08/10.15	20105					3.024		0.13804	***22.34***	***1.75***	
Lacul Morii	1	18.07.08/9.45	12.08.08/10.40	35945	0.069	0.063	0.039	0.039	4.480	23.5	0.1361	***33.56***	***0.69***	
	2	18.07.08/9.45	12.08.08/10.40	35945	0.057				5.673		0.1361	***23.77***	***0.97***	
Drumul Taberei	1	18.07.08/10.15	12.08.08/11.20	35935					9.496	23.8	0.13707	***39.51***	***0.88***	prelevatorul a fost gasit pe jos
	2	18.07.08/10.15	12.08.08/11.20	35935					3.619		0.13707	***15.06***	***2.30***	

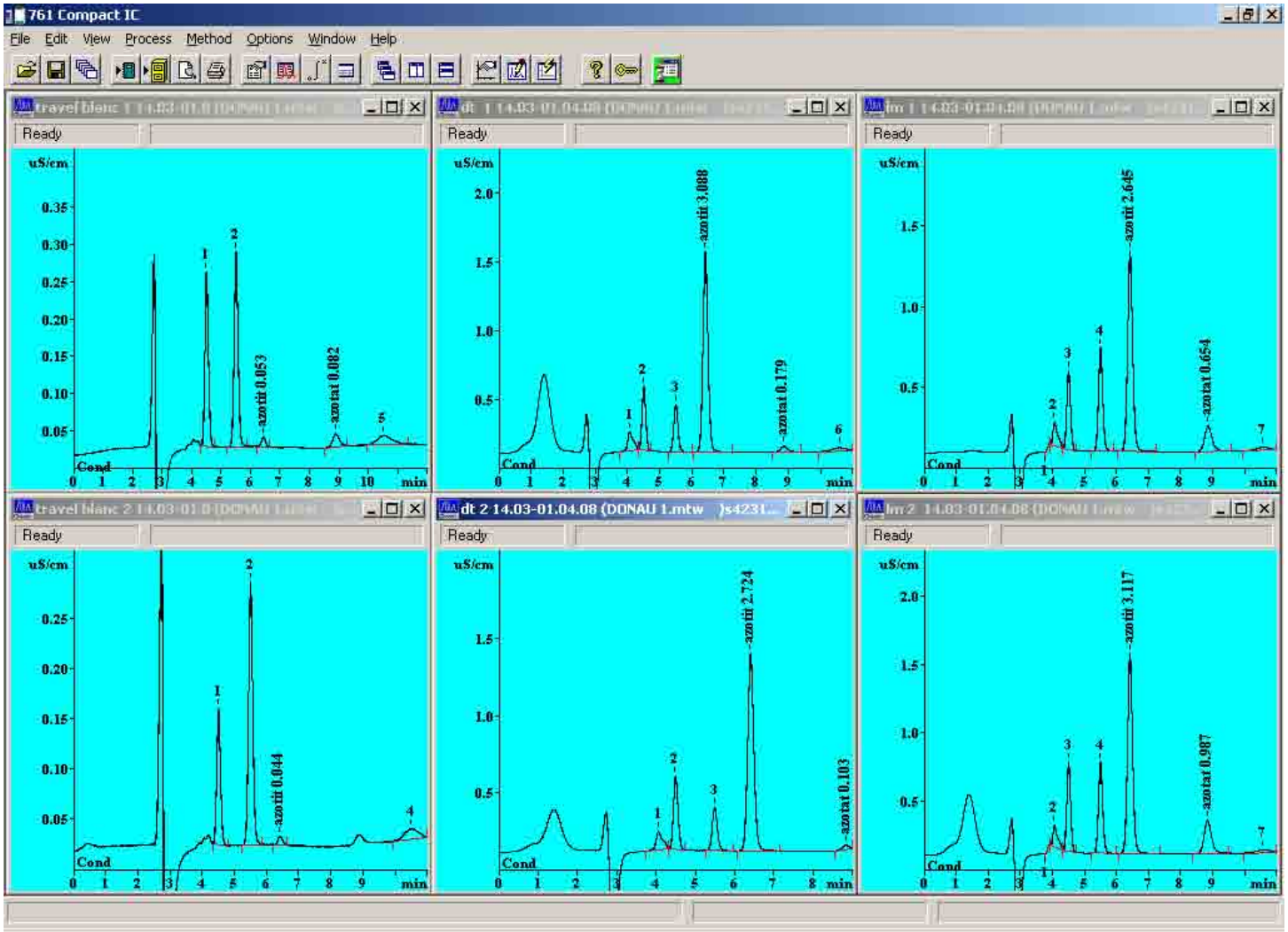
Samples used ：Made by Radiello Company(Italy) code 166

Calibration Curve Chart and linearity for NO_2 (1.0 – 10 mg/l)





PROBE RECOLTATE IN PERIOADA 14.03-01.04.08 (AZOTIT)



Rezultate analize statii de monitorizare Bucuresti （Sulfur Dioxide ：SO_2 Passive Sampler）

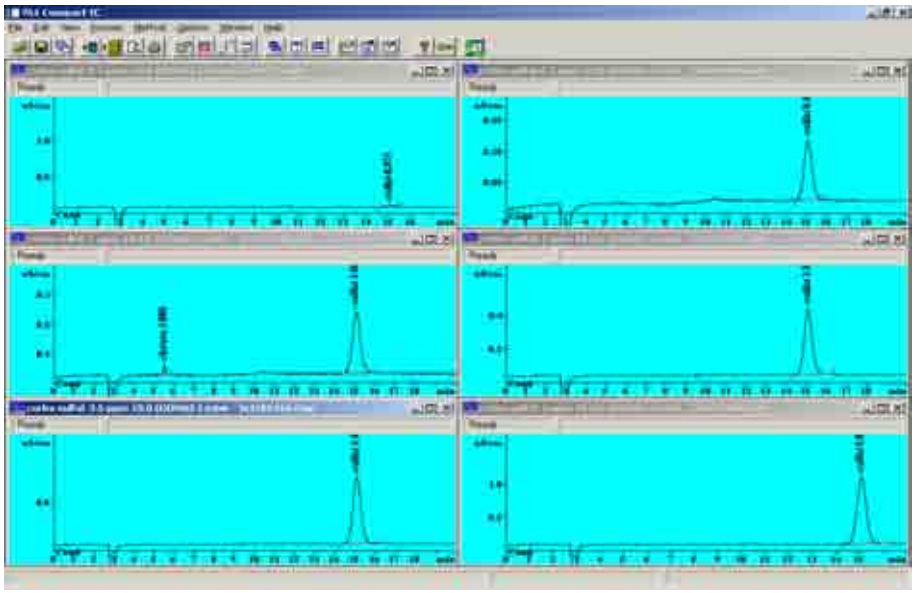
ブカレスト市内モニタリング測定局での分析結果（二酸化硫黄：SO_2 パッシブサンプラー）

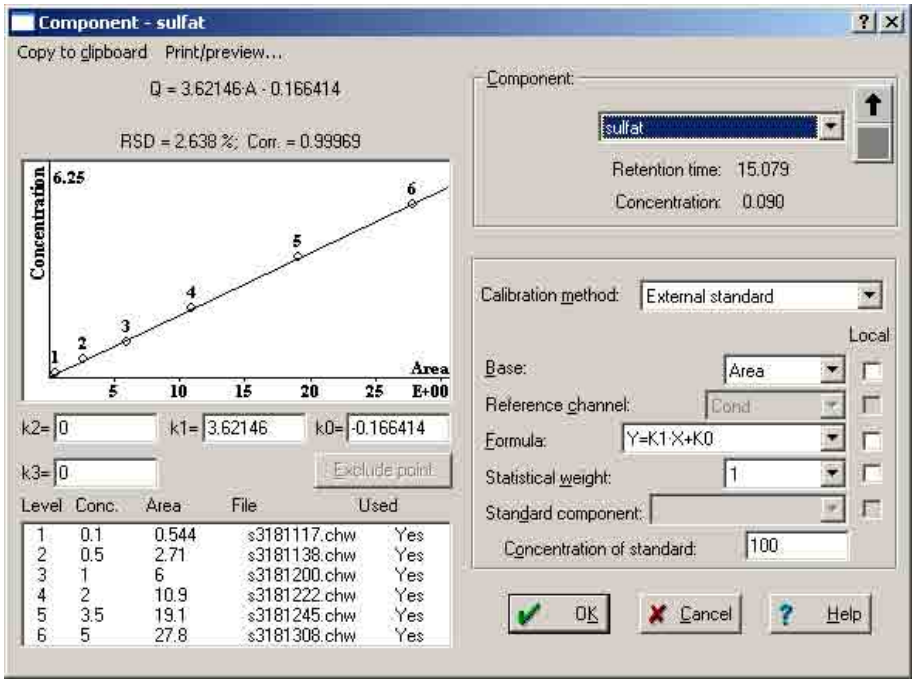
Statia	***Nr. probei***	***Data expunerii/ora***	***Data recoltarii/ora***	***Timpul de prelevare (min)***	***Blanc SO_4^{2-} (mg/l)***	***Medie blanc SO_4^{2-} (mg/l)***	***Blanc de teren SO_4^{2-} (mg/l)***	***Medie blanc de teren SO_4^{2-} (mg/l)***	***Concentratia SO_4^{2-} (mg/l)***	***Temperatura (ºC)***	***Concentratia SO_2 ($\mu g/m^3$)***	***factor de corectie (SO_2)***	***OBSERVAȚII***
測定局	No.	開始日	終了日	サンプリング時間（分）	操作ﾌﾞﾗﾝｸ濃度 SO_4^{2-}(mg/l)	操作ﾌﾞﾗﾝｸ平均 SO_4^{2-}(mg/l)	ﾌｨｰﾙﾄﾞﾌﾞﾗﾝｸ SO_4^{2-} (mg/l)	ﾌｨｰﾙﾄﾞﾌﾞﾗﾝｸ平均 SO_4^{2-}(mg/l)	SO_4^{2-}濃度 (mg/l)	温度 (ºC)	SO_2 濃度 ($\mu g/m^3$)	自動測定機平均値との比較 (SO_2) Auto/Passive	気付き
Lacul Morii	1	15.02.08/10.48	29.02.08/10.33	20145	0.194	0.136	0.024	0.0395	2.143	4.01	**6.82**	***1.95***	
	2	15.02.08/10.48	29.02.08/10.33	20145	0.078		0.055		2.091		**6.66**	***1.90***	
Drumul Taberei	1	15.02.08/11.10	29.02.08/11.10	20160					2.045	4.77	**6.52**	***2.01***	
	2	15.02.08/11.10	29.02.08/11.10	20160					2.090		**6.66**	***2.06***	
Lacul Morii	1	29.02.08/10.33	14.03.08/11.15	20195	0.194	0.136	0.092	0.117	1.528	8.97	**4.64**	***2.11***	
	2	29.02.08/10.33	14.03.08/11.15	20195	0.078		0.142		1.084		**3.29**	***2.97***	
Drumul Taberei	1	29.02.08/11.10	14.03.08/11.50	20200					1.300	9.37	**3.95**	***2.35***	
	2	29.02.08/11.10	14.03.08/11.50	20200					1.288		**3.91**	***2.37***	
Lacul Morii	1	14.03.08/11.15	01.04.08/11.00	25905	0.194	0.136	0.005	0.005	2.866	8.68	***7.19***	***1.97***	
	2	14.03.08/11.15	01.04.08/11.00	25905	0.078		0		3.542		***8.89***	***1.60***	
Drumul Taberei	1	14.03.08/11.50	01.04.08/11.30	25900					1.797	8.79	***4.51***	-	
	2	14.03.08/11.50	01.04.08/11.30	25900					1.557		***3.91***	-	
Lacul Morii	1	01.04.08/11.00	17.04.08/10.30	24450	0.194	0.136	0.044	0.025	1.495	11.3	***3.75***	***2.40***	
	2	01.04.08/11.00	17.04.08/10.30	24450	0.078		0.006		0.851		***2.14***	***4.21***	
Drumul Taberei	1	01.04.08/11.30	17.04.08/11.00	24450					1.492	11.3	***3.75***	-	
	2	01.04.08/11.30	17.04.08/11.00	24450					1.719		***4.31***	-	
Lacul Morii	1	17.04.08/10.30	30.04.08/10.30	18720	*0.194*	0.136	0.003	0.003	-	13.7	-	-	prelevatorul a fost gasit pe jos
	2	17.04.08/10.30	30.04.08/10.30	18720	0.078				0.572		***1.88***	***4.91***	
Drumul Taberei	1	17.04.08/11.00	30.04.08/11.00	18720					0.415	13.4	***1.36***	***2.87***	
	2	17.04.08/11.00	30.04.08/11.00	18720					0.322		***1.06***	***3.69***	
Lacul Morii	1	22.05.08/10.05	06.06.08/10.15	21610	0.194	0.136	0.01	0.01	0.483	18.9	***1.58***	-	
	2	22.05.08/10.05	06.06.08/10.15	21610	0.078				0.487		***1.38***	-	
Drumul Taberei	1	22.05.08/10.30	06.06.08/10.45	21605					0.400	18.8	***1.14***	-	
	2	22.05.08/10.30	06.06.08/10.45	21605					0.357		***1.01***	-	

Statia	*Nr. probei*	*Data expunerii/ora*	*Data recoltarii/ora*	*Timpul de prelevare (min)*	*Blanc SO_4^{2-} (mg/l)*	*Medie blanc SO_4^{2-} (mg/l)*	*Blanc de teren SO_4^{2-} (mg/l)*	*Medie blanc de teren SO_4^{2-} (mg/l)*	*Concentratia SO_4^{2-} (mg/l)*	*Temperatura (ºC)*	*Concentratia SO_2 (µg/m^3)*	*factor de corectie (SO_2)*	*OBSERVAŢII*
測定局	No.	開始日	終了日	サンプリング時間（分）	操作ﾌﾞﾗﾝｸ濃度 SO_4^{2-}(mg/l)	操作ﾌﾞﾗﾝｸ平均 SO_4^{2-}(mg/l)	ﾌｨｰﾙﾄﾞﾌﾞﾗﾝｸ SO_4^{2-} (mg/l)	ﾌｨｰﾙﾄﾞﾌﾞﾗﾝｸ平均 SO_4^{2-}(mg/l)	SO_4^{2-}濃度 (mg/l)	温度 (ºC)	SO_2 濃度 (µg/m^3)	自動測定機平均値との比較 (SO_2) Auto/Passive	気付き
Lacul Morii	1	06.06.08/10.15	04.07.08/10.05	40310	0.194	0.136	1.036	1.036	-	23.1	-	-	prelevatorul a fost gasit pe jos-
	2	06.06.08/10.15	04.07.08/10.05	40310	0.078				1.619		***2.46***	***8.84***	
Drumul Taberei	1	06.06.08/10.45	04.07.08/10.40	40325					0.907	23.6	***1.38***	***4.58***	prelevatorul a fost gasit pe jos, dar analizat
	2	06.06.08/10.45	04.07.08/10.40	40325					0.946		***1.44***	***3.18***	
Lacul Morii	1	04.07.08/10.40	18.07.08/9.45	20105	0.194	0.136	0	0.003	0.424	23.8	***0.65***	***30.99***	
	2	04.07.08/10.40	18.07.08/9.45	20105	0.078		0.003		-		-	-	prelevatorul a fost gasit pe jos
Drumul Taberei	1	04.07.08/11.20	18.07.08/10.15	20105					0.453	24.1	***0.69***	***4.34***	
	2	04.07.08/11.20	18.07.08/10.15	20105					0.392		***1.20***	***3.43***	
Lacul Morii	1	18.07.08/9.45	12.08.08/10.40	35945	0.194	0.136	0.004	0.004	1.345	23.5	***4.11***	***2.73***	
	2	18.07.08/9.45	12.08.08/10.40	35945	0.078				1.151		***3.51***	***3.19***	
Drumul Taberei	1	18.07.08/10.15	12.08.08/11.20	35935					2.397	23.8	***7.32***	***0.61***	prelevatorul a fost gasit pe jos
	2	18.07.08/10.15	12.08.08/11.20	35935					1.768		***3.02***	***1.49***	

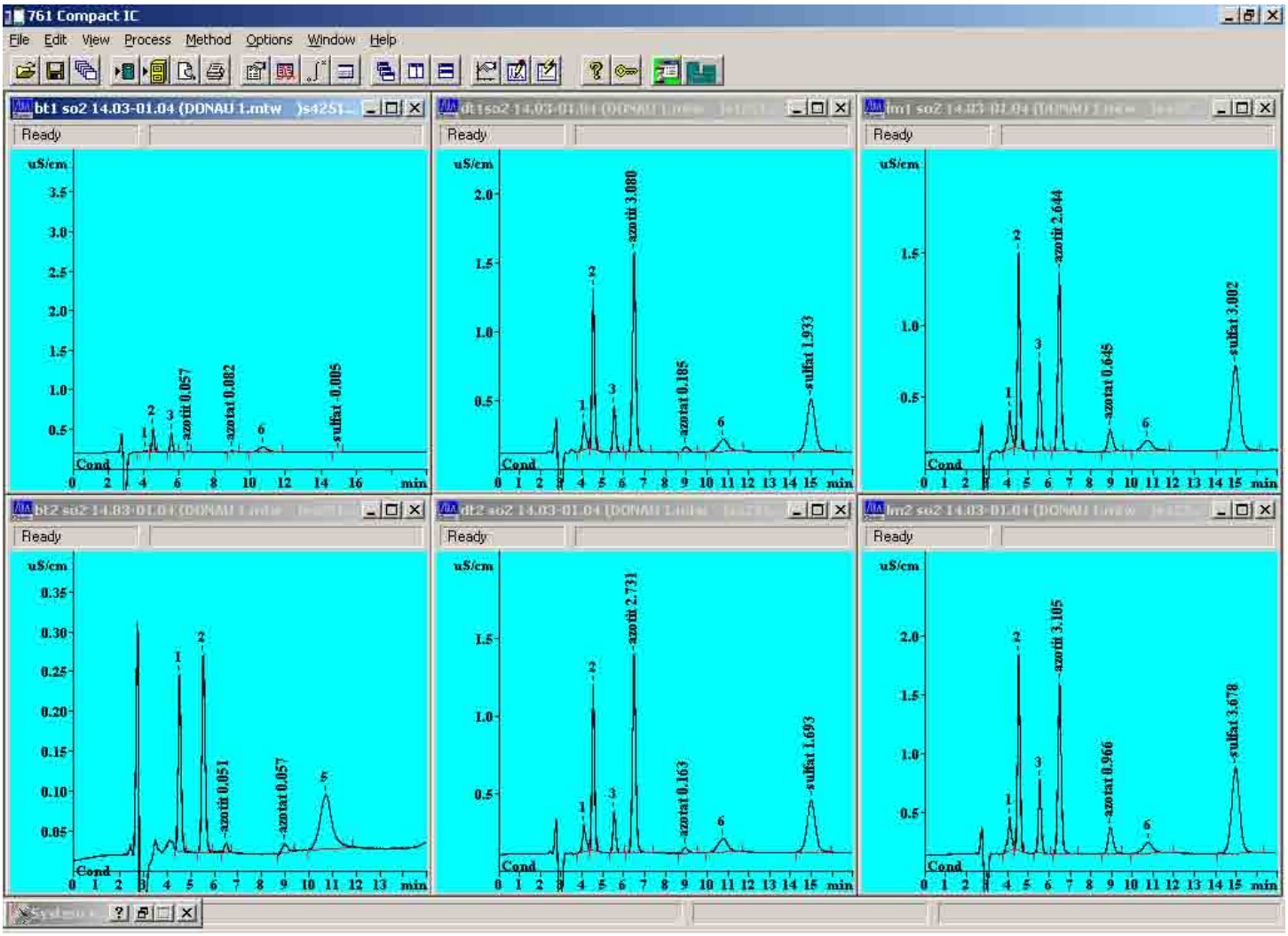
Samples used : Made by Radiello Company(Italy) code 166

Calibration Curve Chart and linearity for SO_4 (0.1 – 5.0 mg/l)





PERIOADA DE RECOLTARE 14.03-01.04.08 (SULFAT)



Rezultate analize statii automate (2008)

STATIA	PERIOADA DE PRELEVARE	Concentratia NO_2 ($\mu g/m^3$)	Concentratia SO_2 ($\mu g/m^3$)
測定局	サンプリング期間	NO_2 濃度($\mu g/m^3$)	SO_2濃度 ($\mu g/m^3$)
Lacul Morii	15.02 - 29.02.08	*40.05*	*13.02*
Drumul Tabereii	15.02 - 29.02.08	*71.71*	*13.75*
Lacul Morii	29.02 - 14.03.08	*35.54*	*9.77*
Drumul Tabereii	29.02 - 14.03.08	*65.88*	*9.27*
Lacul Morii	14.03 - 01.04.08	*26.5*	*14.2*
Drumul Tabereii	14.03 - 01.04.08	*56.9*	-
Lacul Morii	01.04 - 17.04.08	*33.0*	*9.0*
Drumul Tabereii	01.04 - 17.04.08	*45.1*	-
Lacul Morii	17.04- 30.04.08	*21.4*	*9.2*
Drumul Tabereii	17.04- 30.04.08	*33.4*	*3.9*
Lacul Morii	22.05 - 06.06.08	*22.5*	*10.3*
Drumul Tabereii	22.05 - 06.06.08	*28.0*	*6.7*
Lacul Morii	06.06 - 04.07.08	*20.6*	*10.6*
Drumul Tabereii	06.06 - 04.07.08	*31.7*	*5.6*
Lacul Morii	04.07 - 18.07.08	*25.5*	*20.0*
Drumul Tabereii	04.07 - 18.07.08	*39.1*	*6.0*
Lacul Morii	18.07 - 12.08.08	*23.1*	*34.6*
Drumul Tabereii	18.07 - 12.08.09	*11.2*	*4.5*

Result of Repeatability of NO2

Sample name	Area	Standard deviation σ	Detection Limit 3.3σ/傾き	Quantification Limit 10σ/傾き	CONC	Standard deviation σ	Detection Limit 3.3σ	Quantification Limit 10σ
		-	mg/L	mg/L	mg/L	-	mg/L	mg/L
1.0mg/l	4.981				1.06377			
1.0mg/l	5.014				1.06985			
1.0mg/l	4.977				1.06303			
1.0mg/l	4.976	0.017525	0.010667	0.032325	1.06284	0.0032325	0.010667	0.032325
1.0mg/l	5.006				1.06838			
1.0mg/l	4.973				1.06229			
1.0mg/l	4.969				1.06155			

Sample name	Area	CONC	Average	Standard deviation	degree freedom (n−1)	student t	s/√n	Low confidence limit No.1 x−t*s/√n	High confidence limit No.1 x+t*s/√n	Low confidence limit No.2 x−2s	High confidence limit No.2 x+2s
試料名	面積	濃度	平均	標準偏差	自由度 (n−1)	ｽﾁｭｰﾃﾞﾝﾄ t	s/√n	信頼限界 下限 No.1 x−t*s/√n	信頼限界 上限 No.1 x+t*s/√n	信頼限界 下限 No.2 x−2s	信頼限界 上限 No.2 x+2s
		mg/L	mg/L	−	n=7	95%	−	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
STD1 6.0mg/l	31.456	5.94701									
STD2 6.0mg/l	31.277	5.91400									
STD3 6.0mg/l	31.392	5.93521									
STD4 6.0mg/l	31.302	5.91861	5.932599	0.014441	6	2.44691	0.0054580	5.9271409	5.9380569	5.9711189	6.0288811
STD5 6.0mg/l	31.406	5.93779									
STD6 6.0mg/l	31.484	5.95218									
STD7 6.0mg/l	31.328	5.92340									

Rezultate analize statii de monitorizare Bucuresti (2007)

Statia	Nr.probei	Data expunerii	Data recoltarii	***Concentratia NO_2^- (ppm)***	***Concentratia SO_4^{2-} (ppm)***	***Concentratia NO_2 (µg/m³)***	***Concentratia SO_2 (µg/m³)***	Temperatura	***factor de corectie***	***factor de corectie***
測定局	No.	開始日	終了日	NO_2^-濃度 (ppm)	SO_4^{2-}濃度 (ppm)	NO_2濃度 (µg/m³)	SO_2濃度 (µg/m³)	温度	捕集係数 自動測定機 平均値との 比較 (NO_2) Auto/Passive	捕集係数 自動測定機 平均値との 比較 (SO_2) Auto/Passive
Drumul Taberei	1	27.02.2007	13.03.2007	3.12	1.46	***31.15***	***4.13***	6.7	1.80	3.89
	2	27.02.2007	13.03.2007	2.76	1.37	***27.52***	***3.91***		2.04	4.11
Lacul Morii	1	27.02.2007	13.03.2007	1.65	1.15	***16.68***	***3.25***	6.3	2.68	4.70
	2	27.02.2007	13.03.2007	2.30	1.28	***23.24***	***3.62***		1.92	4.22
Titan	1	27.02.2007	13.03.2007	2.43	2.01	***24.41***	***5.71***	6.4	2.01	2.07
	2	27.02.2007	13.03.2007	2.56	1.70	***25.72***	***4.82***		1.91	2.45
Universitate	1	27.02.2007	13.03.2007	3.98	1.33	***38.92***	***3.78***	7.5	3.09	2.57
	2	27.02.2007	13.03.2007	5.99	1.82	***58.58***	***5.17***		2.05	1.88
Drumul Taberei	1	13.03.2007	27.03.2007	2.18	1.71	***23.03***	***5.20***	9.0	2.44	2.26
	2	13.03.2007	27.03.2007	2.65	1.48	***28.12***	***4.50***		2.00	2.61
Lacul Morii	1	13.03.2007	27.03.2007	3.25	1.86	***32.85***	***5.66***	11.0	1.46	3.11
	2	13.03.2007	27.03.2007	2.92	1.88	***29.51***	***5.72***		1.63	3.08
Titan	1	13.03.2007	27.03.2007	2.27	1.66	***23.09***	***5.05***	10.6	2.17	2.00
	2	13.03.2007	27.03.2007	2.87	1.66	***29.19***	***5.05***		1.71	2.00
Universitate	1	13.03.2007	27.03.2007	7.53	1.56	***74.99***	***4.74***	11.6	1.77	2.37
	2	13.03.2007	27.03.2007	8.21	1.58	***81.76***	***4.81***		1.62	2.34
Drumul Taberei	1	27.03.2007	11.04.2007	2.39	0.77	***22.57***	***2.34***	11.25	2.58	5.13
	2	27.03.2007	11.04.2007	2.27	0.89	***21.43***	***2.70***		2.71	4.44
Lacul Morii	1	27.03.2007	11.04.2007	1.91	0.97	***18.41***	***2.95***	12.2	2.11	13.1
	2	27.03.2007	11.04.2007	1.86	0.86	***17.92***	***2.61***		2.17	14.8
Titan	1	27.03.2007	11.04.2007	1.49	0.96	***13.77***	***2.92***	10.67	3.44	2.97
	2	27.03.2007	11.04.2007	2.27	1.23	***21.12***	***3.74***		2.24	2.32
Universitate	1	27.03.2007	11.04.2007	5.81	1.06	***57.16***	***3.22***	12.6	-	2.26
	2	27.03.2007	11.04.2007	***p.p***	***p.p***	***p.p***	***p.p***		-	-
Drumul Taberei	1	11.04.2007	25.04.2007	2.36	0.54	***23.02***	***1.64***	12.75	1.86	7.42
	2	11.04.2007	25.04.2007	2.37	0.66	***23.12***	***2.00***		1.85	6.09
Lacul Morii	1	11.04.2007	25.04.2007	1.57	0.58	***15.21***	***1.77***	12.70	2.13	5.65
	2	11.04.2007	25.04.2007	?	?	***?***	***?***		-	-
Titan	1	11.04.2007	25.04.2007	1.19	0.55	***11.51***	***1.67***	12.75	2.74	3.40
	2	11.04.2007	25.04.2007	1.02	0.48	***10.15***	***1.46***		3.11	3.88
Universitate	1	11.04.2007	25.04.2007	7.72	0.66	***74.50***	***2.00***	12.85	-	-
	2	11.04.2007	25.04.2007	6.46	0.75	***62.34***	***2.28***		-	-
Drumul Taberei	1	25.04.2007	10.05.2007	3.22	0.62	***27.11***	***1.76***	15.62	2.10	5.68
	2	25.04.2007	10.05.2007	2.71	0.66	***22.81***	***1.87***		2.50	5.35
Lacul Morii	1	25.04.2007	10.05.2007	?	?	***?***	***?***	15.0	-	-
	2	25.04.2007	10.05.2007	3.22	1.91	***27.52***	***5.42***		1.41	1.97
Titan	1	25.04.2007	10.05.2007	1.96	0.76	***16.62***	***2.15***	15.31	2.41	3.07
	2	25.04.2007	10.05.2007	1.30	0.88	***11.02***	***2.50***		3.63	2.64
Universitate	1	25.04.2007	10.05.2007	7.11	0.97	***59.13***	***2.75***	16.13	0.86	1.80
	2	25.04.2007	10.05.2007	9.99	0.90	***83.08***	***2.55***		0.61	1.95

Rezultate analize statii automate (2007)

Statia	Perioada	Concentratia NO_2 (µg/m³)	Concentratia SO_2 (µg/m³)
測定局	期間	NO_2 濃度(µg/m³)	SO_2濃度 (µg/m³)
Drumul Taberei	27.02-13.03	*56.21*	*16.07*
Lacul Morii		*44.64*	*15.28*
Titan		*49.10*	*11.80*
Universitate		*120.17*	*9.70*
Drumul Taberei	13.03-27.03	*56.25*	*11.75*
Lacul Morii		*48.13*	*17.62*
Titan		*50.06*	*10.12*
Universitate		*132.60*	*11.25*
Drumul Taberei	27.03-11.04	*58.16*	*12.00*
Lacul Morii		*38.90*	*38.50*
Titan		*47.36*	*8.67*
Universitate		*nu exista date validate*	*7.27*
Drumul Taberei	11.04-25.04	*42.80*	*12.17*
Lacul Morii		*32.41*	*10.00*
Titan		*31.58*	*5.67*
Universitate		*nu exista date validate*	*nu exista date validate*
Drumul Taberei	25.04-10.04	*57*	*10*
Lacul Morii		*38.93*	*10.66*
Titan		*40.0*	*6.6*
Universitate		*50.78*	*4.96*

6.8. Example of
Air Quality Monitoring Data of Romania

ルーマニアの大気モニタリングデータの例

Table 1 Outline of the received air pollution monitoring data of Romania

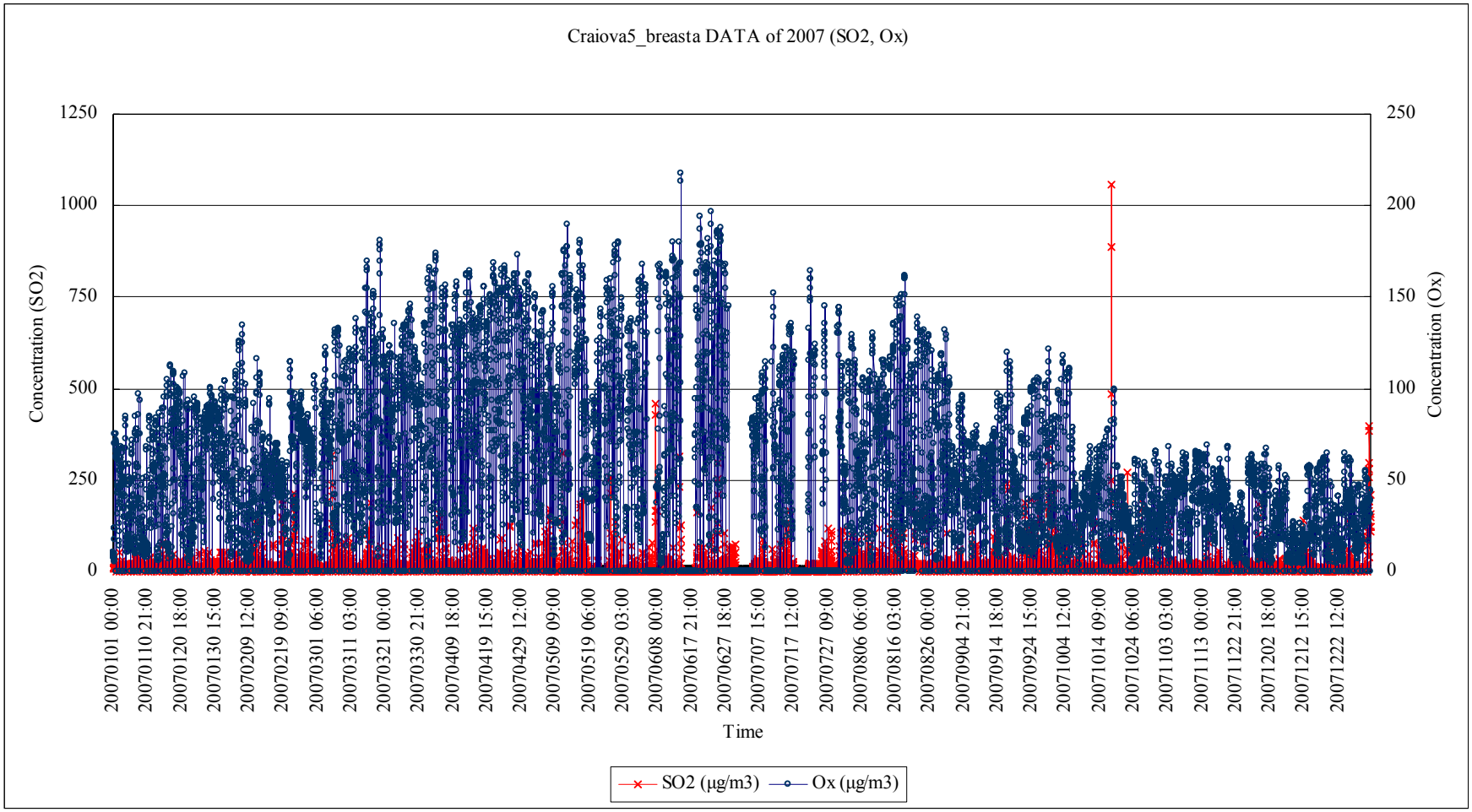
Station local code	Station name	SO2	PM10	NO	NO2	NOx	CO	Ozon
BUC - B1	ARPM	○			○	○		○
BUC - B2	Titan	○			○	○	○	○
BUC - B3	Mihai Bravu	○			○	○	○	○
BUC - B4	Berceni	○			○	○	○	○
BUC - B5	Drumul Taberei	○			○	○	○	○
BUC - B6	Cercul Militar	○			○	○	○	○
BUC - B7	Magurele	○			○	○		○
CLU1	Cluj1_aurel_vlaicu	○	○		○	○	○	
CLU2	Cluj2_lic_balcescu	○			○	○		
CLU3	Cluj3_grigorescu	○			○	○	○	○
CLU4	Cluj4_dambovitei	○	○		○	○		○
CLU5	Cluj5_dej	○			○	○	○	○
CRA1	Craiova1-calea Bucuresti	○	○		○	○	○	
CRA2	Craiova2_primarie	○			○	○	○	
CRA3	Craiova3_billa	○	○		○	○		○
CRA4	Craiova4_isalnita	○			○	○		○
CRA5	Craiova5_breasta	○	○		○	○	○	○
IAS1	Iasi1_pod_de_piatra	○	○		○	○	○	
IAS2	Iasi2_decebal	○			○	○		
IAS3	Iasi3_oancea	○	○		○	○		○
IAS4	Iasi4_copou	○			○	○	○	○
IAS5	Iasi5_tomesti	○			○	○	○	○

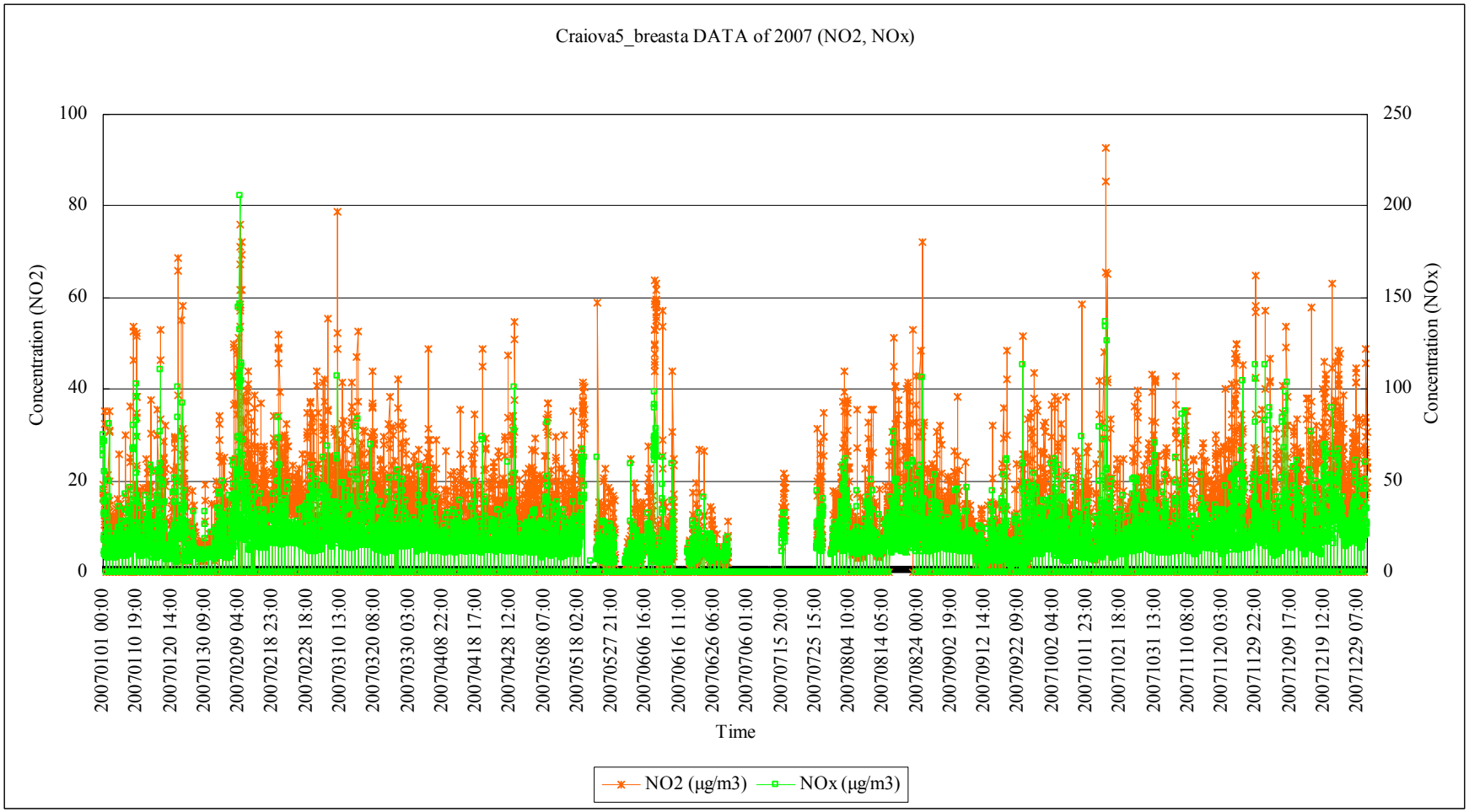
Table 2 Outline of the received meteorology data of Romania

Station local code	WD	WS	HUM	TEM P1	TEM P2	SR	Press	Delta T (10-2) (° C)	Delta RH (%)	Rain
BUC - B1	○	○	○	○	○	○	○	○		
BUC - B2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
BUC - B3										
BUC - B4	○	○	○	○	○	○	○	○		
BUC - B5	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
BUC - B6	○	○	○	○	○	○	○	○	○	
BUC - B7	○	○	○	○	○	○	○	○		
BUC - B8	○	○	○	○	○	○	○	○		
CLU1										
CLU2	○	○	○		○	○	○			○
CLU3										
CLU4										
CLU5										
CRA1										
CRA2	○	○	○		○	○	○			○
CRA3										
CRA4	○	○	○		○	○	○			
CRA5										
IAS1										
IAS2	○	○	○		○	○	○			
IAS3										
IAS4	○	○	○		○		○			
IAS5										

COMPONENT sulphur dioxide (air)	hour		COMPONENT nitrogen dioxide (air)	hour		COMPONENT Nitrogen oxides (air)	hour	
STATION CLU5			STATION CLU5			STATION CLU5		
20070101 00:00	7.7	1	20070101 00:00	33	1	20070101 00:00	46.2	1
20070101 01:00	6.7	1	20070101 01:00	32	1	20070101 01:00	43.4	1
20070101 02:00	7.2	1	20070101 02:00	36.9	1	20070101 02:00	53.8	1
20070101 03:00	7.3	1	20070101 03:00	32.9	1	20070101 03:00	48.9	1
20070101 04:00	7.2	1	20070101 04:00	28.2	1	20070101 04:00	40	1
20070101 05:00	7.1	1	20070101 05:00	23.1	1	20070101 05:00	32.2	1
20070101 06:00	7.2	1	20070101 06:00	22.3	1	20070101 06:00	30.7	1
20070101 07:00	8.1	1	20070101 07:00	25.8	1	20070101 07:00	38.9	1
20070101 08:00	7.9	1	20070101 08:00	23.8	1	20070101 08:00	37.3	1
20070101 09:00	7.7	1	20070101 09:00	26.7	1	20070101 09:00	45.8	1
20070101 10:00	8.4	1	20070101 10:00	33.1	1	20070101 10:00	57.1	1
20070101 11:00	8.5	1	20070101 11:00	27.5	1	20070101 11:00	49.3	1
20070101 12:00	9.3	1	20070101 12:00	21.9	1	20070101 12:00	39.1	1
20070101 13:00	9.8	1	20070101 13:00	28.6	1	20070101 13:00	44.9	1
20070101 14:00	9.7	1	20070101 14:00	26.3	1	20070101 14:00	37.9	1
20070101 15:00	8.8	1	20070101 15:00	28.2	1	20070101 15:00	40.1	1
20070101 16:00	8.6	1	20070101 16:00	27.8	1	20070101 16:00	38.6	1
20070101 17:00	9	1	20070101 17:00	28.7	1	20070101 17:00	42.1	1
20070101 18:00	8.9	1	20070101 18:00	-999	0	20070101 18:00	-999	0
20070101 19:00	8.9	1	20070101 19:00	30.1	1	20070101 19:00	40.9	1
20070101 20:00	-999	0	20070101 20:00	31.6	1	20070101 20:00	46.8	1
20070101 21:00	9.2	1	20070101 21:00	29.1	1	20070101 21:00	41.9	1
20070101 22:00	9	1	20070101 22:00	30	1	20070101 22:00	43.5	1
20070101 23:00	8.8	1	20070101 23:00	38.5	1	20070101 23:00	60.5	1
20070102 00:00	8.2	1	20070102 00:00	35.9	1	20070102 00:00	55.6	1
20070102 01:00	8.3	1	20070102 01:00	31.8	1	20070102 01:00	49.5	1
20070102 02:00	7.8	1	20070102 02:00	27.4	1	20070102 02:00	41.4	1
20070102 03:00	7.8	1	20070102 03:00	32.8	1	20070102 03:00	55.2	1
20070102 04:00	7.7	1	20070102 04:00	32.3	1	20070102 04:00	53.2	1
20070102 05:00	7.5	1	20070102 05:00	34.1	1	20070102 05:00	64.4	1
20070102 06:00	8.1	1	20070102 06:00	34.2	1	20070102 06:00	78.5	1
20070102 07:00	7.7	1	20070102 07:00	24	1	20070102 07:00	45.3	1
20070102 08:00	7.5	1	20070102 08:00	23.3	1	20070102 08:00	38.8	1
20070102 09:00	8.4	1	20070102 09:00	35.2	1	20070102 09:00	77	1
20070102 10:00	8.6	1	20070102 10:00	31.9	1	20070102 10:00	83.9	1
20070102 11:00	10.1	1	20070102 11:00	51.2	1	20070102 11:00	145.7	1
20070102 12:00	8.8	1	20070102 12:00	39.9	1	20070102 12:00	89.6	1

COMPONENT Ozone (air)	hour		COMPONENT carbon monoxide (air)	hour		COMPONENT Benzene (air)	hour	
STATION CLU5			STATION CLU5			STATION CLU5		
20070101 00:00	15.1	1	20070101 00:00	1.15	1	20070101 00:00	5.2	1
20070101 01:00	14.8	1	20070101 01:00	0.51	1	20070101 01:00	4.5	1
20070101 02:00	8.4	1	20070101 02:00	0.66	1	20070101 02:00	4.6	1
20070101 03:00	8.1	1	20070101 03:00	0.85	1	20070101 03:00	5.7	1
20070101 04:00	11.3	1	20070101 04:00	0.45	1	20070101 04:00	5.6	1
20070101 05:00	16.9	1	20070101 05:00	0.29	1	20070101 05:00	4.6	1
20070101 06:00	18.4	1	20070101 06:00	0.29	1	20070101 06:00	4	1
20070101 07:00	11.7	1	20070101 07:00	0.44	1	20070101 07:00	4.1	1
20070101 08:00	9.4	1	20070101 08:00	0.46	1	20070101 08:00	5	1
20070101 09:00	8.2	1	20070101 09:00	0.59	1	20070101 09:00	4.4	1
20070101 10:00	9.3	1	20070101 10:00	0.53	1	20070101 10:00	4.2	1
20070101 11:00	11.6	1	20070101 11:00	0.66	1	20070101 11:00	5	1
20070101 12:00	20.2	1	20070101 12:00	0.57	1	20070101 12:00	5.4	1
20070101 13:00	17.5	1	20070101 13:00	0.62	1	20070101 13:00	6.9	1
20070101 14:00	19.3	1	20070101 14:00	0.52	1	20070101 14:00	5.3	1
20070101 15:00	16.4	1	20070101 15:00	0.59	1	20070101 15:00	4.9	1
20070101 16:00	14.4	1	20070101 16:00	0.64	1	20070101 16:00	5.5	1
20070101 17:00	13.4	1	20070101 17:00	0.74	1	20070101 17:00	5.8	1
20070101 18:00	10.7	1	20070101 18:00	0.88	1	20070101 18:00	5.9	1
20070101 19:00	10.4	1	20070101 19:00	0.86	1	20070101 19:00	6.5	1
20070101 20:00	-999	0	20070101 20:00	0.86	1	20070101 20:00	6.3	1
20070101 21:00	10.5	1	20070101 21:00	0.77	1	20070101 21:00	6.9	1
20070101 22:00	10.8	1	20070101 22:00	0.77	1	20070101 22:00	5.9	1
20070101 23:00	6.4	1	20070101 23:00	1.08	1	20070101 23:00	5.8	1
20070102 00:00	3	1	20070102 00:00	0.85	1	20070102 00:00	6.6	1
20070102 01:00	3.9	1	20070102 01:00	0.74	1	20070102 01:00	6.4	1
20070102 02:00	5.1	1	20070102 02:00	0.59	1	20070102 02:00	5.7	1
20070102 03:00	3.1	1	20070102 03:00	0.81	1	20070102 03:00	5.4	1
20070102 04:00	2.3	1	20070102 04:00	0.82	1	20070102 04:00	5.8	1
20070102 05:00	2.8	1	20070102 05:00	0.68	1	20070102 05:00	5.6	1
20070102 06:00	2.8	1	20070102 06:00	1	1	20070102 06:00	5.5	1
20070102 07:00	3.5	1	20070102 07:00	0.65	1	20070102 07:00	6.1	1
20070102 08:00	5.1	1	20070102 08:00	0.74	1	20070102 08:00	5.6	1
20070102 09:00	6.4	1	20070102 09:00	1.49	1	20070102 09:00	5.8	1
20070102 10:00	4.7	1	20070102 10:00	1.88	1	20070102 10:00	10.2	1
20070102 11:00	5.8	1	20070102 11:00	2.17	1	20070102 11:00	9.1	1
20070102 12:00	8	1	20070102 12:00	1.89	1	20070102 12:00	11.2	1


Craiova5_breasta DATA of 2007 (SO2, Ox)
Concentration (SO2)
Concentration (Ox)
1250
1000
750
500
250
0
250
200
150
100
50
0
20070101 00:00
20070110 21:00
20070120 18:00
20070130 15:00
20070209 12:00
20070219 09:00
20070301 06:00
20070311 03:00
20070321 00:00
20070330 21:00
20070409 18:00
20070419 15:00
20070429 12:00
20070509 09:00
20070519 06:00
20070529 03:00
20070608 00:00
20070617 21:00
20070627 18:00
20070707 15:00
20070717 12:00
20070727 09:00
20070806 06:00
20070816 03:00
20070826 00:00
20070904 21:00
20070914 18:00
20070924 15:00
20071004 12:00
20071014 09:00
20071024 06:00
20071103 03:00
20071113 00:00
20071122 21:00
20071202 18:00
20071212 15:00
20071222 12:00
Time
SO2 (µg/m3)
Ox (µg/m3)


Craiova5_breasta DATA of 2007 (NO2, NOx)
Concentration (NO2)
Concentration (NOx)
100
80
60
40
20
0
250
200
150
100
50
0
20070101 00:00
20070110 19:00
20070120 14:00
20070130 09:00
20070209 04:00
20070218 23:00
20070228 18:00
20070310 13:00
20070320 08:00
20070330 03:00
20070408 22:00
20070418 17:00
20070428 12:00
20070508 07:00
20070518 02:00
20070527 21:00
20070606 16:00
20070616 11:00
20070626 06:00
20070706 01:00
20070715 20:00
20070725 15:00
20070804 10:00
20070814 05:00
20070824 00:00
20070902 19:00
20070912 14:00
20070922 09:00
20071002 04:00
20071011 23:00
20071021 18:00
20071031 13:00
20071110 08:00
20071120 03:00
20071129 22:00
20071209 17:00
20071219 12:00
20071229 07:00
Time
NO2 (µg/m3)
NOx (µg/m3)

6.9. Form from Romania to the EU

ルーマニアから EU への報告様式

Reporting Questionnaire
on
Council Directive 96/62/EC on ambient air quality assessment and management and Council Directive 1999/30/EC relating to limit values for sulphur dioxide, nitrogen dioxide and oxides of nitrogen, particulate matter and lead in ambient air as well as Directives 2000/69/EC relating to limit values for benzene and carbon monoxide in ambient air and 2002/3/EC relating to ozone in ambient air of the European Parliament and the Council

MEMBER STATE:	ROMANIA
CONTACT ADDRESS:	Ministry of Environment and Sustainable Development Bulevardul Libertatii 12, Sector 5, Romania Telefon/Fax:+40213160531
REFERENCE YEAR:	2007
COMPILATION DATE:	

Form 1 Contact body and address	
Name of the contact body	National Environmental Protection Agency
Postal address	294 Splaiul Independentei, sector 6, 060031 Bucharest, Romania
Name of contact person	Corina Cristea
Telephone of contact person	+40212071119
Fax of contact person	+40212071103
Email address of contact person	corina.cristea@anpm.ro
Comments for clarification if needed	

Form 2 Delimitation of zones and agglomerations (96/62/EC Articles 5 and 11(1b))

	Zones																							
Full zone name	Iasi	Craiova	Cluj	Bucuresti	*Braila*	*Constanta*	*Galati*	*Ploiesti*	*Pitesti*	*Timisoara*	*Baia Mare*	*Brasov*	*Nord_Est*	*Sud_Est*	*Sud*	*Sud_Vest*	*Vest*	*Nord_Vest*	*Centru*	*Ilfov*	*copsa mica-medias*				
Zone code	RO0101	RO0401	RO0601	RO0801	*RO0201*	*RO0202*	*RO0203*	*RO0302*	*RO0301*	*RO0501*	*RO0602*	*RO0701*	*RO0199*	*RO0299*	*RO0399*	*RO0499*	*RO0599*	*RO0699*	*RO0799*	*RO0899*	*RO0798*				
Pollutant(s); possibly separate protection targets; to which the zone applies	SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO;ozone	SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO;ozone	SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO;ozone	SO2;NO2;PM10;PM2.5;Pb;CO;ozone	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*SO2;NO2;PM10;Pb;benzene;CO*	*Pb; PM10; SO2*				
Type (ag/nonag)	ag	ag	ag	ag	*ag*	*ag*	*ag*	*ag*	*ag*	*ag*	*ag*	*ag*	*nonag*	*nonag*	*nonag*	*nonag*	*nonag*	*nonag*	*nonag*	*nonag*	*nonag*				
Area (km ^{2})	437	112	612	679	426	318	440	299	625	649	595	327	36842	34576	33198	29214	31385	33566	33371	1470	387				
Population	389427	313021	362182	2206574	251519	443378	329062	299800	246013	366241	185141	356972	3345119	1822420	2796229	1993429	1564217	2190077	2173514	144380	69816				
Border coordinate pairs																									
Border coordinate pairs																									
Border coordinate pairs																									
…																									
…																									
…																									

Form 3 Stations and measuring methods used for assessment under 1999/30/EC (Annex IX) and 2000/69/EC (Annex VII)

EoI station code	*Local station code*	*Zone code(s)*	*Use for Directive*						Use for Directive / Measuring method code for PM_{10} and $PM_{2,5}$		*Correction factor or equation used*		*Function of station*	
			SO_2	*NO_2*	*NO_x*	*Lead*	*Benzene*	*CO*	PM_{10}	$PM_{2,5}$	*PM_{10}*	*$PM_{2,5}$*		
RO0065A	BUC - B1	RO0801	y	y		y			M2				H	ARPM
RO0066A	BUC - B2	RO0801	y	y		y		y	M2				H	Titan
RO0067A	BUC - B3	RO0801	y	y		y		y	M2				H	Mihai
RO0068A	BUC - B4	RO0801	y	y		y		y	M2				H	Berceni
RO0069A	BUC - B5	RO0801	y	y		y		y	M2				H	Drumul
RO0070A	BUC - B6	RO0801	y	y		y		y	M2	M2			H	Cercul
RO0071A	BUC - B7	RO0801	y	y		y		y	M2				H	Magurele
RO0072A	BUC - B8	RO0801	y	y	y	y		y	M2				HEV	Balotesti
RO0074A	CLU2	RO0601	y	y		y	y		M2				H	Cluj2_lic_
RO0075A	CLU3	RO0601	y	y		y			M2				H	Cluj3_grig
RO0076A	CLU4	RO0601		y									H	Cluj4_da
RO0077A	CLU5	RO0601	y	y		y	y	y	M2				H	Cluj5_dej
RO0078A	CRA1	RO0401	y	y		y	y	y	M2				H	Craiova1-
RO0079A	CRA2	RO0401	y	y		y	y	y	M2				H	Craiova2_
RO0080A	CRA3	RO0401	y			y			M2				H	Craiova3_
RO0081A	CRA4	RO0401	y	y									H	Craiova4_i
RO0082A	CRA5	RO0401	y	y		y			M2				H	Craiova5_
RO0083A	IAS1	RO0101	y	y		y	y	y	M2				H	Iasi1_pod
RO0084A	IAS2	RO0101	y	y		y	y		M2				H	Iasi2_dec
RO0085A	IAS3	RO0101	y	y									H	Iasi3_oan
RO0086A	IAS4	RO0101	y	y		y		y	M2				H	Iasi4_cop
RO0087A	IAS5	RO0101	y			y		y	M2				H	Iasi5_tom

Form 4 Stations used for assessment of ozone, including nitrogen dioxide and nitrogen oxides in relation to ozone (2002/3/EC Annex III, IV, VI)							
EoI station code	*Local station code*	*Zone code*	Type of station	*Use in relation to Directive 2002/3/EC*			
				O_3	NO_2	NO_x	
RO0065A	BUC - B1	RO0801	U	y	y		ARPM
RO0066A	BUC - B2	RO0801	U	y	y		Titan
RO0067A	BUC - B3	RO0801	U	y	y		Mihai
RO0068A	BUC - B4	RO0801	U	y	y		Berceni
RO0069A	BUC - B5	RO0801	U	y	y		Drumul
RO0070A	BUC - B6	RO0801	U	y	y		Cercul
RO0071A	BUC - B7	RO0801	S	y	y		Magurele
RO0072A	BUC - B8	RO0801	R	y	y	y	Balotesti
RO0076A	CLU4	RO0601	U	y	y		Cluj4_da
RO0077A	CLU5	RO0601	U	y	y		Cluj5_dej
RO0080A	CRA3	RO0401	U	y			Craiova3_
RO0081A	CRA4	RO0401	S	y	y		Craiova4_i
RO0082A	CRA5	RO0401	S	y	y		Craiova5_
RO0085A	IAS3	RO0101	U	y	y		Iasi3_oanc
RO0086A	IAS4	RO0101	R	y	y		Iasi4_cop
RO0087A	IAS5	RO0101	S	y			Iasi5_tom

Form 5 Stations and measurement methods used for the assessment of recommended volatile organic compounds (2002/3/EC Annex VI)

	Stations									
EoI station code	RO0077A									
Local station code	*CLU5*									
Zone code applying to ozone										
Ethane										
Ethylene										
Acetylene										
Propane										
Propene										
n-Butane										
i-Butane										
1-Butene										
trans-2-Butene										
cis-2-Butene										
1.3-Butadiene										
n-Pentane										
i-Pentane										
1-Pentene										
2-Pentene										
Isoprene										
n-Hexane										
i-Hexane										
n-Heptane										
n-Octane										
i-Octane										
Benzene	M13									
Toluene										
Ethyl benzene										
m+p-Xylene										
o-Xylene										
1,2,4-Trimeth.benzene										
1,2,3-Trimeth.benzene										
1,3,5-Trimeth.benzene										
Formaldehyde										
Total non-methane hydrocarbons										

Form 6 Stations and measurement methods used for the assessment of other ozone precursor substances (2002/3/EC Annex VI)

	Stations										
EoI station code											
Local station code											
Zone code applying to ozone											

Form 7 Methods used to sample and measure PM_{10}, $PM_{2,5}$ and ozone precursor substances: optional additional codes to be defined by the Member State (1999/30/EC Annex IX and 2002/3/EC Annex VI)

Method code	*Description*
M13	Individual VOC: automated sampling and online analysis;GC/PID detection

Form 8 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed limit values (LV) or limit values plus margin of tolerance (LV + MOT) (96/62/EC Articles 8, 9 and 11, 1999/30/EC Annexes I, II, III and IV, 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 8a List of zones in relation to limit value exceedences for SO_2

Zone code	LV for health (1hr mean)			LV for health (24hr mean)		LV for ecosystems (annual mean)		LV for ecosystems (winter mean)		
	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	>LV	≤LV	>LV	≤LV	>LV	≤LV	
RO0101			y		y		n		n	Iasi
RO0401			y		y		n		n	Craiova
RO0601			y		y		n		n	Cluj
RO0801			y		y		y		y	Bucuresti

Form 8 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed limit values (LV) or limit values plus margin of tolerance (LV + MOT) (96/62/EC Articles 8, 9 and 11, 1999/30/EC Annexes I, II, III and IV, 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 8b List of zones in relation to limit value exceedences for NO2/NOx

Zone code	LV for health (1hr mean)			LV for health (annual mean)			LV for vegetation		
	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	>LV	≤LV	
RO0101			y			y		n	Iasi
RO0401			y			y		n	Craiova
RO0601			y		y			n	Cluj
RO0801	y			y				y	Bucuresti

Form 8 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed limit values (LV) or limit values plus margin of tolerance (LV + MOT) (96/62/EC Articles 8, 9 and 11, 1999/30/EC Annexes I, II, III and IV, 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 8c List of zones in relation to limit value exceedences for PM_{10}

Zone code	LV (24hr mean) Stage 1			LV (annual mean) Stage 1			LV (24hr mean) Stage 2		LV (annual mean) Stage 2			
	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	>LV	≤LV	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	
RO0101	y			y			y		y			Iasi
RO0401	y			y			y		y			Craiova
RO0601	y			y			y		y			Cluj
RO0801	y			y			y		y			Bucuresti

Form 8 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed limit values (LV) or limit values plus margin of tolerance (LV + MOT) (96/62/EC Articles 8, 9 and 11, 1999/30/EC Annexes I, II, III and IV, 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 8d List of zones in relation to limit value exceedences for lead

Zone code	LV				
	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	SS	
RO0101			y		Iasi
RO0401			y		Craiova
RO0601			y		Cluj
RO0801			y		Bucuresti

Form 8 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed limit values (LV) or limit values plus margin of tolerance (LV + MOT) (96/62/EC Articles 8, 9 and 11, 1999/30/EC Annexes I, II, III and IV, 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 8e List of zones in relation to limit value exceedences for benzene

Zone code	LV				
	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	Art 3(2)	
RO0101			y		Iasi
RO0401			y		Craiova
RO0601			y		Cluj

Form 8 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed limit values (LV) or limit values plus margin of tolerance (LV + MOT) (96/62/EC Articles 8, 9 and 11, 1999/30/EC Annexes I, II, III and IV, 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 8f List of zones in relation to limit value for carbon monoxide

Zone code	LV			
	>LV + MOT	≤LV + MOT; >LV	≤LV	
RO0101			y	Iasi
RO0401			y	Craiova
RO0601			y	Cluj
RO0801	y			Bucuresti

Form 9 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed target values or long term objectives for ozone (2002/3/EC, Annex I)

Zone code	Thresholds for health			Thresholds for vegetation			
	>TV	≤TV; >LTO	≤LTO	>TV	≤TV; >LTO	≤LTO	
RO0101	y					n	Iasi
RO0401	y					n	Craiova
RO0601	y					n	Cluj
RO0801	y			y			Bucuresti

Form 10 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed upper assessment thresholds (UAT) or lower assessment thresholds (LAT), including information on the application of supplementary assessment methods (96/62/EC Article 6, 1999/30/EC Article 7(3) and Annex V, 2000/69/EC Article 5(3) and Annex III, 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII)

- Form 10a List of zones in relation to assessment threshold exceedences and supplementary assessment for SO_2

Zone code	*UAT and LAT related to health LV (24hr mean)*			*UAT and LAT related to ecosystems LV (winter mean)*			*SA*	
	>UAT	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*	*>UAT*	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*		
RO0101			*y*			*n*		*Iasi*
RO0401	*y*					*n*		*Craiova*
RO0601			*y*			*n*		*Cluj*
RO0801		*y*			*y*			*Bucuresti*
RO0201	*y*							*Braila*
RO0202	*y*							*Constanta*
RO0203	*y*							*Galati*
RO0302	*y*							*Ploiesti*
RO0301	*y*							*Pitesti*
RO0501		*y*						*Timisoara*
RO0602	*y*							*Baia Mare*
RO0701	*y*							*Brasov*
RO0199		*y*						*Nord_Est*
RO0299	*y*							*Sud_Est*
RO0399	*y*							*Sud*
RO0499	*y*							*Sud_Vest*
RO0599	*y*							*Vest*
RO0699	*y*							*Nord_Vest*
RO0799	*y*							*Centru*
RO0899		*y*						*Ilfov*
RO0798	*y*							*copsa mica-medias*

Form 10 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed upper assessment thresholds (UAT) or lower assessment thresholds (LAT), including information on the application of supplementary assessment methods (96/62/EC Article 6, 1999/30/EC Article 7(3) and Annex V, 2000/69/EC Article 5(3) and Annex III, 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII)

- Form 10b List of zones in relation to assessment threshold exceedences and supplementary assessment for NO_2/NO_x

Zone code	*UAT and LAT related to health LV (1hr mean)*			*UAT and LAT related to health LV (annual mean)*			*UAT and LAT related to vegetation LV*			*SA*	
	>UAT	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*	*>UAT*	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*	*>UAT*	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*		
RO0101			*y*		*y*				*n*		*Iasi*
RO0401		*y*		*y*					*n*		*Craiova*
RO0601	*y*			*y*					*n*		*Cluj*
RO0801	*y*			*y*					*y*		*Bucuresti*
RO0201		*y*									*Braila*
RO0202	*y*										*Constant*
RO0203	*y*										*Galati*
RO0302	*y*										*Ploiesti*
RO0301	*y*										*Pitesti*
RO0501			*y*								*Timisoara*
RO0602			*y*								*Baia Mare*
RO0701	*y*										*Brasov*
RO0199			*y*								*Nord_Est*
RO0299	*y*										*Sud_Est*
RO0399	*y*										*Sud*
RO0499	*y*										*Sud_Vest*
RO0599		*y*									*Vest*
RO0699			*y*								*Nord_Ves*
RO0799	*y*										*Centru*
RO0899	*y*										*Ilfov*

Form 10 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed upper assessment thresholds (UAT) or lower assessment thresholds (LAT), including information on the application of supplementary assessment methods (96/62/EC Article 6, 1999/30/EC Article 7(3) and Annex V, 2000/69/EC Article 5(3) and Annex III, 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII)

- Form 10c List of zones in relation to assessment threshold exceedences and supplementary assessment for PM10

Zone code	*UAT and LAT (24hr mean)*			*UAT and LAT (annual mean)*			*SA*	
	>UAT	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*	*>UAT*	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*		
RO0101	*y*			*y*				*Iasi*
RO0401	*y*			*y*				*Craiova*
RO0601	*y*			*y*				*Cluj*
RO0801	*y*			*y*				*Bucuresti*
RO0201	*y*							*Braila*
RO0202	*y*							*Constanta*
RO0203	*y*							*Galati*
RO0302	*y*							*Ploiesti*
RO0301	*y*							*Pitesti*
RO0501	*y*							*Timisoara*
RO0602	*y*							*Baia Mare*
RO0701	*y*							*Brasov*
RO0199	*y*							*Nord_Est*
RO0299	*y*							*Sud_Est*
RO0399	*y*							*Sud*
RO0499	*y*							*Sud_Vest*
RO0599	*y*							*Vest*
RO0699	*y*							*Nord_Vest*
RO0799	*y*							*Centru*
RO0899	*y*							*Ilfov*
RO0798	*y*							*copsa mica-*

Form 10 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed upper assessment thresholds (UAT) or lower assessment thresholds (LAT), including information on the application of supplementary assessment methods (96/62/EC Article 6, 1999/30/EC Article 7(3) and Annex V, 2000/69/EC Article 5(3) and Annex III, 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII)

- Form 10d List of zones in relation to assessment threshold exceedences and supplementary assessment for lead

Zone code	*UAT and LAT*			*SA*	
	>UAT	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*		
RO0101			*y*		*Iasi*
RO0401			*y*		*Craiova*
RO0601			*y*		*Cluj*
RO0801			*y*		*Bucuresti*
RO0201			*y*		*Braila*
RO0202			*y*		*Constanta*
RO0203	*y*				*Galati*
RO0302			*y*		*Ploiesti*
RO0301			*y*		*Pitesti*
RO0501			*y*		*Timisoara*
RO0602	*y*				*Baia Mare*
RO0701			*y*		*Brasov*
RO0199			*y*		*Nord_Est*
RO0299			*y*		*Sud_Est*
RO0399			*y*		*Sud*
RO0499			*y*		*Sud_Vest*
RO0599			*y*		*Vest*
RO0699			*y*		*Nord_Vest*
RO0799					*Centru*
RO0899			*y*		*Ilfov*
RO0798	*y*				*copsa mica-*

Form 10 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed upper assessment thresholds (UAT) or lower assessment thresholds (LAT), including information on the application of supplementary assessment methods (96/62/EC Article 6, 1999/30/EC Article 7(3) and Annex V, 2000/69/EC Article 5(3) and Annex III, 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII)

- Form 10e List of zones in relation to assessment threshold exceedences and supplementary assessment for benzene

Zone code	*UAT and LAT*			*SA*	
	>UAT	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*		
RO0101	*y*				
RO0401	*y*				
RO0601	*y*				
RO0201			*y*		*Braila*
RO0202			*y*		*Constanta*
RO0203			*y*		*Galati*
RO0302			*y*		*Ploiesti*
RO0301			*y*		*Pitesti*
RO0501			*y*		*Timisoara*
RO0602			*y*		*Baia Mare*
RO0701			*y*		*Brasov*
RO0199			*y*		*Nord_Est*
RO0299			*y*		*Sud_Est*
RO0399			*y*		*Sud*
RO0499			*y*		*Sud_Vest*
RO0599			*y*		*Vest*
RO0699			*y*		*Nord_Vest*
RO0799			*y*		*Centru*
RO0899			*y*		*Ilfov*

Form 10 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed upper assessment thresholds (UAT) or lower assessment thresholds (LAT), including information on the application of supplementary assessment methods (96/62/EC Article 6, 1999/30/EC Article 7(3) and Annex V, 2000/69/EC Article 5(3) and Annex III, 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII)

- Form 10f List of zones in relation to assessment threshold exceedences and supplementary assessment for carbon monoxide

Zone code	*UAT and LAT*			*SA*	
	>UAT	*≤UAT; >LAT*	*≤LAT*		
RO0101			*y*		*Iasi*
RO0401	*y*				*Craiova*
RO0601			*y*		*Cluj*
RO0801	*y*				*Bucuresti*
RO0801		*y*			*Bucuresti*
RO0201			*y*		*Braila*
RO0202			*y*		*Constanta*
RO0203			*y*		*Galati*
RO0302			*y*		*Ploiesti*
RO0301			*y*		*Pitesti*
RO0501			*y*		*Timisoara*
RO0602			*y*		*Baia Mare*
RO0701			*y*		*Brasov*
RO0199			*y*		*Nord_Est*
RO0299			*y*		*Sud_Est*
RO0399			*y*		*Sud*
RO0499			*y*		*Sud_Vest*
RO0599			*y*		*Vest*
RO0699			*y*		*Nord_Ves*
RO0799			*y*		*Centru*
RO0899			*y*		*Ilfov*

Form 10 List of zones and agglomerations where levels exceed or do not exceed upper assessment thresholds (UAT) or lower assessment thresholds (LAT), including information on the application of supplementary assessment methods (96/62/EC Article 6, 1999/30/EC Article 7(3) and Annex V, 2000/69/EC Article 5(3) and Annex III, 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII)

- Form 10g List of zones in relation to supplementary assessment for ozone

Zone code	*SA*

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11a Exceedence of SO_2 limit value plus MOT for health (1hr mean)

Zone code	*EoI station code*	Month	Day of month	Hour	Level (µg/m^3)	Reason code(s)
no exceedence						

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11b Exceedence of SO_2 limit value for health (24hr mean)

Zone code	*EoI station code*	Month	Day of month	Level ($\mu g/m^3$)	Reason code(s)
no exceedence					

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11c Exceedence of SO_2 limit value for ecosystems (annual mean)

Zone code	*EoI station code*	Level ($\mu g/m^3$)	Reason code(s)
no exceedence			

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11d Exceedence of SO_2 limit value for ecosystems (winter mean)

Zone code	*EoI station code*	Level ($\mu g/m^3$)	Reason code(s)
no exceedence			

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11e Exceedence of NO_2 limit value plus MOT for health (1hr mean)

Zone code	*EoI station code*	Month	Day of month	Hour	Level (µg/m^3)	Reason code(s)		
RO0801	RO0065A	3	19	21	267	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	4	4	22	251	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	4	4	23	252	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	4	23	22	275	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	3	22	252	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	17	22	270	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	17	23	301	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	22	22	331	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	3	23	263	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	4	0	253	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	4	1	267	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	17	23	270	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	9	18	11	261	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	9	27	22	264	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	5	22	270	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	6	0	326	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	17	20	278	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	17	21	347	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	17	22	426	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	29	20	255	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	29	21	265	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	29	22	255	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	3	19	259	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	3	20	274	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	3	22	272	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	3	23	279	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	4	0	303	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	4	1	296	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	4	3	257	S1	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0066A	1	15	11	278	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	24	10	251	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	19	20	263	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	17	20	254	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	17	21	263	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	17	22	305	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	17	23	365	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	0	392	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	1	392	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	2	376	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	3	342	S1;S15	Bucuresti	Titan

RO0801	RO0066A	10	18	4	278	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	8	263	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	9	322	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	10	370	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	11	327	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	21	269	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	22	356	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	23	346	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	19	0	338	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	19	1	343	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	19	2	276	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	29	20	263	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	29	21	290	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	29	22	313	S1;S3	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	29	23	271	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	30	0	287	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	30	1	281	S1	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0067A	1	6	22	291	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	6	23	291	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	7	0	274	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	8	21	257	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	8	22	273	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	15	12	265	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	23	23	341	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	24	0	297	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	24	8	249	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	24	10	284	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	7	9	253	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	8	21	256	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	8	22	278	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	8	23	342	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	9	0	402	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	9	1	442	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	9	20	341	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	9	21	407	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	9	22	267	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	9	23	285	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	20	22	290	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	20	23	323	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	21	0	341	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	21	1	286	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	2	21	10	259	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	3	6	21	277	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	3	15	8	256	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	3	15	10	272	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	3	15	11	258	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	3	19	10	276	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	3	19	11	269	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu

RO0801	RO0067A	3	20	8	333	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	3	20	9	304	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	4	4	11	254	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	4	4	23	285	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	5	14	10	258	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	5	14	19	251	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	10	17	22	288	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	10	17	23	311	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	10	18	0	317	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	10	18	1	330	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	10	18	2	257	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	12	8	14	251	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0069A	1	15	8	253	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	15	9	299	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	15	10	266	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	17	20	251	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	17	21	418	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	17	22	345	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	17	23	319	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	22	8	251	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	23	8	283	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	23	9	369	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	23	10	266	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	23	19	288	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	23	20	293	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	23	21	269	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	24	1	273	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	7	7	251	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	7	8	362	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	7	9	342	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	7	21	264	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	7	22	250	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	8	19	255	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	8	20	383	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	8	21	363	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	8	22	280	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	8	23	292	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	9	19	268	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	9	20	453	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	9	21	537	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	9	22	399	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	9	23	341	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	20	21	258	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	20	22	359	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	20	23	333	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	21	0	252	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	6	22	305	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	19	20	254	S1	Bucuresti	Drumul

RO0801	RO0069A	3	19	21	273	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	3	23	268	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	7	18	22	262	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	7	18	23	294	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	8	18	0	254	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	8	25	0	326	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	8	25	1	275	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	9	17	23	290	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	9	18	0	340	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	9	28	21	273	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	3	21	292	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	3	22	459	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	3	23	317	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	4	0	282	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	5	22	331	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	17	21	310	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	17	22	402	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	17	23	360	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	10	18	21	278	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	11	22	22	261	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	11	29	21	364	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	11	29	22	429	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	11	29	23	359	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	11	30	0	265	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	3	18	361	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	3	19	350	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	3	20	288	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	4	11	258	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	4	12	281	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0070A	1	9	0	312	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	9	1	291	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	15	10	316	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	15	11	264	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	15	12	252	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	17	20	302	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	17	21	395	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	17	22	354	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	22	19	258	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	22	20	274	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	22	21	249	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	23	9	277	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	23	20	250	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	23	21	314	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	23	22	260	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	23	23	311	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	24	0	319	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	24	1	310	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	24	2	251	S1;S2	Bucuresti	Cercul

RO0801	RO0070A	1	24	8	253	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	24	9	305	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	24	10	344	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	7	9	267	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	7	21	306	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	8	20	252	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	8	21	282	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	8	22	332	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	8	23	375	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	9	0	466	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	9	1	460	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	9	19	253	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	9	20	333	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	9	21	302	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	9	22	261	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	20	21	266	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	20	22	326	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	20	23	422	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	21	0	379	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	2	21	1	271	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	6	20	278	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	6	21	316	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	6	22	295	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	19	9	292	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	19	10	264	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	19	11	323	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	19	20	264	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	19	21	289	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	20	9	262	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	3	27	21	264	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	6	20	19	304	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	6	21	21	267	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	6	21	22	289	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	2	20	264	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	2	21	276	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	2	22	257	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	9	256	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	10	265	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	11	266	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	12	273	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	13	270	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	17	273	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	18	273	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	19	259	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	20	323	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	3	21	285	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	4	10	253	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	4	14	260	S1;S2	Bucuresti	Cercul

RO0801	RO0070A	7	4	17	286	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	4	18	303	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	4	19	313	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	4	20	328	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	4	21	322	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	9	22	280	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	11	272	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	12	263	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	14	306	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	15	268	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	16	280	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	17	289	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	18	328	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	19	318	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	10	20	311	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	11	14	253	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	11	15	265	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	11	17	279	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	11	18	263	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	11	19	267	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	17	0	249	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	17	1	262	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	17	22	313	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	18	0	282	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	19	0	262	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	19	12	254	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	19	13	324	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	19	19	283	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	19	20	258	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	10	265	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	11	297	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	12	288	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	13	315	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	14	290	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	16	251	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	19	264	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	20	254	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	20	21	251	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	21	22	319	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	22	0	349	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	22	1	338	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	22	21	291	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	22	22	347	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	24	10	257	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	24	11	287	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	25	10	256	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	26	20	254	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	26	21	271	S1;S2	Bucuresti	Cercul

RO0801	RO0070A	7	26	22	252	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	27	22	253	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	28	21	257	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	28	22	269	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	11	259	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	12	295	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	13	280	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	14	263	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	15	279	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	16	287	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	17	269	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	18	382	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	19	332	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	20	326	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	30	21	264	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	4	0	258	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	6	19	255	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	10	17	259	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	15	21	282	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	15	22	254	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	17	0	273	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	17	18	257	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	22	19	272	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	23	13	258	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	24	15	269	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	11	21	251	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	18	9	342	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	18	10	365	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	18	11	320	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	18	22	276	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	18	23	281	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	19	0	271	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	19	1	263	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	19	9	303	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	22	23	262	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	23	0	265	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	23	3	270	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	24	22	260	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	25	10	282	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	25	11	266	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	26	20	258	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	26	21	250	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	27	15	274	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	27	16	290	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	27	17	300	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	27	18	260	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	27	19	278	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	27	20	306	S1;S2	Bucuresti	Cercul

RO0801	RO0070A	9	27	21	290	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	28	20	283	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	28	21	273	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	3	11	265	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	4	3	279	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	4	10	271	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	4	11	266	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	4	12	262	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	4	21	291	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	4	22	338	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	4	23	314	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	5	0	268	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	8	273	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	9	410	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	10	434	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	11	336	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	19	292	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	20	489	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	21	407	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	22	373	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	23	403	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	19	0	423	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	19	1	399	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	23	17	249	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	30	9	278	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	30	19	266	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	30	20	269	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	14	11	293	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	20	18	255	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	20	19	251	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	22	8	258	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	22	17	257	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	22	18	260	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	22	19	262	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	23	14	261	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	8	265	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	9	315	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	10	275	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	18	269	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	19	279	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	20	278	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	21	265	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	22	444	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	23	488	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	30	0	387	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	3	18	319	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	3	19	295	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	3	20	339	S1;S2	Bucuresti	Cercul

RO0801	RO0070A	12	3	21	292	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	3	22	324	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	3	23	311	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	4	0	348	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	4	10	288	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	4	11	262	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	4	12	316	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	7	23	294	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	8	12	288	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	8	13	287	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	8	14	325	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	8	15	298	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	8	16	293	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	8	17	251	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	8	18	250	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	23	15	280	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	23	16	287	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	23	17	251	S1;S2	Bucuresti	Cercul

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11f Exceedence of NO_2 limit value plus MOT for health (annual mean)

Zone code	*EoI station code*	Level ($\mu g/m^3$)	Reason code(s)		
RO0801	RO0067A	62	S1;S2	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0069A	59	S1	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0070A	111	S1;S2	Bucuresti	Cercul Militar

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11g Exceedence of NO_x limit value for vegetation

Zone code	*EoI station code*	Level ($\mu g/m^3$)	Reason code(s)
no exceedence			

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11h Exceedence of PM_{10} limit value plus MOT (stage 1; 24hr mean)

Zone code	*EoI station code*	Month	Day of month	Level (µg/m^3)	Reason code(s)		
RO0101	RO0083A	1	1	71	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	5	64	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	8	55	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	16	250	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	17	163	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	18	121	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	19	52	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	22	61	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	23	109	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	24	77	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	25	67	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	26	73	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	27	61	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	1	28	52	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	6	116	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	7	86	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	8	102	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	9	93	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	10	67	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	11	59	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	12	58	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	13	51	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	15	61	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	16	53	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	19	85	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	20	93	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	2	21	75	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	3	69	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	4	64	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	5	64	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	6	118	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	9	70	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	10	80	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	11	73	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	13	91	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	14	133	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	15	97	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	16	103	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	17	82	S1	lasi	lasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	19	59	S1	lasi	lasi1_pod

RO0101	RO0083A	3	20	76	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	21	77	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	23	221	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	24	138	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	25	69	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	26	110	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	27	99	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	30	80	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	3	31	75	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	1	84	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	2	107	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	4	124	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	5	56	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	6	83	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	7	59	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	13	54	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	16	52	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	17	66	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	18	61	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	23	54	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	24	94	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	25	87	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	26	82	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	27	94	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	4	28	76	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	7	54	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	14	56	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	18	83	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	21	65	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	22	82	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	23	77	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	26	56	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	27	70	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	28	62	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	29	55	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	5	30	53	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	1	53	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	5	55	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	6	77	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	7	59	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	8	58	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	9	73	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	16	51	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	18	51	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	19	52	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	22	57	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	6	23	64	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	7	10	61	S1	Iasi	Iasi1_pod

RO0101	RO0083A	7	25	86	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	7	26	55	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	7	27	69	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	7	28	74	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	7	29	72	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	1	67	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	5	59	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	14	59	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	15	72	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	17	57	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	18	63	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	19	54	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	21	57	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	22	60	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	23	54	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	24	81	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	29	74	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0083A	9	30	84	S1	Iasi	Iasi1_pod
RO0101	RO0084A	1	1	67	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	6	79	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	10	56	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	11	86	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	14	53	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	15	84	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	16	158	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	17	144	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	18	109	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	22	56	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	23	93	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	24	83	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	25	65	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	1	27	62	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	2	6	102	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	2	7	70	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	2	8	89	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	2	9	80	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	2	12	60	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	2	19	72	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	2	21	55	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	2	24	53	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	5	66	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	6	106	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	7	91	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	9	51	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	10	72	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	11	60	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	13	59	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	14	101	S1	Iasi	Iasi2_dec

RO0101	RO0084A	3	15	62	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	16	73	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	17	68	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	20	58	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	21	66	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	23	249	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	24	145	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	26	63	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	27	70	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	30	74	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	3	31	57	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	1	77	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	2	89	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	4	88	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	6	56	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	24	63	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	25	77	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	26	71	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	27	79	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	4	28	73	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	5	14	51	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	5	18	52	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	5	22	64	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	5	23	58	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	5	24	52	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	5	27	64	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	5	28	53	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	7	3	51	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	7	4	61	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	7	17	51	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	7	18	57	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	7	28	67	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	7	30	72	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	7	31	71	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	8	11	54	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	8	13	78	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	8	21	96	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	8	22	70	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	8	23	93	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	8	25	90	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	8	26	70	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	9	5	51	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	9	15	60	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	9	17	51	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	9	18	63	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	9	21	52	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	9	22	56	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	9	24	65	S1	Iasi	Iasi2_dec

RO0101	RO0084A	9	29	57	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	9	30	76	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	1	102	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	4	82	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	9	63	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	10	73	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	11	85	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	12	71	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	16	92	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	17	127	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	18	143	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	19	56	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	21	103	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	27	54	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	29	76	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	30	82	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	10	31	87	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	12	61	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	13	64	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	17	56	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	18	74	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	19	148	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	20	102	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	21	182	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	22	56	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	24	54	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	26	55	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	29	53	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	11	30	71	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	12	2	57	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	12	3	66	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	12	22	68	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	12	23	83	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	12	24	85	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	12	26	84	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0084A	12	29	54	S1	Iasi	Iasi2_dec
RO0101	RO0087A	1	6	71	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	1	11	59	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	1	16	63	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	1	18	55	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	1	23	64	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	1	27	59	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	2	8	63	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	2	19	54	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	2	20	63	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	3	10	62	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	3	11	64	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	3	14	83	S3	Iasi	Iasi5_tom

RO0101	RO0087A	3	16	69	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	3	17	58	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	3	21	57	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	3	23	231	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	3	24	127	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	3	27	68	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	4	1	53	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	4	2	64	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	4	4	58	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	4	6	55	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	5	27	52	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	16	58	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	18	56	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	19	68	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	20	73	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	21	67	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	22	70	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	24	56	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	28	69	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	29	56	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	7	30	56	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	8	11	57	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	8	12	51	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	8	17	69	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	8	21	61	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	8	22	57	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	8	23	82	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	8	24	98	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	8	25	69	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	9	23	53	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	9	24	55	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	9	25	67	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	9	26	54	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	1	69	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	2	104	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	3	103	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	4	53	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	10	60	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	16	55	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	17	72	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	18	78	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	19	58	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	27	54	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	29	57	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	10	30	78	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	11	20	99	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	11	21	95	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	11	29	55	S3	Iasi	Iasi5_tom

RO0101	RO0087A	12	22	55	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	12	23	83	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	12	26	89	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0101	RO0087A	12	28	56	S3	Iasi	Iasi5_tom
RO0401	RO0078A	1	10	88	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	1	12	83	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	1	13	88	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	1	14	67	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	1	15	88	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	1	16	83	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	1	29	58	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	1	30	54	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	1	31	67	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	1	53	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	2	70	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	3	65	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	4	74	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	5	115	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	6	76	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	10	51	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	12	53	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	15	61	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	16	111	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	17	80	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	18	81	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	2	19	53	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	3	2	63	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	3	3	71	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	3	8	95	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	3	10	55	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	3	11	88	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	3	12	52	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	3	13	74	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	3	28	55	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	4	20	60	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	4	25	51	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	5	12	75	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	7	19	80	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	7	20	73	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	7	21	81	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	7	24	63	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	7	25	71	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	7	26	64	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	7	30	55	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	8	2	63	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	8	19	58	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	8	21	53	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	8	24	54	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-

RO0401	RO0078A	8	26	74	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	8	29	59	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	8	30	53	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	9	17	53	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	9	18	58	S1;S14;S3	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	11	30	53	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	4	107	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	5	93	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	6	68	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	7	70	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	8	80	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	9	59	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	10	53	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	11	110	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	12	64	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	13	91	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	17	90	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	18	153	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	19	225	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	20	170	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	21	71	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	22	82	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	23	122	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	24	180	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	25	139	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	26	85	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	27	86	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	28	76	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	29	68	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	30	74	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0078A	12	31	83	S3;S1;S5	Craiova	Craiova1-
RO0401	RO0079A	1	5	76	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	6	74	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	7	67	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	8	76	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	9	75	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	10	84	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	12	82	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	13	85	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	14	65	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	15	88	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	16	73	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	27	55	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	29	58	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	30	51	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	1	31	64	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	1	51	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	2	65	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_

RO0401	RO0079A	2	3	62	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	4	71	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	5	107	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	6	72	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	12	51	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	15	58	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	16	105	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	17	75	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	18	77	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	2	19	81	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	3	2	53	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	3	3	56	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	3	8	91	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	3	10	51	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	3	11	87	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	3	13	71	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	3	28	56	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	3	29	56	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	4	20	56	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	5	12	66	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	6	19	52	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	7	22	65	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	7	23	69	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	7	24	63	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	7	25	64	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	7	28	58	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	7	29	67	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	7	30	56	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	8	19	53	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	8	21	51	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	8	26	73	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	8	29	55	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	9	17	57	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	9	18	59	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	9	22	71	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	9	28	55	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	9	29	70	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	9	30	91	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	10	1	73	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	10	2	55	S14;S2;S3	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	11	9	55	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	11	14	53	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	11	18	57	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	11	21	65	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	11	22	63	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	11	30	51	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	4	91	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	5	89	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_

RO0401	RO0079A	12	6	64	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	7	66	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	8	75	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	9	56	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	11	103	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	12	60	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	13	85	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	17	88	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	18	146	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	19	196	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	20	165	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	21	65	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	22	81	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	23	115	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	24	164	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	25	127	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	26	80	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	27	81	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	28	68	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	29	64	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	30	70	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0079A	12	31	79	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_
RO0401	RO0080A	1	5	95	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	6	73	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	7	90	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	8	84	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	9	142	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	10	168	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	11	86	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	12	51	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	14	95	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	15	122	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	16	102	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	27	66	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	1	31	88	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	1	53	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	2	60	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	3	55	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	4	65	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	5	86	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	6	83	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	12	54	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	13	59	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	19	55	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	23	63	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	25	53	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	2	26	72	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	2	80	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_

RO0401	RO0080A	3	3	58	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	5	61	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	7	69	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	9	55	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	10	54	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	11	56	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	12	98	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	13	56	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	14	60	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	15	85	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	29	64	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	3	30	64	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	4	2	56	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	4	3	57	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	4	4	61	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	5	14	58	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	6	22	65	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	6	26	65	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	2	58	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	3	62	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	4	55	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	19	82	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	20	60	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	21	54	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	23	51	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	24	72	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	25	56	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	7	26	66	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	8	18	52	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	8	19	60	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	8	21	55	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	8	24	57	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	8	26	75	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	8	29	61	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	8	30	55	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	8	31	52	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	9	10	66	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	9	13	81	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	9	14	91	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	9	17	58	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	9	18	62	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	9	29	90	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	9	30	77	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	1	116	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	2	93	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	5	57	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	10	82	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	11	54	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_

RO0401	RO0080A	10	12	53	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	13	77	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	20	60	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	21	76	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	22	61	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	23	55	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	26	72	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	10	27	83	S14;S2;S3;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	11	9	65	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	11	14	51	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	11	19	56	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	11	21	120	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	11	22	114	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	11	23	119	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	11	29	96	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	11	30	98	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	1	98	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	2	178	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	3	195	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	4	116	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	7	121	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	8	160	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	9	112	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	10	82	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	11	97	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	12	95	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	13	69	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	17	99	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	18	91	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	19	140	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	20	115	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	21	126	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	22	197	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	23	225	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	24	190	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	25	79	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	26	95	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	27	135	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	28	230	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	29	160	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	30	100	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0401	RO0080A	12	31	96	S3;S2;S5;S12	Craiova	Craiova3_
RO0601	RO0074A	1	1	52	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	1	6	68	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	1	8	59	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	1	9	68	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	1	10	76	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	1	11	86	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_

RO0601	RO0074A	1	15	59	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	1	16	96	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	1	17	108	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	6	51	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	7	66	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	8	73	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	9	58	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	15	65	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	16	69	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	19	62	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	21	73	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	22	52	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	2	26	51	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	6	92	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	7	120	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	8	139	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	9	134	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	10	100	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	11	60	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	12	64	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	13	67	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	14	69	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	15	90	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	16	62	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	17	92	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	19	74	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	20	57	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	27	68	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	28	62	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	29	55	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	3	30	59	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	4	2	65	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	4	3	88	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	4	4	78	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	4	5	51	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	4	6	56	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	4	18	75	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	4	19	73	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	5	4	61	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	5	21	63	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	5	22	55	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	5	23	60	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	5	28	54	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	7	3	57	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	7	10	51	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	7	17	65	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	7	18	64	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	7	19	85	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_

RO0601	RO0074A	7	20	66	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	8	22	59	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	8	23	67	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	8	24	81	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	8	25	53	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	9	17	51	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	9	18	54	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	9	24	51	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	9	25	64	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	9	26	79	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	9	27	60	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	10	2	67	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	10	3	70	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	10	4	89	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	10	5	57	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	10	12	54	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	10	16	62	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	10	17	85	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	10	18	115	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	11	20	63	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	11	21	84	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	11	22	110	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	11	23	161	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	11	24	128	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	11	25	117	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	11	29	51	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	11	30	78	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	1	60	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	2	66	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	3	77	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	6	53	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	7	64	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	8	62	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	9	82	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	10	58	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	18	52	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0074A	12	29	64	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_
RO0601	RO0075A	1	1	55	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	6	58	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	8	55	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	9	62	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	10	68	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	11	75	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	16	91	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	17	99	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	18	139	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	1	23	71	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	6	52	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig

RO0601	RO0075A	2	7	84	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	8	55	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	13	54	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	15	61	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	16	53	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	19	64	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	20	54	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	21	62	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	2	22	58	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	6	71	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	7	94	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	8	113	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	9	112	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	10	89	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	11	66	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	14	70	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	15	61	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	16	53	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	17	95	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	19	68	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	20	57	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	26	61	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	27	57	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	28	56	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	3	30	60	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	4	2	63	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	4	3	71	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	4	4	74	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	4	18	64	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	6	26	55	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	7	18	63	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	7	20	67	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	7	21	63	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	7	22	64	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	7	23	56	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	7	24	82	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	8	22	53	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	8	23	63	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	8	24	69	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	8	25	55	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	9	25	53	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	9	26	54	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	10	4	69	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	10	5	51	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	10	17	66	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	10	18	89	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	11	20	54	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	11	21	70	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig

RO0601	RO0075A	11	22	110	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	11	23	136	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	11	24	102	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	11	25	102	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	11	30	75	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	1	62	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	2	62	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	3	54	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	6	55	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	7	69	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	8	76	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	9	78	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	10	61	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	26	66	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	29	64	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0075A	12	30	51	S1;S2;S12	Cluj	Cluj3_grig
RO0601	RO0077A	1	1	55	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	2	67	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	5	52	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	6	61	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	10	61	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	11	69	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	15	66	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	16	80	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	17	94	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	1	18	98	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	2	7	75	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	2	8	56	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	2	9	79	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	2	15	74	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	2	16	96	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	3	8	75	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	19	55	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	20	60	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	21	52	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	22	51	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	23	79	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	24	57	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	24	58	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	9	25	57	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	9	26	59	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	9	27	54	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	9	28	58	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	10	1	60	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	10	2	55	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	10	16	62	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	10	17	61	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	10	18	69	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej

RO0601	RO0077A	10	30	63	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	11	17	62	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	11	21	76	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	11	22	104	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	11	23	114	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	11	24	126	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	11	25	92	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	1	67	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	2	59	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	6	79	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	7	60	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	8	71	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	9	69	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	10	63	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	14	63	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	15	60	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	24	56	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	25	77	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	26	60	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	27	79	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	28	55	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	12	31	54	S1;S3;S5	Cluj	Cluj5_dej
RO0801	RO0065A	1	1	57	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	7	60	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	10	74	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	11	72	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	12	62	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	13	63	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	17	115	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	18	80	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	22	77	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	23	134	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	24	92	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	1	27	53	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	7	78	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	8	85	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	9	99	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	10	74	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	11	77	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	12	68	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	13	68	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	20	79	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	21	87	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	2	22	68	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	2	56	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	6	69	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	12	52	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	13	53	S1;S15	Bucuresti	ARPM

RO0801	RO0065A	3	14	55	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	15	85	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	16	54	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	17	66	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	19	70	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	20	70	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	3	25	100	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	4	2	64	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	4	3	74	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	4	4	66	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	4	27	55	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	3	63	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	4	52	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	5	59	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	11	56	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	12	56	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	26	60	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	27	53	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	5	29	56	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	6	17	56	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	6	26	73	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	4	84	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	10	54	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	15	54	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	16	73	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	17	74	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	18	60	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	19	63	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	20	64	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	21	70	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	22	74	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	23	88	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	24	79	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	25	66	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	27	59	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	28	60	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	3	69	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	4	61	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	5	87	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	6	88	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	9	63	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	10	57	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	11	52	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	16	53	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	17	65	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	22	52	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	23	55	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	24	69	S1;S15	Bucuresti	ARPM

RO0801	RO0065A	8	25	74	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	30	61	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	9	15	67	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	9	17	61	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	9	18	77	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	9	19	52	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	9	27	52	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	9	28	56	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	2	58	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	4	88	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	5	125	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	6	164	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	12	55	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	17	90	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	18	64	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	19	70	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	26	59	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	27	77	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	28	58	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	30	61	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	10	31	59	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	9	60	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	21	51	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	22	119	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	23	122	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	25	149	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	29	134	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	11	30	166	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	1	51	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	2	70	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	3	123	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	4	125	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	20	65	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	21	64	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	22	102	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	23	119	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	26	88	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	12	27	60	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0066A	1	1	63	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	5	52	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	6	71	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	8	63	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	9	98	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	10	105	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	11	95	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	13	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	16	54	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	17	127	S1;S15	Bucuresti	Titan

RO0801	RO0066A	1	18	88	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	22	58	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	23	112	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	1	24	81	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	6	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	7	76	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	8	97	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	9	84	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	10	78	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	11	83	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	12	83	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	13	89	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	19	54	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	20	100	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	21	93	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	22	68	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	2	28	59	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	1	64	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	2	67	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	6	64	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	9	55	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	15	85	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	16	53	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	17	72	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	18	54	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	19	79	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	20	70	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	25	103	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	26	107	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	3	27	59	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	4	2	81	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	4	3	76	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	4	4	82	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	4	6	55	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	4	24	55	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	4	27	53	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	5	3	53	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	5	4	52	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	5	26	52	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	5	27	63	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	5	28	56	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	6	19	63	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	6	20	59	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	6	21	74	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	6	23	54	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	6	26	57	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	6	27	64	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	6	28	95	S1;S15	Bucuresti	Titan

RO0801	RO0066A	6	29	72	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	6	30	75	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	1	55	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	2	54	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	5	54	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	22	55	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	23	72	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	24	62	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	25	54	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	31	65	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	3	58	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	4	52	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	6	57	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	9	63	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	10	53	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	15	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	16	53	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	17	76	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	18	60	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	20	71	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	21	67	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	22	60	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	23	64	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	24	85	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	25	80	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	29	62	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	8	30	71	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	3	53	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	4	59	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	14	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	15	66	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	17	61	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	18	76	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	19	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	25	68	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	26	53	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	9	28	59	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	2	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	3	72	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	4	107	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	5	105	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	6	66	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	17	87	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	18	122	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	19	162	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	20	130	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	21	115	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	22	114	S1;S15	Bucuresti	Titan

RO0801	RO0066A	10	25	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	26	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	10	27	73	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	4	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	5	51	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	23	108	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	25	112	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	29	86	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	11	30	74	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	2	54	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	3	55	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	4	59	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	8	55	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	19	63	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	20	69	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	21	119	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	22	122	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	25	73	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	26	67	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	12	27	62	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0067A	1	1	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	2	56	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	3	56	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	5	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	6	99	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	8	80	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	9	96	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	10	99	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	11	87	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	12	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	16	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	17	111	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	18	83	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	22	75	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	23	134	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	24	102	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	1	31	56	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	2	51	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	6	52	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	7	76	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	8	88	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	9	85	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	10	96	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	11	100	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	12	100	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	13	98	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	14	52	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	15	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai

RO0801	RO0067A	2	16	64	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	20	107	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	21	109	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	22	81	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	23	55	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	2	28	54	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	2	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	6	98	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	7	64	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	8	56	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	9	67	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	10	57	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	11	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	12	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	13	51	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	14	68	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	15	105	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	16	71	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	17	69	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	18	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	19	93	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	20	98	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	22	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	25	115	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	26	118	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	27	73	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	28	80	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	3	29	57	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	1	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	2	82	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	3	89	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	4	107	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	5	56	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	7	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	13	52	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	14	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	18	52	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	21	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	24	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	25	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	26	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	27	76	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	4	28	64	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	3	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	4	65	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	5	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	8	54	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	9	56	S1;S2	Bucuresti	Mihai

RO0801	RO0067A	5	11	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	14	57	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	15	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	16	51	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	17	56	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	18	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	19	58	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	20	62	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	21	62	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	24	58	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	25	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	26	56	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	5	28	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	6	19	72	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	6	20	74	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	6	21	65	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	6	23	64	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	6	25	62	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	6	26	90	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	6	27	96	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	6	28	96	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	3	65	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	4	71	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	5	74	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	9	57	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	10	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	11	68	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	18	72	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	19	73	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	20	72	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	21	67	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	22	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	23	55	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	24	69	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	25	71	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	26	53	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	27	60	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	28	65	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	29	51	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	7	31	69	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	3	75	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	4	70	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	6	79	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	9	66	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	10	79	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	11	66	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	15	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	16	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai

RO0801	RO0067A	8	17	85	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	18	65	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	19	62	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	20	69	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	21	88	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	22	73	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	23	82	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	24	92	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	25	71	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	28	54	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	29	80	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	30	71	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	8	31	57	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	2	62	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	3	62	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	4	70	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	5	58	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	14	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	15	66	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	17	76	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	18	87	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	19	66	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	25	84	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	26	88	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	27	72	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	28	91	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	29	70	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	9	30	60	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	1	66	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	2	78	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	3	111	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	4	114	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	5	104	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	6	91	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	9	72	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	11	58	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	12	62	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	17	114	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	18	100	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	19	86	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	25	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	26	85	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	27	99	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	28	69	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	29	52	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	30	77	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	10	31	83	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	3	69	S1;S2	Bucuresti	Mihai

RO0801	RO0067A	11	9	65	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	14	66	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	20	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	21	54	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	22	104	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	23	106	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	24	51	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	25	54	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	29	143	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	11	30	165	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	1	57	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	2	71	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	3	72	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	4	95	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	7	63	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	8	84	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	12	61	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	19	59	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	20	66	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	21	54	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	22	76	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	23	87	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0067A	12	31	51	S1;S2	Bucuresti	Mihai
RO0801	RO0068A	1	1	62	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	2	53	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	3	53	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	6	57	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	9	96	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	10	76	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	11	81	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	13	54	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	17	106	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	18	73	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	22	54	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	23	104	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	1	24	70	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	7	57	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	8	69	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	9	91	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	10	71	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	11	80	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	12	80	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	13	73	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	14	61	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	16	66	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	20	58	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	21	108	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	2	22	72	S1;S3	Bucuresti	Berceni

RO0801	RO0068A	3	15	77	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	3	16	53	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	3	17	62	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	3	19	76	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	3	20	79	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	3	25	108	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	3	26	111	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	3	27	61	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	3	28	64	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	4	2	73	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	4	3	92	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	4	4	101	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	4	24	62	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	4	27	74	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	4	28	60	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	3	81	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	4	55	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	5	55	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	8	66	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	11	86	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	12	62	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	26	52	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	27	58	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	5	29	52	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	6	5	52	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	6	17	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	6	18	52	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	6	23	62	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	6	26	84	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	6	27	68	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	6	30	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	4	56	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	5	64	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	18	52	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	19	55	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	22	62	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	23	58	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	24	65	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	25	77	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	27	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	7	28	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	3	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	9	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	14	59	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	15	58	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	16	94	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	17	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	19	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni

RO0801	RO0068A	8	20	63	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	21	71	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	22	61	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	23	82	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	24	89	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	25	65	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	28	70	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	29	71	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	30	79	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	8	31	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	14	52	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	15	71	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	17	64	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	18	98	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	19	57	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	25	76	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	26	64	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	28	75	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	9	29	54	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	2	60	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	3	87	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	4	126	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	5	101	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	6	108	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	12	58	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	17	79	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	18	132	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	19	88	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	25	52	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	26	57	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	27	95	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	28	63	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	10	31	59	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	3	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	4	55	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	5	55	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	9	55	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	21	120	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	22	100	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	28	76	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	29	111	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	11	30	51	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	1	71	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	5	73	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	6	75	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	7	76	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	19	68	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	20	118	S1;S3	Bucuresti	Berceni

RO0801	RO0068A	12	22	91	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	24	91	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	25	74	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	26	63	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0068A	12	27	52	S1;S3	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0069A	1	1	57	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	6	57	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	7	57	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	9	64	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	10	78	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	11	88	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	12	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	17	117	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	18	76	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	22	89	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	23	150	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	24	95	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	1	26	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	7	84	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	8	89	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	9	113	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	10	76	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	11	73	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	12	78	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	13	78	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	16	52	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	20	94	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	21	105	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	22	69	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	2	28	58	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	1	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	2	52	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	6	66	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	7	52	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	12	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	13	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	14	64	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	15	85	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	16	71	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	17	69	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	19	86	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	20	69	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	25	109	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	26	54	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	27	51	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	3	28	52	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	4	2	63	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	4	3	76	S1;S3	Bucuresti	Drumul

RO0801	RO0069A	4	4	71	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	4	7	55	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	4	18	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	4	19	54	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	4	26	55	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	3	54	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	4	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	11	54	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	12	52	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	20	56	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	21	62	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	22	62	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	24	51	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	26	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	27	62	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	28	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	5	29	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	6	23	53	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	21	56	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	22	74	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	23	79	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0069A	12	26	59	S1;S3	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0070A	1	1	56	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	6	66	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	8	55	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	9	65	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	10	76	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	11	72	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	12	51	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	13	59	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	18	67	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	22	58	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	23	85	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	1	24	75	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	5	1	58	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	5	25	53	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	6	19	51	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	6	20	52	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	11	52	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	19	53	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	22	56	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	24	58	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	7	25	53	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	9	57	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	10	52	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	17	54	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	21	63	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	23	51	S1;S2	Bucuresti	Cercul

RO0801	RO0070A	8	24	70	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	8	25	54	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	17	52	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	18	66	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	9	28	62	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	3	76	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	4	72	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	5	77	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	6	59	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	17	81	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	18	97	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	19	55	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	27	59	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	30	52	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	10	31	52	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	23	61	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	11	29	63	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	8	90	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	12	54	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	19	52	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	20	52	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	21	66	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	22	102	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	23	134	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	24	56	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	26	93	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	27	69	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	28	60	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	29	55	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0070A	12	30	55	S1;S2	Bucuresti	Cercul
RO0801	RO0071A	1	7	55	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	9	61	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	10	62	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	11	71	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	12	61	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	17	128	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	18	67	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	22	58	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	23	110	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	1	24	59	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	2	8	59	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	2	9	57	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	2	10	61	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	2	11	60	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	2	12	58	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	2	13	58	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	2	20	69	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	2	21	83	S1;S15	Bucuresti	Magurele

RO0801	RO0071A	2	22	63	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	9	64	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	12	56	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	13	56	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	14	63	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	15	72	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	17	52	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	19	60	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	20	57	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	3	25	94	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	4	2	80	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	4	3	59	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	4	4	66	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	6	20	54	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	6	24	51	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	6	26	60	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	7	19	57	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	7	22	78	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	7	24	59	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	7	25	55	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	2	70	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	3	55	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	6	54	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	10	56	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	16	53	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	17	70	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	18	62	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	20	53	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	21	73	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	22	57	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	23	69	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	24	85	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	25	82	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	29	60	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	8	30	57	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	9	15	52	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	9	17	52	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	9	18	68	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	9	26	63	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	9	28	60	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	9	29	53	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	1	52	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	2	64	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	3	75	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	4	78	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	5	84	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	6	92	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	12	62	S1;S15	Bucuresti	Magurele

RO0801	RO0071A	10	17	99	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	18	108	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	19	72	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	26	56	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	27	83	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	28	53	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	10	31	67	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	11	22	89	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	11	23	60	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	11	29	121	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	11	30	66	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	12	3	87	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	12	4	89	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	12	7	52	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	12	8	76	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	12	22	75	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	12	23	87	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	12	26	83	S1;S15	Bucuresti	Magurele
RO0801	RO0071A	12	27	56	S1;S15	Bucuresti	Magurele

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11i Exceedence of PM_{10} limit value plus MOT (stage 1; annual mean)

Zone code	*EoI station code*	Level ($\mu g/m^3$)	Reason code(s)		
RO0101	RO0084A	48	S1	Iasi	Iasi2_decebal
RO0401	RO0079A	46	S3;S5;S2	Craiova	Craiova2_pri
RO0601	RO0074A	42	S1;S5	Cluj	Cluj2_lic_bal
RO0801	RO0065A	47	S1;S15	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0066A	47	S1;S15	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0067A	56	S1	Bucuresti	Mihai Bravu
RO0801	RO0068A	48	S1;S3	Bucuresti	Berceni

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11j Exceedence of lead limit value plus MOT

Zone code	*EoI station code*	Level ($\mu g/m^3$)	Reason code(s)
no exceedence			

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11k Exceedence of benzene limit value plus MOT

Zone code	*EoI station code*	Level (µg/m^3)	Reason code(s)	*Article 3(2)*
no exceedence				

Form 11 Individual exceedences of limit values and limit values plus margin of tolerance (MOT) (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii), 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V and 2000/69/EC Annexes I and II)

- Form 11l Exceedence of carbon monoxide limit value plus MOT

Zone code	*EoI station code*	Month	Day of month	Level (µg/m^3)	Reason code(s)	
RO0801	RO0067A	1	12	11	S1;S2	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	1	13	12	S1;S2	Mihai Bravu
RO0801	RO0067A	3	15	13	S1;S2	Mihai Bravu
RO0801	RO0070A	10	22	15	S1;S2	Cercul Militar
RO0801	RO0070A	10	23	15	S1;S2	Cercul Militar

Form 12 Reasons for individual exceedences: optional additional codes to be defined by the Member State (96/62/EC Article 11(1) (a) (i) and (ii)) and 1999/30/EC Annexes I, II, IV and V, 2000/69/EC Annexes I and II)

Reason code	*Description*
S14	local building or demolition work
S15	dust resuspension by wind
S16	rural background station
S17	urban background station
S18	suburban background station
S19	favorable conditions for ozone production and accumulation, low dispersion

Form 13 Individual exceedences of ozone thresholds (2002/3/EC, Article 10(2b) and Annex III)

- Form 13a Exceedence of ozone information threshold value

Zone code	*EoI station code*	Month	Day of month	Maximum 1-hour mean ozone concentration (µg/m^3) during exceedence period	*Reason code(s)*	*Starting time of the exceedence period*	Total number of exceedence hours	1-hour mean NO_2 concentration (µg/m^3) during maximum ozone concentration	
RO0101	RO0086A	5	30	207	S17	15	2	3.3	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	31	268	S17	14	2	4.4	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	2	271	S17	17	3	3.2	Iasi4_copou
RO0401	RO0082A	3	19	181	S18	14	1	12.2	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	12	190	S18	18	1	7.7	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	16	181	S18	16	1	10.3	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	27	180	S18	14	1	6.7	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	12	180	S18	14	1	2.2	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	14	218	S18	16	2	8.3	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	20	194	S18	14	2	1.5	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	22	182	S18	16	1	-9999	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	23	196	S18	15	2	-9999	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	25	187	S18	13	3	6.8	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	25	184	S18	17	1	4.3	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	26	188	S18	13	4	-9999	Craiova5_bre
RO0601	RO0077A	7	22	189	S3	15	3	13.2	Cluj5_dej
RO0801	RO0072A	4	17	248	S16	13	1	30	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	20	210	S16	11	2	31	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	23	256	S16	14	1	26	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	3	180	S16	16	1	9	Balotesti

Form 13 Individual exceedences of ozone thresholds (2002/3/EC, Article 10(2b) and Annex III)

- Form 13b Exceedence of ozone alert threshold value

Zone code	*EoI station code*	Month	Day of month	Maximum 1-hour mean ozone concentration (µg/m^3) during exceedence period	*Reason code(s)*	*Starting time of the exceedence period*	Total number of exceedence hours	1-hour mean NO_2 concentration (µg/m^3) during maximum ozone concentration		
RO0101	RO0086A	5	31	268	S17	15	1	4.4	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	2	271	S17	17	2	3.2	Iasi	Iasi4_copou
RO0801	RO0072A	4	17	248	S18	13	1	30	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	23	256	S18	14	1	26	Bucuresti	Balotesti

Form 13 Individual exceedences of ozone thresholds (2002/3/EC, Article 10(2b) and Annex III)

- Form 13c Exceedence of ozone long term objective for health protection

Zone code	*EoI station code*	Month	Day of month	Daily maximum 8-hour mean concentration ($\mu g/m^3$)	*Reason code(s)*		
RO0101	RO0085A	7	20	122	S3	Iasi	Iasi3_oancea
RO0101	RO0085A	7	21	123	S3	Iasi	Iasi3_oancea
RO0101	RO0086A	5	3	129	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	8	126	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	16	122	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	21	135	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	23	128	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	24	126	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	27	122	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	28	134	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	30	126	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	5	31	157	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	2	168	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	3	149	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	6	121	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	7	121	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	10	138	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	11	134	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	13	124	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	14	128	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	15	129	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	16	133	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	6	19	121	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	7	21	129	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	7	22	121	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	7	24	121	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	7	28	128	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	7	30	146	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0086A	8	24	120	S16	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0087A	5	21	132	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	5	23	124	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	5	24	127	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	5	26	135	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	6	6	126	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	6	7	121	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	6	10	130	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	6	15	138	S18	Iasi	Iasi5_tomesti

RO0101	RO0087A	6	16	120	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	3	120	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	4	125	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	19	136	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	20	126	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	21	134	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	22	136	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	24	123	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	28	134	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0101	RO0087A	7	30	131	S18	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0401	RO0080A	3	17	139	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	2	129	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	10	136	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	14	126	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	20	127	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	21	148	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	22	126	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	23	125	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	24	129	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	28	125	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	4	29	133	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	5	1	139	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0080A	5	2	122	S19	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0081A	4	29	122	S3	Craiova	Craiova4_isal
RO0401	RO0081A	5	12	122	S3	Craiova	Craiova4_isal
RO0401	RO0081A	6	7	122	S3	Craiova	Craiova4_isal
RO0401	RO0081A	6	14	122	S3	Craiova	Craiova4_isal
RO0401	RO0081A	6	15	128	S3	Craiova	Craiova4_isal
RO0401	RO0081A	7	28	130	S3	Craiova	Craiova4_isal
RO0401	RO0081A	7	29	124	S3	Craiova	Craiova4_isal
RO0401	RO0082A	3	7	120	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	12	123	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	14	126	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	15	156	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	16	123	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	17	146	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	18	125	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	19	168	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	26	129	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	27	135	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	3	28	132	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	1	131	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	2	153	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	3	145	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	4	167	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	6	146	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	7	142	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	9	128	S3	Craiova	Craiova5_bre

RO0401	RO0082A	4	10	152	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	11	136	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	12	128	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	13	150	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	14	156	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	15	130	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	16	133	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	17	141	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	18	140	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	19	133	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	20	145	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	21	162	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	22	148	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	23	151	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	24	157	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	25	147	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	26	147	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	27	157	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	28	149	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	29	133	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	4	30	144	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	1	154	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	2	130	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	3	142	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	4	120	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	5	135	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	8	143	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	11	161	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	12	169	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	13	155	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	15	149	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	16	168	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	17	146	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	22	134	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	24	153	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	25	144	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	26	170	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	27	142	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	28	137	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	5	30	126	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	2	147	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	3	151	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	4	148	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	8	160	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	10	159	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	11	134	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	12	168	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	13	159	S3	Craiova	Craiova5_bre

RO0401	RO0082A	6	14	177	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	19	152	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	20	180	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	21	161	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	22	171	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	23	167	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	24	161	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	25	180	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	26	176	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	6	27	161	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	7	16	133	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	7	22	156	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	7	26	128	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	3	123	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	15	125	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	16	132	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	17	141	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	18	146	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	22	126	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	23	125	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	24	121	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0401	RO0082A	8	25	121	S3	Craiova	Craiova5_bre
RO0601	RO0077A	3	28	122	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	1	120	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	2	133	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	3	136	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	4	127	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	6	124	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	13	127	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	14	122	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	20	121	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	24	132	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	27	127	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	28	150	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	4	29	123	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	5	4	132	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	5	13	124	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	5	14	129	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	5	15	132	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	5	22	128	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	5	23	131	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	5	24	134	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	5	26	137	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	4	128	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	12	124	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	14	135	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	15	138	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	16	132	S3	Cluj	Cluj5_dej

RO0601	RO0077A	6	21	123	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	22	130	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	23	126	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	25	124	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	26	131	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	6	27	127	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	9	123	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	20	124	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	21	144	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	22	158	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	23	134	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	24	141	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	27	136	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	7	28	141	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	3	125	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	10	127	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	11	130	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	12	141	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	16	132	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	17	123	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	22	123	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	23	123	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0601	RO0077A	8	25	122	S3	Cluj	Cluj5_dej
RO0801	RO0065A	7	26	125	S17	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	7	28	136	S17	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0065A	8	17	131	S17	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0066A	7	2	122	S19	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	18	130	S19	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0066A	7	28	131	S19	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0068A	8	17	133	S19	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0069A	7	22	127	S19	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0072A	3	17	124	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	3	19	127	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	2	125	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	4	136	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	17	138	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	20	134	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	23	131	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	24	122	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	4	28	128	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	5	14	120	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	5	15	124	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	5	16	123	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	6	11	124	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	6	14	120	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	6	15	125	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	6	16	126	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	6	19	121	S16	Bucuresti	Balotesti

RO0801	RO0072A	7	13	120	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	17	127	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	18	139	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	19	138	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	20	141	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	21	141	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	22	158	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	23	150	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	24	149	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	25	130	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	26	124	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	27	134	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	28	158	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	30	149	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	7	31	140	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	3	155	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	9	122	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	10	129	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	15	132	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	16	121	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	17	122	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	24	121	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	25	131	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	8	29	122	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	10	4	127	S16	Bucuresti	Balotesti
RO0801	RO0072A	10	5	132	S16	Bucuresti	Balotesti

Form 14 Exceedence of ozone target values (2002/3/EC, Article 10(2b) and Annex III)

- Form 14a Stations where the ozone target value for human health is exceeded

Zone code	EoI station code	Number of exceedence days per calendar year averaged over three years	If a full and consecutive set of data of 3 year was not used:calendar year(s) taken into account		
RO0101	RO0085A	5	2006;2007	Iasi	Iasi3_oancea
RO0101	RO0086A	21	2006;2007	Iasi	Iasi4_copou
RO0101	RO0087A	20	2006;2007	Iasi	Iasi5_tomesti
RO0401	RO0080A	62	2006;2007	Craiova	Craiova3_bill
RO0401	RO0081A	5.5	2006;2007	Craiova	Craiova4_isal
RO0401	RO0082A	59.5	2006;2007	Craiova	Craiova5_bre
RO0601	RO0075A	28	2006	Cluj	Cluj3_grigore
RO0601	RO0076A	4	2006	Cluj	Cluj4_dambo
RO0601	RO0077A	34.5	2006;2007	Cluj	Cluj5_dej
RO0801	RO0065A	2.5	2006;2007	Bucuresti	ARPM
RO0801	RO0066A	3	2007	Bucuresti	Titan
RO0801	RO0068A	1	2007	Bucuresti	Berceni
RO0801	RO0069A	1	2007	Bucuresti	Drumul
RO0801	RO0072A	24.5	2006;2007	Bucuresti	Balotesti

Form 14 Exceedence of ozone target values (2002/3/EC, Article 10(2b) and Annex III)

- Form 14b Stations where the ozone target value for vegetation is exceeded

Zone code	EoI station code	AOT40 (May-July) ($\mu g/m^3$) averaged over five years	If a full and consecutive set of data of 5 year was not used: calendar years taken into account (at least 3 year)
no exceedence			

Form 15 Annual statistics of ozone (2002/3/EC, Article 10(2b) and Annex III)

Zone code	EoI station code	AOT40 for vegetation protection (µg/m^3.h)		AOT40 for forest protection (µg/m^3.h)		Annual average
		Value	Number of valid data	Value	Number of valid data	
RO0801	RO0072A	19369	831	36617	1913	58

Bucuresti Balotesti

Form 16 Annual average concentrations of ozone precursor substances (2002/3/EC Article 10(2b) and Annex VI)

- Form 16a Annual average concentrations of recommended volatile organic compounds

	Stations									
EoI station code										
Ethane										
Ethylene										
Acetylene										
Propane										
Propene										
n-Butane										
i-Butane										
1-Butene										
trans-2-Butene										
cis-2-Butene										
1.3-Butadiene										
n-Pentane										
i-Pentane										
1-Pentene										
2-Pentene										
Isoprene										
n-Hexane										
i-Hexane										
n-Heptane										
n-Octane										
i-Octane										
Benzene										
Toluene										
Ethyl benzene										
m+p-Xylene										
o-Xylene										
1,2,4-Trimeth.benzene										
1,2,3-Trimeth.benzene										
1,3,5-Trimeth.benzene										
Formaldehyde										
Total non-methane hydrocarbons										

Form 16 Annual average concentrations of ozone precursor substances (2002/3/EC Article 10(2b) and Annex VI)

- Form 16b Annual average concentrations of other ozone precursor substances

	Stations										
EoI station code											

Form 17 Monitoring data on 10 minutes mean SO_2 levels (1999/30/EC Article 3(3))

EoI station code	The number of concentrations averaged over 10 minutes which have exceeded 500 µg/m^3	The number of days within the calendar year on which such exceedences occurred	The number of the days referred to in the previous column, on which hourly concentrations of sulphur dioxide simultaneously exceeded 350 µg/m^3	The maximum concentration averaged over 10 minutes recorded (µg/m^3)	Date on which the maximum concentration occurred	
					Month	Day of month

Form 18 Monitoring data on 24hr mean $PM_{2,5}$ levels (1999/30/EC Article 5(2))

EoI station code	Arithmetic mean (µg/m³)	Median (µg/m³)	98 percentile (µg/m³)	Maximum concentration (µg/m³)	
RO0069A	36	35	72	88	Drumul
RO0070A	36	33	73	81	Cercul
RO0072A	23	21	54	74	Balotesti

Form 19 Tabular results of and methods used for supplementary assessment (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II), 2000/69/EC Article 5(3) and Annex VI(II) and 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII(II))

- Form 19a Results of and methods used for supplementary assessment for SO_2

Zone code	*Above LV for health (1hr mean)*				*Above LV for health (24hr mean)*				*Above LV for ecosystems (annual mean)*				*Above LV for ecosystems (winter mean)*			
	Area		*Population exposed*		*Area*		*Population exposed*		*Area*		*Ecosystem area exposed*		*Area*		*Ecosystem area exposed*	
	km^2	*Method*	*Number*	*Method*	*km^2*	*Method*	*Number*	*Method*	*km^2*	*Method*	*km^2*	*Method*	*km^2*	*Method*	*km^2*	*Method*

Form 19 Tabular results of and methods used for supplementary assessment (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II), 2000/69/EC Article 5(3) and Annex VI(II) and 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII(II))

- Form 19b Results of and methods used for supplementary assessment for NO_2/NO_x

Zone code	*Above LV for health (1hr mean)*						*Above LV for health (annual mean)*						*Above LV for vegetation*			
	Area		*Road length*		*Population exposed*		*Area*		*Road length*		*Population exposed*		*Area*		*Vegetation area exposed*	
	km^2	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*	*km^2*	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*	*km^2*	*Method*	*km^2*	*Method*

Form 19 Tabular results of and methods used for supplementary assessment (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II), 2000/69/EC Article 5(3) and Annex VI(II) and 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII(II))

- Form 19c.1 Results of and methods used for supplementary assessment for PM_{10} (Stage 1)

Zone code	*Above LV (24hr mean)*						*Above LV (annual mean)*					
	Area		*Road length*		*Population exposed*		*Area*		*Road length*		*Population exposed*	
	km^2	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*	*km^2*	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*

Form 19 Tabular results of and methods used for supplementary assessment (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II), 2000/69/EC Article 5(3) and Annex VI(II) and 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII(II))

- Form 19c.2 Results of and methods used for supplementary assessment for PM_{10} (Stage 2)

Zone code	*Above LV (24hr mean)*						*Above LV (annual mean)*					
	Area		*Road length*		*Population exposed*		*Area*		*Road length*		*Population exposed*	
	km^2	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*	*km^2*	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*

Form 19 Tabular results of and methods used for supplementary assessment (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II), 2000/69/EC Article 5(3) and Annex VI(II) and 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII(II))

- Form 19d Results of and methods used for supplementary assessment for lead

Zone code	*Above LV*					
	Area		*Road length*		*Population exposed*	
	km^2	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*

Form 19 Tabular results of and methods used for supplementary assessment (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II), 2000/69/EC Article 5(3) and Annex VI(II) and 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII(II))

- Form 19e Results of and methods used for supplementary assessment for benzene

Zone code	*Above LV*					
	Area		*Road length*		*Population exposed*	
	km²	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*

Form 19 Tabular results of and methods used for supplementary assessment (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II), 2000/69/EC Article 5(3) and Annex VI(II) and 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII(II))

- Form 19f Results of and methods used for supplementary assessment for carbon monoxide

Zone code	*Above LV*					
	Area		*Road length*		*Population exposed*	
	km²	*Method*	*km*	*Method*	*Number*	*Method*

Form 19 Tabular results of and methods used for supplementary assessment (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II), 2000/69/EC Article 5(3) and Annex VI(II) and 2002/3/EC Article 9(1) and Annex VII(II))

- Form 19g Results of and methods used for supplementary assessment for ozone

Zone code	*Above TV for health*				*Above LTO for health*				*Above TV for ecosystems*				*Above LTO for ecosystems*			
	Area		*Population exposed*		*Area*		*Population exposed*		*Area*		*Ecosystem area exposed*		*Area*		*Ecosystem area exposed*	
	km²	*Method*	*Number*	*Method*	*km²*	*Method*	*Number*	*Method*	*km²*	*Method*	*km²*	*Method*	*km²*	*Method*	*km²*	*Method*

Form 20 List of references to supplementary assessment methods referred to in Form 19 (1999/30/EC Article 7(3) and Annex VIII(II))	
Method	*Full reference*

Form 21 Exceedence of limit values of SO_2 due to natural sources (1999/30/EC Article 3(4))

- Form 21a SO_2 limit value for health (1hr mean)

Zone	*EoI station code*	*Number of exceedences measured*	Natural source code(s)	*Estimated number of exceedences after subtraction of natural contribution*	Reference to justification

Form 21 Exceedence of limit values of SO_2 due to natural sources (1999/30/EC Article 3(4))

- Form 21b SO_2 limit value for health (24hr mean)

Zone	*EoI station code*	*Number of exceedences measured*	Natural source code(s)	*Estimated number of exceedences after subtraction of natural contribution*	Reference to justification

Form 21 Exceedence of limit values of SO_2 due to natural sources (1999/30/EC Article 3(4))

- Form 21c SO_2 limit value for ecosystems (annual mean)

Zone	*EoI station code*	*Annual mean concentration*	Natural source code(s)	*Estimated annual mean concentration after subtraction of natural contribution*	Reference to justification

Form 21 Exceedence of limit values of SO_2 due to natural sources (1999/30/EC Article 3(4))

- Form 21d SO_2 limit value for ecosystems (winter mean)

Zone	*EoI station code*	*Winter mean concentration*	Natural source code(s)	*Estimated annual mean concentration after subtraction of natural contribution*	Reference to justification

Form 22 Natural SO_2 sources: optional additional codes to be defined by Member State (1999/30/EC Article 3(4))	
Natural source code	*Description*

Form 23 Exceedence of limit values of PM_{10} due to natural events (1999/30/EC Article 5(4))

- Form 23a Contribution of natural events to exceedence of the PM_{10} limit value (stage 1; 24hr mean)

Zone	*EoI station code*	*Number of exceedences measured*	Natural event code(s)	*Estimated number of exceedences after subtraction of natural contribution*	Reference to justification

Form 23 Exceedence of limit values of PM_{10} due to natural events (1999/30/EC Article 5(4))

- Form 23b Contribution of natural events to exceedence of the PM_{10} limit value (stage 1; annual mean)

Zone	*EoI station code*	*Annual mean concentration*	Natural event code(s)	*Estimated annual mean concentration after subtraction of natural contribution*	Reference to justification

Form 24 Exceedence of limit values of PM_{10} due to winter sanding (1999/30/EC Article 5(5))

- Form 24a Contribution of winter sanding to exceedence of the PM_{10} limit value (stage 1; 24hr mean)

Zone	*EoI station code*	*Number of exceedences measured*	*Estimated number of exceedences after subtraction of winter sanding contribution*	Reference to justification

Form 24 Exceedence of limit values of PM_{10} due to winter sanding (1999/30/EC Article 5(5))

- Form 24b Contribution of winter sanding to exceedence of the PM_{10} limit value (stage 1; annual mean)

Zone	*EoI station code*	*Annual mean*	*Estimated annual mean concentration after subtraction of winter sanding contribution*	Reference to justification

Form 25 Consultations on transboundary pollution (96/62/EC Article 8(6)) **- Form 25a General**	
Has the Member State consulted other Member States on significant air pollution originating in other Member States? Please tick with ' y' if yes or ' n' if no:	

Form 25 Consultations on transboundary pollution (96/62/EC Article 8(6))																									
- Form 25b Specification per Member State																									
If yes, please:	*AT*	*BE*	*CY*	*CZ*	*DE*	*DK*	*EE*	*ES*	*FI*	*FR*	*GR*	*HU*	*IE*	*IT*	*LT*	*LU*	*LV*	*MT*	*NL*	*PL*	*PT*	*SE*	*SK*	*SI*	*UK*
– tick the MS or country concerned																									
– tick if the agenda(s) of the consultations has/have been added to this report																									
– tick if the minutes of the consultations have been added to this report																									

Form 26 Exceedences of limit values laid down in Directives 80/779/EEC, 82/884/EEC and 85/203/EEC to be reported under 1999/30/EC Article 9(6))						
Pollutant	Limit value exceeded	Monitoring method used	*EoI station code*	Measured value ($\mu g/m^3$)	Reason code(s)	Measures taken

Form 27 Reasons for exceedences of limit values laid down in Directives 80/779/EEC, 82/884/EEC and 85/203/EEC: optional additional codes to be defined by the Member State (1999/30/EC Article 9(6))

Reason code	*Description*

6.10. Part of

REPORT on

STATE OF THE ENVIRONMENT IN ROMANIA

YEAR 2006

(Result of Air Quality Monitoring)

2006 年ルーマニア環境報告書の一部

（大気モニタリング結果）

MINISTRY OF ENVIRONMENT AND DURABLE DEVELOPMENT

NATIONAL ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY

REPORT
on
STATE OF THE ENVIRONMENT IN ROMANIA

YEAR 2006

Bucharest
2007

2. AIR

INTRODUCTION

ACIDIFICATION SO_2, NOx, NH_3.

NMVOC EMISSIONS

POLLUTING WITH HEAVY METALS AND PERSISTENT ORGANIC POLLUTANTS

THE QUALITY OF THE ENVIRONMENTAL AIR

DEPLETION OF THE STRATOSPHERIC OZONE LAYER

CLIMATE CHANGES

CRITICAL ZONES CONCERNING THE ATMOSPHERIC POLLUTION

2.1. INTRODUCTION

Atmospheric pollution may be defined as any change in the composition of the atmosphere due to an sufficient quantity of chemical substances that may alter its normal composition.

Potentially, the atmospheric pollution is one of the most serious issues of the present society, from a temporal point of view – having short and medium term effects, as well as long term ones, and also from a spatial point of view – the mobility and affected regions are large.

The atmospheric pollution directly affects the human health, agricultural and forest fund, depending on the type of pollutants, their concentrations, period and frequency of exposure.

Currently, the most important indicators regarding the air pollution are:

- Emissions of acidifying substances (SO_2, NO_x, NH_3);
- Emissions on ozone precursors;
- Emissions of precursors of the powders in suspension (PM_{10} and $PM_{2.5}$);
- Exceedances of the limit values in the urban areas;
- Exposing the ecosystems to acidification, eutrophication and ozone;
- Producing and consuming ozone depleting substances;

The indicators regarding the air quality are set based upon the data from the air quality monitoring system and emission inventories, and their aim is to estimate the actual state, compared to the quality aims set by the regulations in force.

For 2006, the national air quality monitoring was performed through manual sampling, followed by sample analysis in the laboratory, as well as through the automatic system.

Background and impact pollution were both monitored. The monitoring stations for the background pollution are located in clean conventional areas, at altitudes ranged between 1,000-1,500m and at distances of at least 20 km in relation to the populated centres, roads, railways, industrial entities etc. At these stations, continuous ozone measurements are performed for ground level, nitrogen dioxide, carbon dioxide and precipitation pH.

The automatic air quality monitoring system, functional in 2006, has included the joint air quality monitoring System in the localities on the Romanian-Bulgarian border, along Downstream Danube and the automatic air quality monitoring System in the agglomeration like Bucharest, Iasi, Craiova and Cluj.

The joint air quality monitoring system in the localities on the Romanian-Bulgarian border, along the Downstream Danube consists of seven automatic air quality monitoring systems (14 stations) of the DOAS type (Differential Optical Absorption System), covering four regions (twin cities), located along the two banks of Danube. There is one Romanian city included in each of the four regions – riverside of Danube and the corresponding bulgarian city, located on Danube's other bank. The mirror image of the 4 regions is as it follows: Giurgiu – Ruse, Turnu Magurele – Nicopole, Zimnicea – Svistov and Calarasi – Silistra. DOAS (Differential Optical Absorption Spectroscopy) is an optical method for analysis, based on the luminous radiation absorption by air pollutants. Depending on the chemical composition of the pollutants, their absorption takes place at different wavelengths. The assessed pollutant spectrum is very large, including: CO, NO_2, SO_2, O_3, C_6H_6, PM_{10}, NO, H_2S, CS_2, Cl_2, HCl, NH_3, C_6H_5OH, styrene, toluene and xylene. Concurrently, the stations are equiped with meteorological sensors offering information regarding the temperature, relative humidity, solar radiation, wind direction and speed.

The data from the "twin" towns are automatically verified and presented to the public on a screen placed in the centre of each town.

The automatic air quality monitoring system in the agglomerations such as Bucharest, Iasi, Craiova and Cluj has been working since the beginning of 2004 (Bucharest) and 2005 in the other areas.

The data referring to air quality (SO_2, NO_x, CO, O_3, benzene, PM_{10}, $PM_{2,5}$, lead) are supplied to the public in real time.

By the agreement no. 84-2005 - "Preventing natural catastrophes and air pollution – Component II - Air quality monitoring", The National Network shall become functional in 2008 and will include 94 automatic monitoring stations.

Knowing the values of the national atmospheric pollutant emissions represents an important element in defining the impact of the socio-economical development on to the environment and forms the necessary foundation for the environmental protection policies development.

The data highlighting the acidifying gas emissions have been set based on some estimation models and calculations, presented in "Atmospheric Emission Inventory Guidebook - 2006" – the last CORINAR guide appeared. The national atmospheric pollutant emission inventory is annually carried out for the year 24 months previous to the current year. In the report, there are presented the data of 2005, reported to the secretariat CLRTAP and AEM on 15th February 2007, complying with the requirements concerning the Long-Range Transboundary Air Pollution Convention, since 1979, adopted in Romania by *Law 271/2003.*

2.2. Acidification. Sulphur dioxide, nitrogen and ammonia oxides (SO_2, NO_x, NH_3) emissions

Acidification is the changing process of natural chemical feature of an environmental component, as result of the presence of some allogeneous compounds that triggers a series of chemical reactions in the atmosphere, leading to changes in air pH, precipitations and soil.

The process of forming acid deposits starts with the reaction between three pollutants (SO_2, NO_x, NH3), solar light and water vapours that generates acid compounds. During precipitations, the acid compounds are deposited on ground or in water. At other times, the gases may

2.5. Quality of the environmental air

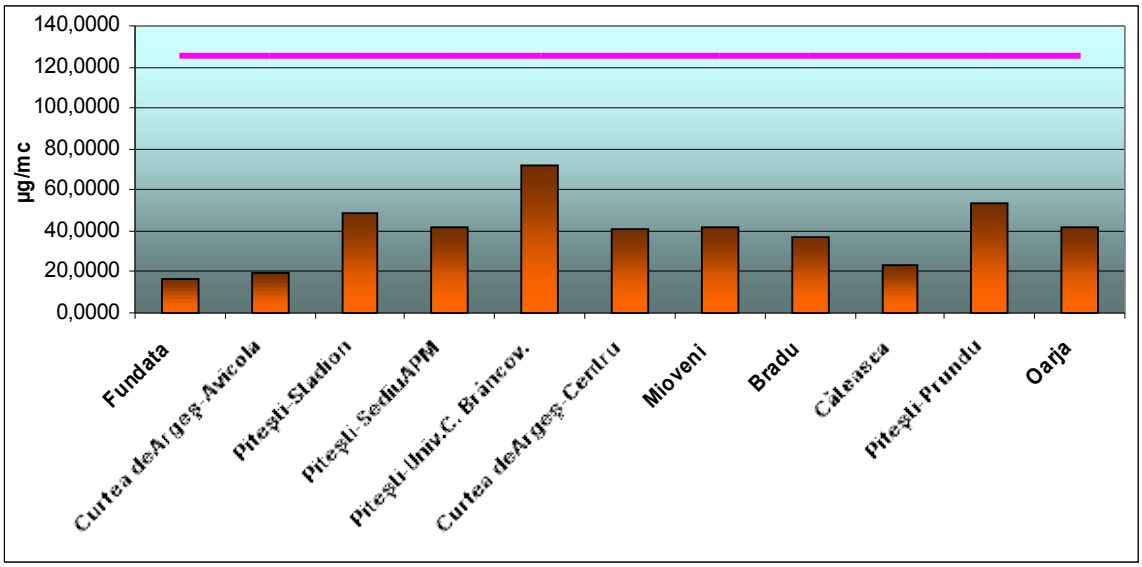
2.5.1. Sulphur dioxide concentrations

Annual average SO_2 concentrations have nationally been above the daily limit value for human health protection (125 μg/m^3) or annual ecosystem protection (20 μg/m^3) stipulated in the *Order of the Ministry of Environment and Water no. 592/2002*.

Due to historical pollution and to current one produced by S.C. Sometra Copsa Mica, in the Copsa Mica area – Medias remains a critical area concerning the SO_2 concentration in the air. An increase in the annual average SO_2 concentration is noted for 2005 (21,5 μg/m^3) and 2006 (Copsa Mica – Observatory – 30,05μg/m^3 and Copsa Mica – Hospital – 53,87 μg/m^3) compared to 2004 (21,05 μg/m^3), thus exceeding the annual limit value for protecting the ecosystems.

The annual average concentration has exceeded the limit value of the ecosystem protection in almost all monitoring points in Arges County (figure 2.5.1). The main activities generating great concentrations of SO_2 are processing petroleum products (Arpechim Pitesti), cement production and production processes (HOLCIM Campulung).

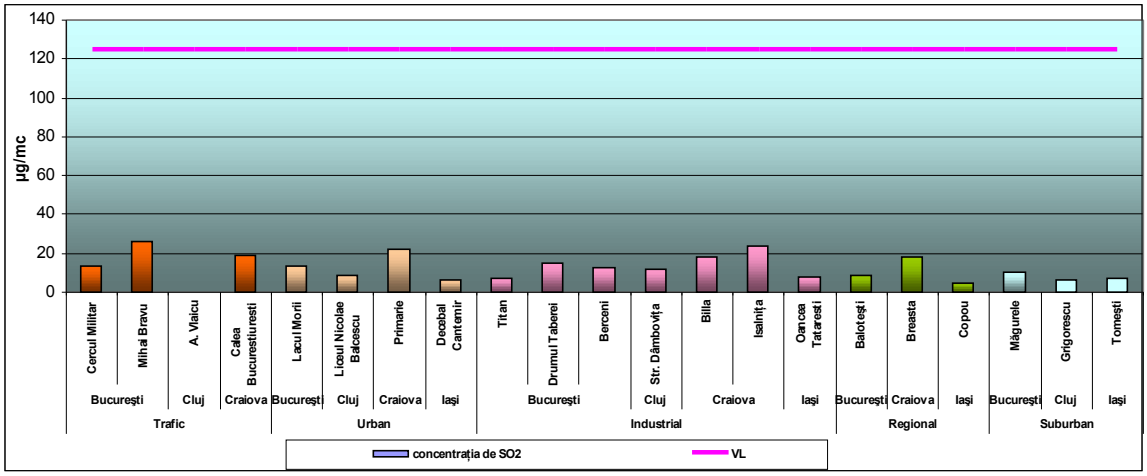
Fig. 2.5.1. Sulphur dioxide concentrations (μg/m^3) in Arges County for 2006



In Prahova County, annual concentrations were discovered, of 20.1 μg/m^3 (RENEL point), 22.3 μg/m^3 (Brazi point) and 20.4 μg/m^3 (A.P.M. Headquarters), which exceed the limit value for the ecosystem protection.

By PHARE project for 2002 of "Improving the national network of air quality monitoring", four agglomeration areas were equipped with automatic stations: Iasi, Craiova, Cluj-Napoca and Bucharest. The annual averages of sulphur dioxide registered by means of these networks are represented in figure 2.5.2.

Fig. 2.5.2. Sulphur dioxide concentrations (µg/m3) in Iasi, Craiova, Cluj-Napoca and Bucharest for 2006

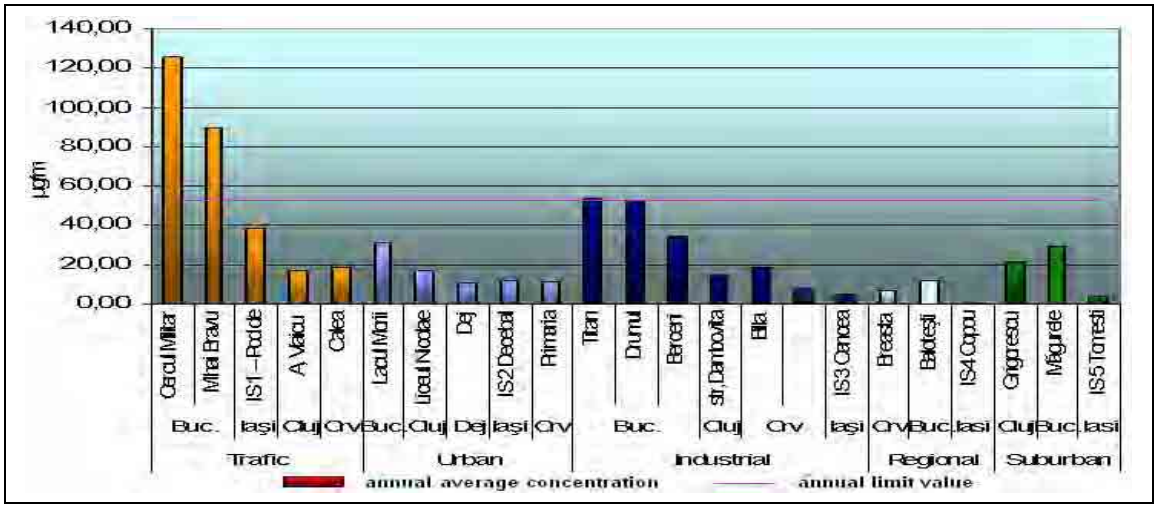


2.5.2. Nitrogen dioxide concentrations

The data resulted from monitoring the nitrogen dioxide concentrations (NO_2) in 2006 indicate that the average annual values are situated below the annual limit value for human health protection plus the tolerance margin (which was 53.34 µg/mc in 2006), and below the annual limit value for protecting the ecosystems (30 µg/mc) set by the Order of the Ministry 592/2002, except for Bucharest.

Here, the average annual concentration exceeds by far the limit value plus the tolerance margin at Cercul Militar and Mihai Bravu traffic stations at by 0.66 µg/mc at Titan industrial type station.

Fig. 2.5.3. Nitrogen dioxide concentrations (µg/m3) in Iasi, Craiova, Cluj-Napoca and Bucharest for 2006

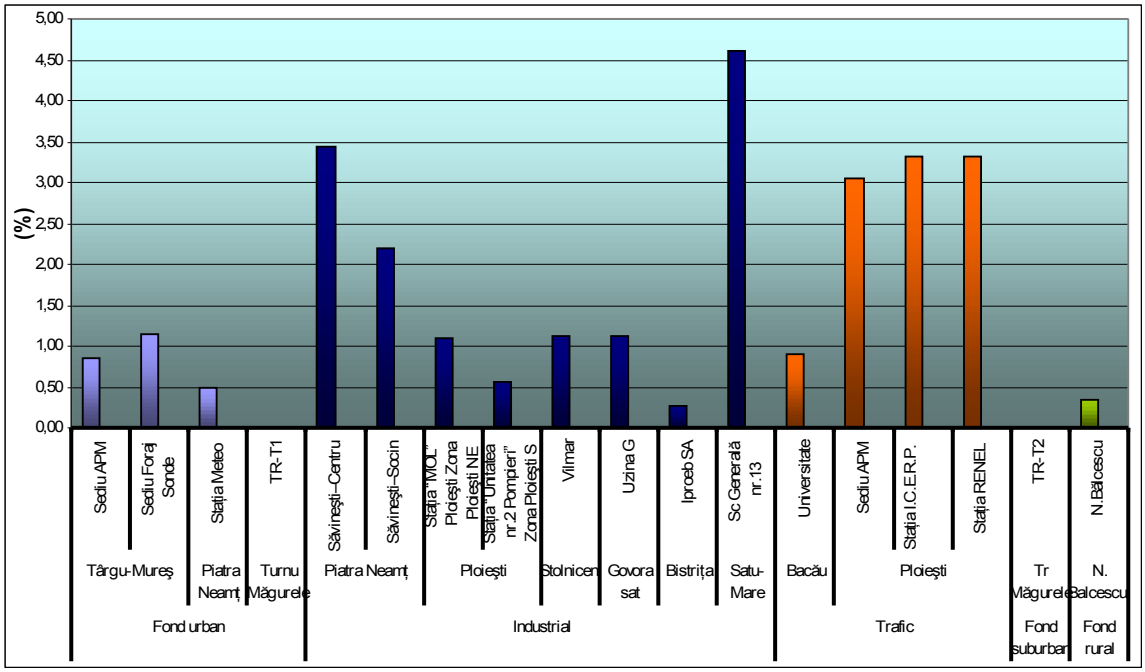


2.5.3. Ammonia concentrations

Regarding the environmental air quality, 28.225 ammonia indicator determinations were accomplished nationally (hourly sampling or at every 30 minutes). The average concentrations obtained were reported to "Air in the protected areas" STAS 12574/87, where the maximum admissible concentrations are 0.3 mg/m^3 for an average of 30 minutes, respectively 0.1 mg/m^3 for daily average. For the automatic stations in the air quality monitoring system at the frontier between Romania and Bulgaria, the report for the measured values is done for the standard mutually negotiated with the neighbour party. For ammonia, the maximum admissible concentration negotiated with the Bulgarian party – samples taken daily – is the same as the maximum admissible concentration according to STAS 12574/87.

In 2006, exceedances have been registered for the maximum admissible concentration in ten localities, and the frequency of the exceedances is shown in the diagram of figure 2.5.4.

Fig. 2.5.4. The frequency of the maximum admissible ammonia (NH_3) concentration exceedances.



2.5.4. Tropospheric ozone production (photochemical pollution)

Ozone is the allotropic form of oxygen, having the molecule made of three atoms. This is a bluish coloured and very toxic strong oxidant, having a characteristic odour. This may be naturally formed in the atmosphere from lightning discharges and solar ray action or artificially, as a result of the reactions of some noxious substances, originated from terrestrial pollution sources.

The ozone formed on the lower side of the troposphere is the main pollutant in industrialised cities. The tropospheric ozone is formed from nitrogen oxides (especially

nitrogen dioxide), volatile organic compounds – VOC's, carbon monoxide in presence of solar rays, as an energy source for chemical reactions.

Ozone provides the basis of smog forming (photochemically) and causes serious consequences on human health, being deemed as one of the most severe pollutants – it has an impact on the respiratory system (breathing discomfort, reduction in lung function and asthma), irritates the eyes, causes nasal congestion and reduces the immune system's ability to fight off infections. It also has negative consequences on plant productivity and health, by affecting the photosynthesis mechanism and the forming process of the leaves and developing the plants.

In 2006, determinations of the tropospheric ozone have been made in Bucharest and Suceava, Arges, Arad, Timisoara, Caras Severin, Calarasi, Dambovita, Giurgiu, Teleorman, Satu Mare, Cluj, Iasi and Dolj counties.

In the table 2.5.1. are showed the localities in where target value exceedances have been registered for this type of pollutant .

Table 2.5.1. The localities where ozone target value exceedances have been registered.

County	Locality	Station	Average concentration	M.U.	Frequency of the target value overflow (120µ g/m^3)- %
Calarasi	Calarasi	Chiciu	54.26	µg/m^3	0.06
Calarasi	Calarasi	DSV	50.26	µg/m3	1.37
Giurgiu	Suburban	12 Portului Street		µg/m3	1.951
Giurgiu	Urban (U)	Public – G2 Bul.		µg/m3	0.741
Teleorman	Turnu Magurele	TR-T1	58.84	µg/m3	1.83
DOLJ	Craiova	Billa	68	µg/m3	8%
DOLJ	Craiova	Isalnita	48	µg/m^3	0.19%
DOLJ	Craiova	Breasta	54	µg/m3	0.22%

The statistical assessment of the results obtained in 2006 indicates that no hourly average concentration has reached neither the informing nor warning limits (180 µg/m^3 and respectively 240 µg/m^3) set by the *Order of the Ministry of Environment and Water no. 592/2002*.

2.5.5. Powders in suspension (PM_{10} si $PM_{2,5}$)

In the atmosphere, besides gases and noxious vapours, there are also dusts and powders in suspension.

Depending on the sizes and behaviour in the atmosphere, powders are classified thusly:

- Powders in suspension:
  - Suspensions having the diameter > 10 µm are stable and have reduced diffusion into air;
  - Suspensions having the diameter between 10 µm and 0.1 µm are featured by a stability and greater air diffusion power ;
  - Suspensions having the diameter < 0.1µm, with great stability and atmosphere diffusion capacity;
- Powders, with the diameter greater than 20 µm: after they are released into the atmosphere, they deposit.

The atmospheric pollution with powders may have natural sources, such as wind carrying around the particles from the ground surface or anthropical sources: production processes (metallurgical industry, chemical industry etc.), combustion in energy industry,

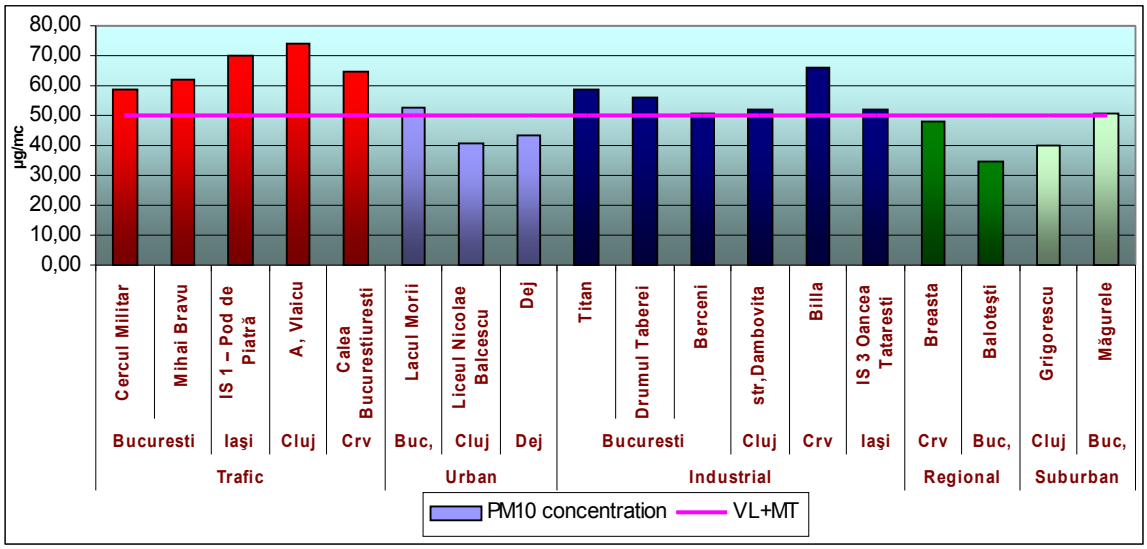
construction sites and road transport, dumps and industrial and municipal waste deposits, individual heating systems, especially those that use solid fuels etc.

The nature of these powders is extremely diversified. Thus, they may contain carbon particles (lampblack), heavy metals (lead, cadmium, chrome, manganese etc.), iron oxides, sulphates, but also other noxious dangers having carcinogenic effects (as is the case of persistent organic pollutants PAH and PCB, absorbed on the surface of the solid aerosol particles).

Generally, powders have an irritating effect onto the respiratory ways, and the specific action is related to their chemical composition. The powders have low stability and depose easily. The diffusion power is reduced, and they do not enter into the pulmonary lobes, therefore they are not dangerous for humans. However, they act onto the flora, negatively influencing the photosynthesis, obstructing the ostioles, thus disordering the respiration. Plants do not develop sufficiently, and the biological mass drops.

In figure 2.5.5, there are presented the annual average concentrations of PM_{10} in the 4 agglomerations areas (Iasi, Cluj, Craiova and Bucharest) at traffic, urban, industrial, regional and suburban stations. It may be noted that the annual average concentration values exceed the limit value plus the tolerance level (50 µg/mc) for all traffic and industrial-type stations. It may also be noted there is a slight exeedance at the urban station “Lacul Morii” in Bucharest, as well as at the suburban one in Magurele (by 1 µg/mc).

Fig. 2.5.5. PM_{10} annual average concentrations in Iasi, Craiova, Cluj-Napoca and Bucharest for 2006.



In figure 2.5.6, it may be noted that the greatest frequency of the MAC exeedance for powders in suspension is recorded at Astra Vagoane, Arad (64.73%), followed by Arad Electric Plant. The high concentrations for powders in suspension are due to road transport, own heating systems with wood, coal and diesel, construction activities etc.

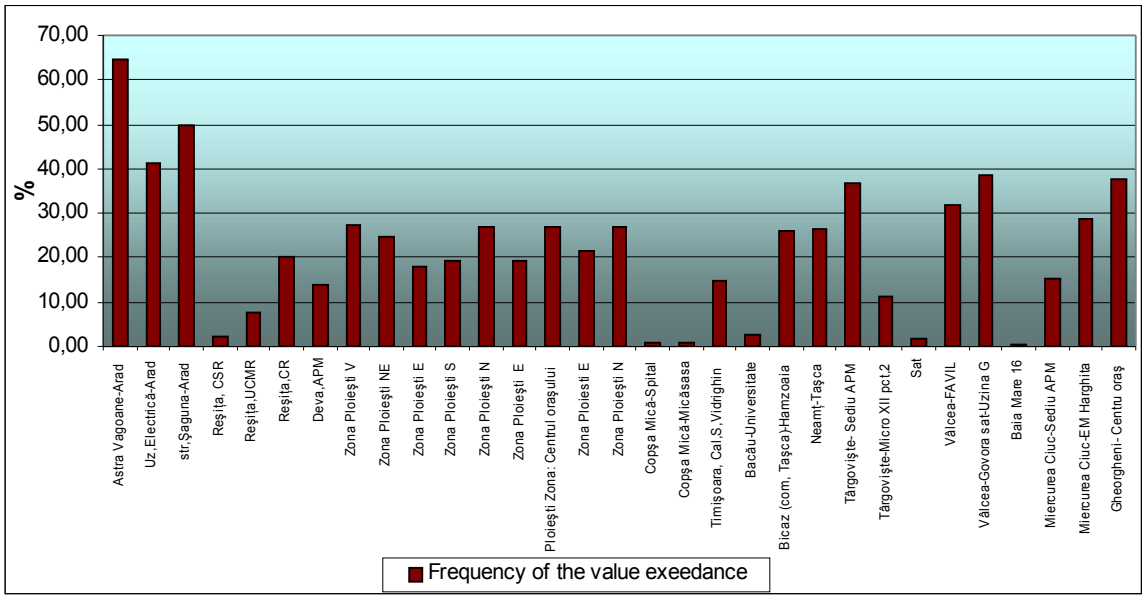
In Targoviste, the average concentrations for the total of powders in suspension (TPS) in 24 hours have exceeded MAC for 24 hours (0.15 mg/mc), according to STAS 12574/87, at the two sampling points (Micro XII and EPA Headquarters).

The average concentration values for the total powders in suspension (TPS) have exceeded the annual MAC (0.075 mg/cbm), according to STAS 12574/87, at the two sampling points and globally in Targoviste area (0,099 mg/cbm). According to Order 592/2002, the annual average concentration value for breathable powders (PM10) has

exceeded the annual MAC (46.7 mg/cbm), having a value of 75.5 mg/cbm at the sampling point located at EPA headquarters.

The main sources associated to this area are: S.C. Mechel S.A., S.C. UPET S.A., S.C. Nemo S.A. and road transport.

Fig. 2.5.6. The frequency of overflowing the concentration of maximum admissible powders in suspension.



2.5.6. Quality of the environmental air – heavy metals

By systematic measurements of the pollutants in the area of Sibiu – Copsa Mica and Baia Mare, the exeedances of the maximum admissible Pb (0.7μg/m^3) and Cd (0.02 μg/m^3) concentration (according to STAS 12574/1987) is highlighted, as well as that of the annual limit value of Pb of the PM_{10} fraction (0.834 μg/m^3) (according to the *Order of the Ministry of Environment and Water no. 592/2002)*. The values of the Pb concentrations of PM_{10} fraction are highlighted in figure 2.5.7. for various localities on the Romanian territory.

The content of Cd in TPS is higher in Copsa Mica area due to pollutant emissions from the industrial platform of S.C. Sometra S.A. and in Baia Mare area (Fig. 2.5.8)

Fig. 2.5.7. Pb concentrations of the PM_{10} fraction, defined in 2006.

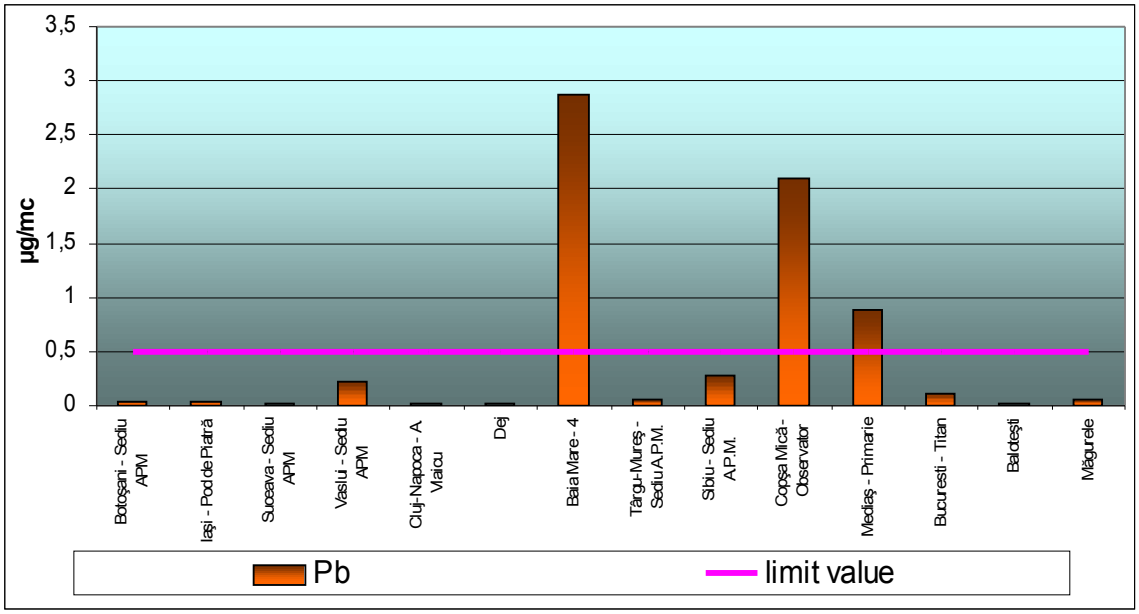
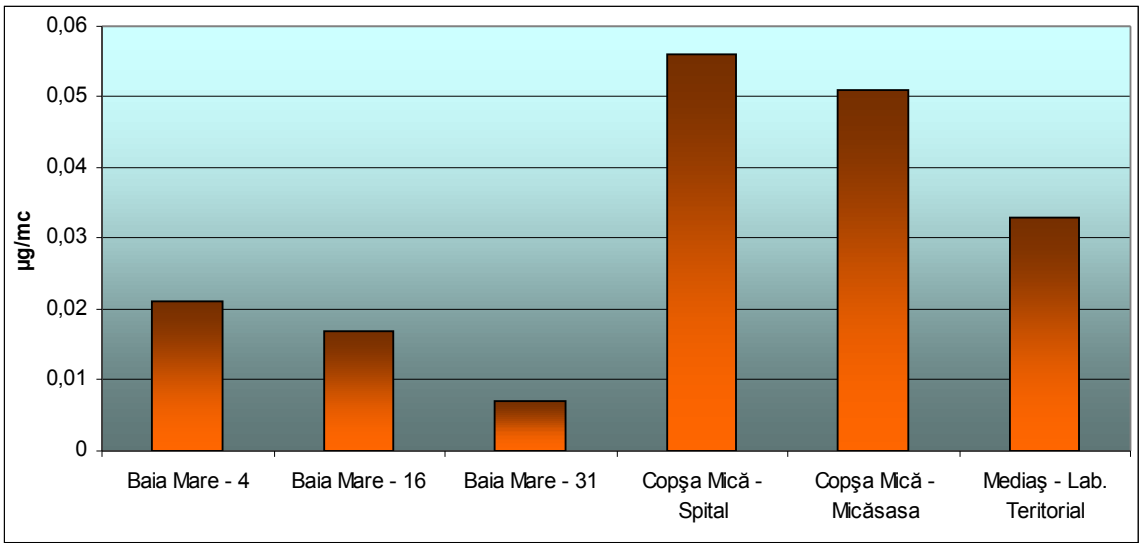


Fig. 2.5.8. Cd concentrations from TPS in Baia Mare and Copsa Mica in 2006



2.6. Depletion of stratospheric ozone layer

In it's natural state, ozone is to be found in the stratosphere, having a concentration of 0.04 ppm, at an altitude of about 10-50 km and a maxim between 20 and 35 km.

The stratospheric ozone layer is defined by the Vienna Convention as being the "Atmospheric ozone layer above the planet's boundary layer".

The noticeable reduction of the stratospheric ozone may lead to tropospheric temperature drops, by decreasing the descendant radiation flow. The destruction of the stratospheric ozone is deemed to be the main cause of the lower stratosphere cooling, which may have a significant impact onto the tropospheric climate.

The deterioration of the ozone layer has been one of the first global environmental issues debated and presented to the public of the European Community. The irreversible consequences of this phenomenon over the terrestrial and aquatic ecosystems, human health, as well as over the climatic system have lead to the necessity of adopting some important decisions worldwide and, as a result, in 1985, there have been established the

principles of international collaboration with regard to protecting the ozone layer, within the Vienna Convention, followed by the Montreal Protocol concerning the ozone-depleting substances, elaborated under the leadership of the United Nations Environmental Programme (UNEP), which has come into force on 1st January 1989.

The stratospheric ozone concentration is affected by a great variety of internal processes, such as chemical destruction by halogens or external, such as oscillations of the solar radiation (particularly the UV radiation). The stratospheric ozone has an active role in defining the thermal, dynamical and chemical structure of the stratosphere and troposphere and therefore, it exerts a direct impact onto climate.

The halogens discharged from the ground, mainly in the form of chlorofluorocarbons (CFCs), hydro chlorofluorocarbons (HCFCs) and brominated hydrocarbons are converted into active forms, in the middle and higher stratosphere, where they contribute to increasing the natural levels of chlorine, thus destroying the ozone. For the middle latitudes of the Northern hemisphere, the decrease of the total ozone is of approximately 2-4% by decade; in the last years, the decline of the total ozone was slower, but the measured values are far from those previous to 1980. The chlorine and other chemical product quantities damaging the ozone have reached the maximum in 1997-1998, being however maintained at high values in the stratosphere. A great part of the recent internal differences may be explained by meteorological changeability, but it is not yet possible to exactly quantify the exact anthropic or natural influences.

The foreseen drop of stratospheric chlorine and bromine for the following 50 years, by entire implementation of the measurements stipulated in the Montreal Protocol and further amendments, shall lead to an increase of the ozone global quantity, although there are differences in projections provided by various global models.

Romania is classified as a country acting based upon Article 5 of the Montreal Protocol, paragraph 1 and was allowed a 10 year grace period until applying the necessary elimination measures stipulated in Article 2 of the Protocol, as well as to those countries having an annual consumption of readjusted substances noted in Annex A, being smaller than 0.3 kg/head.

The ozone-depleting substances will be discussed in chapter 8 “Waste. Dangerous substances and preparations”.

2.7. Climate changes

2.7.1. General environment

Climatic changes are a direct or indirect result of the human activity, which determines the change of the global atmospheric composition, to which the natural climate changeability is added, observed over a comparable period of time.

The greenhouse effect is due to selective absorption by the molecules of gases having a greenhouse effect (carbon dioxide, methane, nitrogen protoxide, hydrofluorocarbons, perfluorocarbons and sulphur hexafluoride) of the thermal radiation released by the Earth and its isotropic reemission into the extra-atmospheric space, as well as towards Earth. The infrared radiation released

which is efficient from a technical and economical point of view. The operation of the scheme is based on the transaction of greenhouse gas emissions certificates, which have been allocated to the operators detaining plants where activities are performed, readjusted by G.D. no. 780/2006, to the extent they comply with the stipulations regarding the limits for CO_2 emissions. A greenhouse gas emissions certificate represents the title conferring the right to a plant to emit a ton of equivalent carbon dioxide, during a set period and which is valid for fulfilling the aim of the G.D. no. 780/2006 and transferable in the conditions stipulated by this normative act.

In order to implement the G.D. no. 780/2006, the National Allocation Plan (available at www.eu-ets.ro), by means of which the Romanian Government sets the number of greenhouse gas emissions certificates, which it plans to allocate nationally for the period 2007-2012, including their distribution for those plants where one or more activities are performed, as stipulated in the G.D. no. 780/2006. NAP also describes the methodology and principles which are the basis for performing the allocation of the greenhouse gas emissions certificates. The National Allocation Plan was transparently elaborated, the applied methodology and principles being subject to public's commentaries for a period of 30 days, according to the legislation in force, starting with 29th of August 2006.

247 plants performing their activities in the sectors below were identified by means of NAP: energy, oil refinement, ferrous metal processing and production, cement, lime, glass, ceramics, cellulose and paper. Allocating the number of greenhouse gas emissions certificates by sectors was performed based upon greenhouse gas emissions projections, by taking into consideration the increase in production of the sectors/subsectors that is subject of G.D. no. 780/2006.

The National Allocation Plan is subject to European Commission's assessment, only becoming operational after the European Commission notifies its approval and further approval, by means of a decision from the Romanian Government.

The information referring to implementation of the Directive 2003/87/CE concerning the Romanian greenhouse gas emissions certificates trading scheme is at the disposal of all interested factors, on the site specially created for this purpose: www.eu-ets.ro.

2.8. Affected zones and risk zones concerning atmospheric pollution

The affected zone or hot zone is the one on whose territory systematic environmental quality indicators overflows are recorded, compared to standard norms, thus causing serious deterioration of the environmental state, with a series of consequences on human health, economy and country's natural capital.

In the industrialised areas, due to high emissions into the atmosphere of noxa specific to each industry type, there appear zones at atmospheric pollution risk.

The affected zones and zones at atmospheric pollution risk are:

North-East Zone

In Zone 1 North-East, the zones at atmospheric pollution risk are located in the vicinity of the large industrial platforms. The main pollutants in Zone 1 North – East are pointed out in table 2.8.1.

Table 2.8.1 Local atmospheric pollution sources in the Nort-Eastern Zone.

COUNTY	LOCAL SOURCES OF POLLUTION	ACTIVITY TYPE ACCORDING TO GEO 195/2005	MAIN ATMOSPHERIC POLLUTANTS
Bacau	S.C Amurco SRL Bacau	- thermal energy and inorganic chemical substances production and distribution	powders, NH_3, CO, CO_2, N_2O, NOx, SO_2
	SC CET SA Bacau	- electric power and thermal energy production	powders, SO_2, CO, CO_2, NOx, VOC, CH_4, N_2O, As, Cd, Cr, Hg, Ni, Zn, Pb
	SC Agricola International Bacau	- food industry	NH_3, CH_4, SO_2, CO_2, CO, VOC, NOx, N_2O
	SC Chimcomplex SA Onesti	- manufacturing and trading of organic and inorganic chemical products	SO_2, CO_2,NOx, CO, VOC, N_2O, CH_4, Cl_2, HCl
	SC Rafo SA Onesti	- oil refinement and natural gas processing	powders, CO_2, CO, N_2O, CH_4, VOC, SO_2, NOx
	SC Carom SA Onesti	- manufacturing synthetic rubber and petrochemical products	powders, CO_2, CO, N_2O, CH_4, NOx, SO_2
Botosani	SC Termica SA Botosani	- combustion plants, with a nominal thermal power > 50MW	SO_2, NO_2,
Iasi	SC "CET IASI" SA-CET I and II	- energy production	SO_2, NO_2, PM_{10}
	SC Fortus SA IASI	- metallurgy	SO_2, NO_2, CO, PM_{10}, metals
	SC Euro casting SA	- metallurgy	SO_2, NO_2, CO, PM_{10}, metals
	SC Mittal Steel SA IASI	- metallurgy	SO_2, NO_2, CO, PM_{10}, metals, HCl, ZnO
	SC Ceramica SA	- manufacturing ceramics	powders, SO_2, NO_2, CO
	SC Sayegh Conex Paint SA Miroslava	- chemical industry	VOC, PM_{10}
	SC Antibiotice SA	- pharmaceutical industry	powders, SO_2, NO_2, CO, VOC
	SC Moldomobila Romania SA IASI	- furniture industry	powders, SO_2, NO_2, CO, VOC
Suceava	S.C.TERMICA S.A.	- energetic industry - combustion plants, with a nominal thermal power greater than 50MW	powders, SO_2, NOx, CO, heavy metals
	S.C.AMBRO S.A	- industrial plants for manufacturing: cellulose from wood or other fibrous materials; paper and cardboard (production capacity > 20 t/day)	powders, SO_2, NOx, CO, H_2S, mercaptans

For Bacau as well as for Onesti, the affected zones are the industrial platform South Bacau and Trotusului Valley (the zone of the industrial platform Onesti-Borzesti) during the relatively reduced frequency apparitions of thermal reversals, especially during the cold season.

The data resulted from air quality monitoring in Suceava County indicate the municipality is affected by air pollution with mercaptans (frequency of exceeding the 65%) and powders PM_{10} in suspension (frequency of exceeding the 27.82%) for 2006.

For Vaslui County, we cannot refer to zones affected by an atmospheric pollution point of view. While overflows were recorded for the PM_{10} indicator – at monitoring point within the limits of the Environmental Protection Agency headquarter (frequency of exceeding 39.73%), and the cause of these overflows is the intense traffic in this zone.

South-East Zone

In 2006, for Braila County there were no affected zones signalled with regard to atmospheric pollution. The highest quantity of pollutant emissions into the atmosphere

originates from combustion of the fossil fuels in the energetic sector and county's two large plants in this sector are placed at a very small distance one from the other, in the same suburban zone of Braila city. As consequence, Chiscani area could be deemed a zone at atmospheric risk, as the measurements performed with modern apparatus at the sampling point of the monitoring network placed exactly in the area, have not emphasised overflows of the limit value. The explication may be given by forecast parameters, dominant winds carrying these emissions to great distances from the generation points.

In Buzau County, there are no zones affected by atmospheric pollution, but there is one at risk, where accidental pollutions may appear, for short periods of time, in Buzau Municipality, in Posta quarter, bordering the industrial zone of the municipality. Starting with August 2006, definitions of powders in suspension were performed – PM_{10} in this zone and overflows of the admitted limit values were recorded. By assessing the emissions monitoring results for the main emission sources in the area, it was noticed there were no recordings of admitted limit value overflows for emissions. In conclusion, the causes of recording the overflows for powders in suspension – PM_{10} are not precisely known, EPA Buzau following to continue the investigations.

For Constanta County, the zones at atmospheric pollution risk are:

- Central zone of the agglomeration in Constanta, as it appears from the preliminary air quality assessment, performed by INCDIM Bucharest shaping.
- Termoelectrica S.A., the adjacent zone CET Palas, by emissions characteristic to the great combustion plants plants (NOx, SO_2, PM_{10})
- Adjacent zone LAFARGE ROMCIM Medgidia, especially by fine powder pollution, high quantities in short time intervals, due to stopping the electro-filters.
- Constanta Port zone, in the area of operating oil, bulk powdery products, by powder emissions. The main operators of such substances are: MINMETAL S.A. and SICIM S.A., CHIMPEX, SA, COMVEX SA.
- Navodari Rompetrol zone – refinement and petrochemistry, by CO, SO_2, H_2S gas emissions and volatile hydrocarbons.
- Oil Terminal Zone, North Deposit and Constanta Port Deposit – stocking and transporting the oil products, by volatile hydrocarbon emissions due to accidental losses as well as phreatic pollution.
- Measures for reducing the impact were taken by the investments stipulated in the conformation programmes.

For Galati County: In 2006, no zones affected by atmospheric pollution were signalled. The zones at atmospheric pollution risk for Galati County are in the industrial sector: the zones adjacent to the industrial platform where the largest iron and steel plant S.C. MITTAL STEEL S.A. is located, which holds 9 IPPC equipments, S.C. ELECTROCENTRALE S.A. holding 3 IMA equipments, where ammonia, phenols, nitrogen dioxide, sulphur dioxide, PM_{10} accidental pollutions may appear from.

Potential pollution sources by types of activity:

- Iron and steel industry
  - Coke ovens – SNAP group 010406: CH_4, CO, CO_2, N_2O, NMVOC, NOx, SO_2;
  - Agglomeration plants - SNAP 030301 group: As, Cd, CH_4, CO, Cu, DIOX, Hg, NMVOC, NOx, Pb, SO_2, Powders, Zn;
  - Lime production – SNAP 030312 group: CH_4, CO, CO_2, NMVOC, NOx, SO_2, powders;
  - Loading the oven (furnace) by air blower - SNAP 040202 group: Cd, Ni, Pb, Powders, Zn;
  - Evacuation of crude iron (smelting) - SNAP 040203 group: As, Cd, Cr, Cu, Hg, PAH, Pb, Powders, Zn;
  - Oxygen blast furnaces for producing steel (steel converters) - SNAP 040206 group: As, Cd, Cr, Cu, Hg, PAH, Pb, Zn;

  - Rolling mills - SNAP 040208 group: CH_4, CO, Cr, Ni, NMVOC, NOx;
  - Engines - SNAP 080203: Benzo(a)pyrene, Benzo(b)fluoranthene, Cd, CH_4, CO, Cr, Cu, Fluoranthe, N_2O, NH_3, Ni, NMVOC, NOx, PAH, Se, SO_2, Powders, Zn;

  Other sources:
- Energetic sector:
  - Combustion in energy and transformation industries - SNAP 01 group: SO_2, NOx, CH_4, NMVOC etc.
- Extraction and distribution of fossile fuels - SNAP 05: NMVOC, CH_4
- Roadway traffic - SNAP 07 group: NMVOC, SO_2, NOx, powders in suspension.
- Other mobile sources - SNAP 08 group: SO_2, NOx, Powders

Pollution in Galati County originates especially from the increase in the quantities of iron oxides, non-ferrous metals and powders resulting from iron and steel works.

In 2006, for Tulcea County no zones affected by atmospheric pollution were signalled. In the conditions of causing some failures in the units' plants – the industrial zone in Tulcea-West may become such an affected one. On the industrial platform in Tulcea-West, the main industrial units perform their activity, being potential pollutants of the atmosphere.

- SC Alum SA Tulcea – having non-ferrous metallurgy as activity domain – generates a series of noxa affecting the environmental quality, due to its performed activity. A potential environmental pollutant is the plant for obtaining calcined alumina, by powder emissions, sulphur oxides and nitrogen oxides into the atmosphere. Calcinations generate burned gases loaded with aluminium powders. The increased powder concentrations appear when a calcining equipment works in emergency state, when the electro-filter retains about 10% of the Al_2O_3 powder, the rest being evacuated into the atmosphere. In order to limit the NO_x evacuations into the atmosphere, the unit has purchased equipments for online monitoring of emissions at exhaust chimneys from CET and calcination;
- SC FERA SRL – located in the West area of Tulcea Municipality – has great impact on the atmosphere quality of the city by noxas evacuated sequel to powders flowing from technological gases evacuated through the chimney, powders also containing heavy metals. The unit consists in Ferroalloy Divisions I and II. The feature of activity is ferroalloy production. Noxa emissions into the atmosphere take place due to existent malfunctions of the purging equipments and noxa exhaust when discharging through the skylights of the divisions. In order to limit noxa evacuations into the atmosphere, the unit has performed environmental investments – a flue gas purging equipment for the furnace in FERO I and the furnace in FERO II, flue gas capture through the discharge hole at furnace IV in FERO II division, filters for retaining the emissions for the exhaust chimneys of the purging equipments for the furnaces I and II in FERO I.

Concerning the air pollution in Vrancea County, there are no records of zones at pollution risk; there are no records of systematic overflows of the air quality indicators either, compared to standard norms.

South-Muntenia Zone

Basic pollution is represented by existent pollution in the areas where there are no direct influences from different pollution sources.

Impact pollution is represented by pollution due to gas emissions and particles resulting as consequence of human activities. The main pollutants are greenhouse gases, acidifying substances, those substances destroying the ozone layer, heavy metals and persistent organic pollutants, volatile organic compounds, fine particles etc.

In South Muntenia Zone, the areas affected by atmospheric pollution are:

Campulung (Arges County), Calarasi (frequency of the overflows for the monitored pollutants is below 1%), Oltenita, Tamadau Mare, Stefan cel Mare (Calarasi County), Targoviste (frequency of the overflows for PM_{10} is 69.11%, TPS 36.81% and powders16.66%), Fieni (frequency of the overflows for powders 16.66%), Doicesti (Dambovita County) (frequency of the overflows for TPS 1.99%), Slobozia (frequency of the overflows for PM_{10} of 69%, NH_3 66% and powders 2%), Tandarei, Urziceni (Ialomita County), Ploiesti (frequency of

the overflows for NO_2 of 15.235%, NH_3 3.324% and H_2S 1.108%), Campina, Comarnic, Azuga (Prahova County), Turnu Magurele (frequency of the overflows for NO_2 of 0.95%. PM_{10} 12.85%. NH_3 0.48% and H_2S 0.08%).

In Giurgiu County there are no zones affected by atmospheric pollution.

South-West Oltenia zone

In Dolj County there are several zones affected by atmospheric pollution, namely:

Isalnita industrial platform (Doljchim and CET I Isalnita) discharges a series of pollutants into the atmosphere (nitrogen and sulphur oxides, carbon monoxide and dioxide, volatile organic compounds, powders), generating great volumes of used industrial waters and producing high quantities of waste (ash and waste resulted from the thermal power station. For the two waste dumps: one in Isalnita and the other in Valea Manastirii (Monastery's Valley). Dust is spread, when dry winds blow.

The industrial platfom in Podari has a slighter impact onto the environment.

The South-Eastern platform (Electroputere. M.A.T.. Reloc. I.U.G.) generates emissions of pollutants and noise into the atmosphere.

The roadway and railway traffic produces emissions of chemical pollutants, powders and noise, the most frequent trunks being: N. Titulescu, Calea Bucuresti and Decebal Ave.

In Calafat and Bailesti zone, we do not have zones affected by atmospheric pollution.

Kozlodui nuclear power plant represents a potential radioactive polluting danger, in case of an accident. Up to now, no overflows were signalled yet.

In summers, in the adjacent zone of Danube river, powders are carried around in the atmosphere from unsteady sandy soils.

In Gorj County the areas declared as affected are those where major pollutants have their influence, namely:

- Rovinari – pollutants originated from SC Complexul Energetic Rovinari SA and mining (frequency of overflow for the powders indicator in the sampling points located in this zone varies within 16.7% and 100%);
- The adjacent areas of quarry mining, namely: Rosiuta (overflows for the powders indicator – the frequency of the overflows vary within 75% - 100%), Timiseni, Matasari, Pinoasa, Jilt;
- Turceni – pollutants originated from SC Complexul Energetic Turceni SA (frequency of overflow for the powders indicator varies within 0% and 16.7%);

As to accidental pollutions having a major impact onto the environment, they have been produced in most of the cases due to failures/technical malfunctions/assaults to the crude oil carrying pipes/oil products, belonging to trading companies having as main activity domain exploitation/transport of oil products.

As typical sources with a possible polluting potential in Mehedinti County may be deemed ROMAG PROD, by its H_2S emissions and ROMAG TERMO, which, by its quantities of CO_2, SO_2, NO_x, powders in suspension delivered into the atmosphere all have an essential contribution to the total of noxa in the county.

In the entire Mehedinti County, no zones affected by atmospheric pollution were recorded.

In the entire Valcea County, the local polluting sources are:

- Chemical platform Rm. Valcea Oltchim. USG. CET. Vilmar;
- Cinders and ashes dump of CET Govora;
- Urban and national central points of CET Govora;
- Industrial zone of SC Elvila Carpatina Branch in Rm. Valcea;
- Surface coal mining in Berbesti Alunu;
- Chalk mining in Bistrita

For Gorj County, economic agents having a significant impact onto the environment and the pollutants they discharge as consequence to economic activities are represented in table 2.8.2.

Table 2.8.2 Local atmospheric pollution sources in Gorj County.

County	Operator's name	Industrial activity according to EGD 152/2005	Main pollutants generated into the air
Gorj	S.C. Complexul Energetic Turceni S.A.	- combustion plants with a nominal thermal power greater than 50	powders, SO_2, NOx, CO_2, CO, CH_4, N_2O, NMVOC, heavy metals
	S.C. Complexul Energetic Rovinari S.A.	- combustion plants with a nominal thermal power greater than 50	powders, SO_2, NOx, CO_2, CO, CH_4, N_2O, NMVOC, heavy metals
	S.C. SIMCOR VAR S.A. Oradea – bias point Tg. Jiu	- plants for manufacturing lime in rotary ovens and other types of ovens, with a production capacity greater than 50 tons/day.	powders, CO_2, CO, SO_2, NOx, NMVOC, CH_4
	S.C. MACOFIL S.A. Tg. Jiu	- plants for manufacturing ceramic products	powders, CO_2, CO, SO_2, NOx , NMVOC, CH_4
	S.C. SADU S.A Bumbesti-Jiu	- chemical equipments designed for producing explosives	powders, NOx, SO_2, NMVOC
	S.C. AVI INSTANT S.R.L. Tg.Jiu	- equipments for intense chickens or pigs rearing, having a capacity greater than 40.000 places for the birds.	powders, CH_4, NH_3, N_2O
	S.C. SUINPROD S.A. Bumbesti-Jiu	- equipments for intense chickens or pigs rearing, having a capacity greater than 20.000 places for the pigs.	powders, CH_4, NH_3, N_2O
	S.C. ASSANI IMPEX S.R.L.	- equipments for intense chickens or pigs rearing, having a capacity greater than 40.000 places for the birds.	powders, CH_4, NH_3, N_2O
	S.C. ARTEGO S.A. Tg. Jiu	- chemical equipments to produce basic organic chemical substances, such as hydrocarbons.	Powders, CO_2, CO, NH_3, NMVOC, NOx, hydrocarbons

West Zone

Materialisation of the pollution produced by these operators consists in great values of the concentrations of powder in suspension and which were established by means of air quality monitoring or as response to notifications from the concerned population.

Another source of pollution, mentioned by all EPAs consists in the roadway traffic. Along with air pollution, the noise level is much higher because of this. The resolution of this issue is with the authority of the city halls and police, as a first resolution would be a deviation of heavy traffic, by avoiding the centre of the localities and homes areas. The next stage imposes the construction of ring roads, in order to impose traffic on the outskirts of the cities, in less populated areas.

Concurrently, the problems caused by domestic waste dumps (Resita, Caransebes, Bocsa – Caras-Severin County, Parta – Timis County) or industrial ones (ash dump CET Timisoara) some even radioactive (Ciudanovita, Caras Severin County).

In Caras Severin, there are problems caused by coal mining, by the presence of asphalt mixtures.

North-West Zone

Taking into account the information for the counties in the areas affected by atmospheric pollution in zone 6 North-West, it is thusly presented:

- Bihor County:
  - The zones affected by atmospheric pollution are located near some trunks with intense traffic, major crossroads, industrial waste dumps, uncontrolled domestic waste dumps, animal farms;
- Bistrita-Nasaud County:

  - Based upon the air quality monitoring data, in Bistrita-Nasaud County zones affected by atmospheric pollution were not signalled, the annual average values for all monitored indicators being below limit values accepted by the legislation in force;
- Cluj County:
  - The monitoring performed by the Laboratory of the Environmental Protection Agency in Cluj has eased stating the zones affected by atmospheric pollution in Cluj County, in 2006. These zones are represented by the industrial areas in Cluj County, where polluting companies perform their activities: S.C. Sanex S.A. Cluj-Napoca (evacuates powders in suspension into the atmosphere, as well as burning gases), S.C. Somes S.A. Dej – it represents the most relevant atmospheric pollution source in Dej Municipality, the values of powder concentrations being within 20.1 and 38.4 g/sqm/month, thus exceeding the maximum admitted concentration of 17 g/sqm/month, according to STAS 12574/87; S.C. Casirom S.A. Turda and SC Holcim SA Turda in Turda Municipality. In Campia-Turzii Municipality, the most relevant atmospheric pollution source is S.C. Mechel S.A. Campia-Turzii;
  - In areas with congested or intense traffic;
- Maramures County:
  - The zone of Baia Mare and adjacent perimeters are deemed to be zones affected by atmospheric pollution (due to current activities, but especially due to historical ones), by reason of non-ferrous metallurgical activities and granular sludge beds which discharge considerable powder quantities into the atmosphere, containing heavy metals, especially lead and cadmium. Since 2000, S.C. Romplumb S.A. Baia Mare is the source mainly determining the lead concentrations (frequency of the overflows of up to 77.8%) and cadmium concentrations (frequency of the overflows of up to 37.4%) in air, indicators where frequent overflows are recorded, a fact demonstrated by comparing the registered values during the economic agent's working and standing periods. The critical points consist in the industrial thermal burning or heating equipments, asphalt mixtures preparing equipments, equipments discharging VOCs.
- Satu Mare County:
  - In Satu Mare County, the zone affected by atmospheric pollution is the industrial area. The activity performed by SAMOBIL SA has had a major influence, and on 1st December 2006, this very company interrupted its activity;
- Salaj County:
  - In Giurgiu County, no zones affected by atmospheric pollution were recorded.

Central Zone

In Alba County, there are no zones affected by atmospheric pollution, as there are no major air pollution sources determining the existence of these zones.

By taking into account the diversity of the industrial branches and numerous economic agents performing their activity in Brasov County, there may distinguished the following zones affected by atmospheric pollution:

- Central zone of the county formed in Brasov Municipality, along with the neighbouring localities: Sacele, Cristian, Codlea.
- The Northern-Central zone of the county, with the localities Hoghiz, Racos, Rupea.
- The Western-Central area of the county, with the localities Fagaras and Victoria.

For the indicator "powders", the most affected zones are:

- Hoghiz Zone, representing continuous critical situations due to the economic agent SC Lafarge Ciment (Romania) SA;
- Brasov zone, representing accidental critical situation, near the economic agents "Temelia" and "Prescon", holding "Rasaritul" and "Stejeris" quarries.

For Nox, NH_3, NO_2, SO_2 indicators – we signal the following zones:

- Fagars-Victoria Zone, where the economic agents “Nitramonia” in Fagaras and “Viromet”, “Purolite” in Victoria perform their activities;
- Brasoc Zone, with the economic agents “Roman", “CET” and “Tractorul”.

For the indicator NO_x resulted from combustion of fuels, mobile pollution sources are signalled – especially in Brasov Municipality – represented by traffic roadway, namely carbon monoxide (CO) pollutants, hydrocarbons (HC), sulphur and nitrogen oxides (NO_x, SO_x), with lead particles.

In Covasna County, there are no zones affected by atmospheric pollution, nor combustion plants greater than 50 MW.

Regarding Harghita County, significant overflows of the “powders” indicator (frequency of the overflows reaching the cut-off of 37.65%) exist in:

- The zones of industrial activity, SC Exploatarea Miniera Harghita SA Miercurea-Ciuc (Western industrial area Miercurea Ciuc) and its branches in Voslobeni, Gheorgheni, Odorheiul Secuiesc, around the quarries in Chileni and Sandominic.
- The waste dumps left after mining and geological works, of SC Balan SA (Santimbru), Jolotca, Borsec, Tulghes, Heveder, Belcina, Cianod and sludge beds, which are not covered by vegetation due to powders carried around by winds into the atmosphere.

For powders, the maximum monthly quantities have exceeded the maximum admitted concentration in 40 cases (16.95% of the total of 236 measurements), in the control points with intense traffic and industrial zones. The greatest values measured in the localities within the county are:

- Miercurea Ciuc (12 overflows – 58.5055 g/sqm/month, in May);
- Gheorgheni (9 overflows – 73.0287 g/sqm/month, in August);
- Ordoheiul Secuiesc (5 overflows – 32.9782 g/sqm/month, in June);
- Cristuru Secuiesc (4 overflows – 23.1722 g/sqm/month, in September);
- Voslobeni (3 overflows – 36.8889 g/sqm/month, in September);
- Chileni (3 overflows – 86.6363 g/sqm/month, in September);
- Vlahita (3 overflows – 20.8553 g/sqm/month, in May);
- Sandominic (1 overflow – 74.6178 g/sqm/month, in May);

Measures and proposals in order to reduce the air pollution in waste dumps:

- manipulating and maintaining the control of the existent pollution sources;
- correct use of the existent cleaning up plants (furniture factories, metallurgical plants);
- imposing emissions self-control for those sources having a determinant role on air quality;
- removing uncontrolled and accidental emissions;
- placing the new potentially air pollutant entities outside the residential areas;
- eliminating those old vehicles from traffic, whose NO_x emissions represents an atmosphere pollution source;
- measures referring to home heating, which currently uses own systems, by using solid fuels – it is suggested to replace solid fuels with natural gases, where possible.
- phased and progressive decrease in emissions in correlation with scientific and technical progress in the domain, as well as depending upon financial availabilities of each economic agent.

During 2006, in Mures County, more precisely in Targu Mures Municipality, overflows of the daily limit value were recorded in 92 days, for human health protection, at indicators for powders in suspension. First of all, the concentration overflows were produced due to roadway traffic, urbanisation, increasing number of motor vehicles and rapid economic development contribute to creating a new increasing pollution issue in the majority of developing urban centres. Air quality is only monitored in Targu Mures Municipality.

In 2006, in Targu Mures Municipality, 7 maximum concentration overflows (0.95%) were recorded, admitted by the stipulations STAS12574/87 for NH_3 indicator on average samples in 24 hours. The source of the pollutions was SC Azomures S.A., the overflow being due to persistent fog which put at disadvantage the ammonia dissipation.

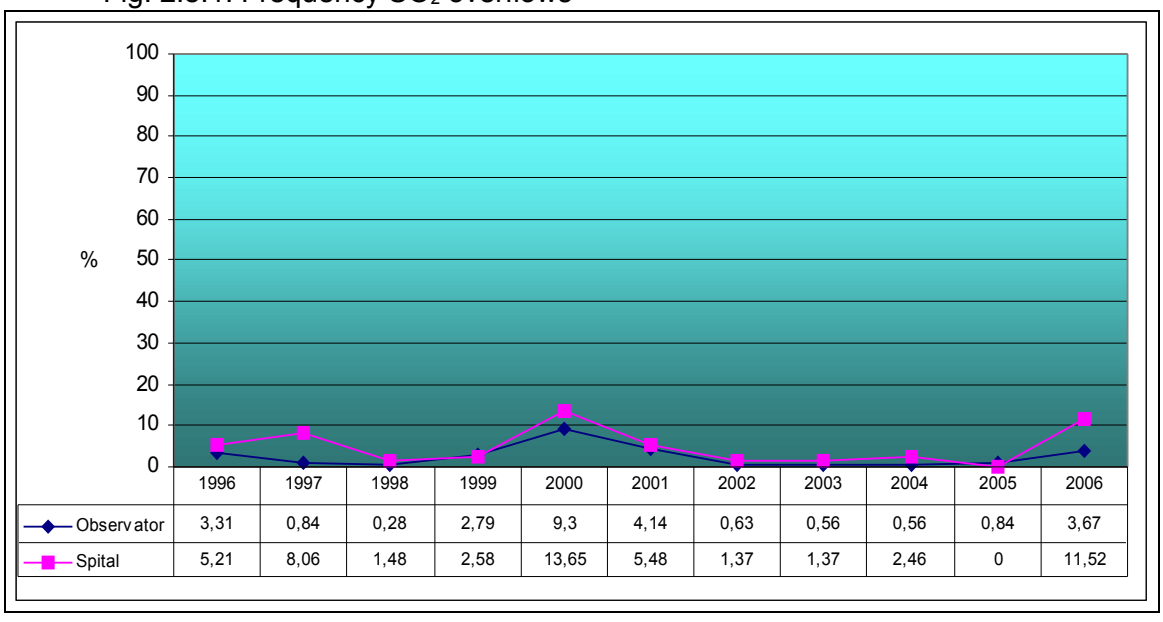
In the entire Sibiu County, the polluting agent in the area of Copsa Mica is SC SOMETRA SA – a non-ferrous metallurgical company. The negative impact of the SO_2 emissions and powders containing heavy metals is significantly above all environmental factors in the area. The systematic measurements performed by EPA Sibiu during the years 1996 and 2006 highlight the pollution degree produced by the economic agent mentioned above.

From the evolutional presentation of air quality for the two monitoring stations where overflows were recorded (during 1996-2006), we may note the following:

- The average annual SO_2 values are below the MAC limit (according to STAS 12574/1987) for the entire period, the highest values being recorded in 2000, followed by a drop in between 2001 and 2005. The frequency of the average monthly value overflows varies between 0% and 13.6% (13.6% representing the maximum frequency in 2000).
- The annual average values for powders in suspension record a peak exceeding the MAC limit (according to STAS 12574/1987) in 1998, followed by a drop in between 1999 and 2006. The frequency of the maximum monthly value overflows varies between 0.97% and 39.7% (39.7% represent the maximum frequency recorded in 2005). The oscillations in between 1996 and 2003 are insignificant compared to the increase recorded in the interval 2003-2005.
- The lead and cadmium concentrations in the powders in suspensions are held at risen quota exceeding MAC limits (according to STAS 12574/1987) for 24 h sampling. The annual most risen average values were recorded in 2003 for Pb content as well as Cd one, in powders in suspension. The frequency of the Pb content overflows (for monthly maximum values) varied between 24% and 92% (92% representing the maximum frequency in 2003) and for Cd content between 40.7% and 95.7% (95.7% representing the maximum frequency in 2003).
- The average monthly values for powders have not recorded overflows of MAC (according to STAS 12574/1987) in the entire interval 1996-2006.

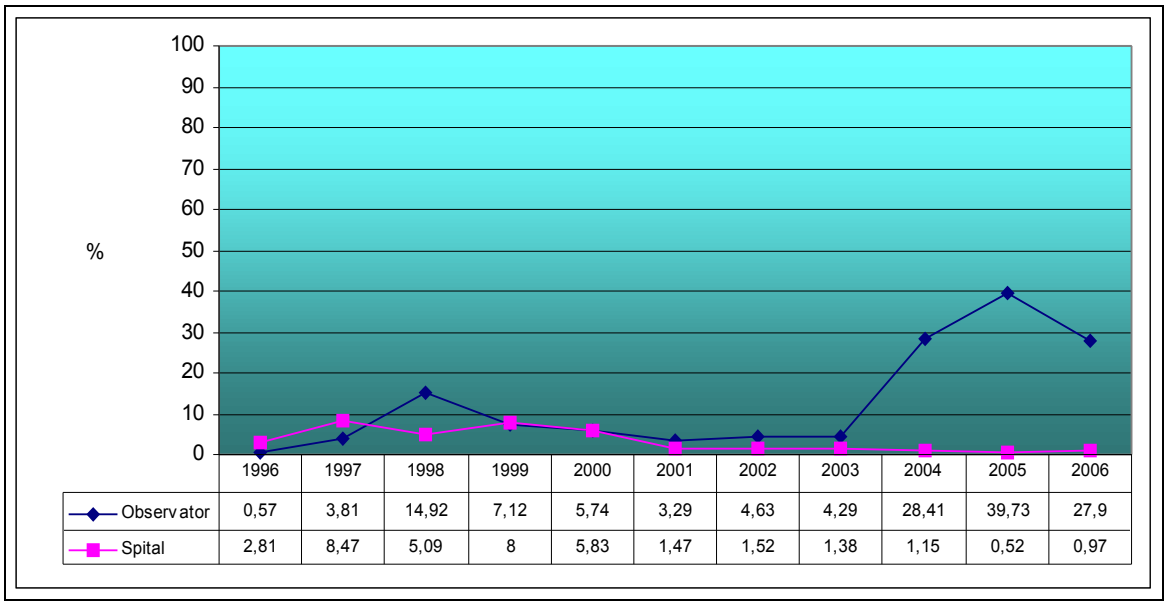
The evolutional presentation of MAC overflows frequencies for the monitored indicators (measurement of the impact over the zones having thusly become critical) for the period 1996 – 2006, may be noticed in the diagrams below:

Fig. 2.8.1. Frequency SO_2 overflows



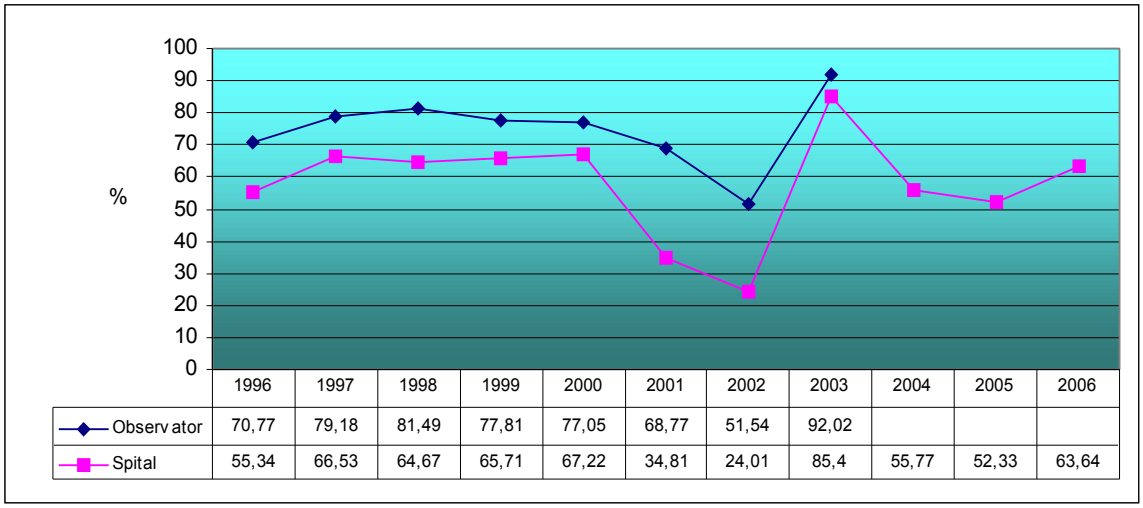
	1996	1997	1998	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006
Observator	3,31	0,84	0,28	2,79	9,3	4,14	0,63	0,56	0,56	0,84	3,67
Spital	5,21	8,06	1,48	2,58	13,65	5,48	1,37	1,37	2,46	0	11,52

Fig. 2.8.2. Powders in suspension – frequency of overflows



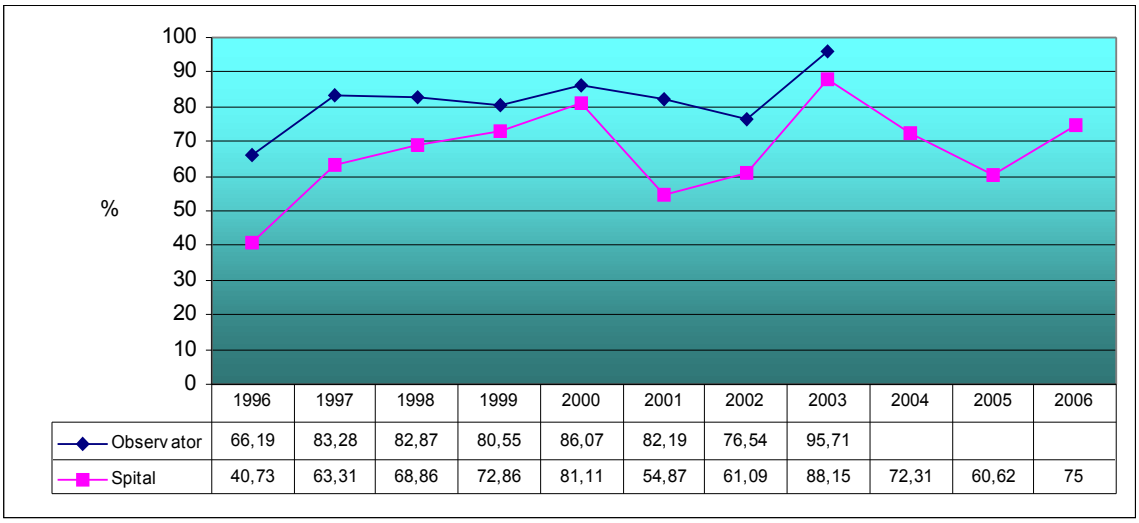
	1996	1997	1998	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006
Observator	0,57	3,81	14,92	7,12	5,74	3,29	4,63	4,29	28,41	39,73	27,9
Spital	2,81	8,47	5,09	8	5,83	1,47	1,52	1,38	1,15	0,52	0,97

Fig. 2.8.3. Pb powders in suspension – frequency of overflows



	1996	1997	1998	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006
Observator	70,77	79,18	81,49	77,81	77,05	68,77	51,54	92,02			
Spital	55,34	66,53	64,67	65,71	67,22	34,81	24,01	85,4	55,77	52,33	63,64

Fig. 2.8.4. Cd powders in suspension – frequency of overflows



	1996	1997	1998	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006
Observator	66,19	83,28	82,87	80,55	86,07	82,19	76,54	95,71			
Spital	40,73	63,31	68,86	72,86	81,11	54,87	61,09	88,15	72,31	60,62	75

The conclusions regarding the evolution of air pollution level in between 1996-2006 and nominating the causes generating increases or decreases in the assessed pollutant concentrations:

- During 2001 – 2005, the decrease in values of SO_2 concentration were due to reduction of the economic agent's activity, change in raw material composition and improvement of the system for controlling the agglomeration process;
- decrease of the annual average concentration values of powders in suspension in the interval 2001 and 2006, due to the same causes previously mentioned;
- significant increase of the frequency of the overflows of powders in suspension in the period 2003-2005, due to threadbareness of the equipments in the Agglomeration Division and frequent ons and offs of the equipment, a time when a "by-pass" was applied, without passing the gases through dust removal systems;
- Oscillation of the powdery Pb and Cd concentrations values having as cause a different composition of the raw material used in the production processes.

Bucharest-Ilfov Zone

According to Minister's Order no. 1273/2005, as well as to Order of the Minister for Water and Environmental Protection, no. 745/2002, in the agglomerated zone of Bucharest, where the concentration levels of one or several pollutants are greater than the limit values for those pollutants stipulated by the Order of Minister of Water and Environmental Protection, no. 592/2002, are:

- Central Area (Calea Vacaresti, Mihai Bravu Road, Stefan cel Mare Road, Nicolae Titulescu Ave., Vasile Milea Ave., Progresului Street, Oltenitei Road) for nitrogen dioxide and powders in suspension.
- The outskirts (delimited by the ring roads), for nitrogen dioxide and powders in suspension.
- External area (outside the external ring roads), for powders in suspension.

ANNEX 7

Others
その他

OUTLINE OF LABORATORY MANAGEMENT SYSTEM BASED ON ISO/IEC 17025 STANDARD

June, 2007

JICA Expert
GREEN BLUE CORPORATION
Dr. M. FUJIMURA

CONTENTS

- ISO/IEC 17025:2000
- ISO 9001 and 17025
- Conformity Assessment and ISO Standard
- Composition of the Standard
- Assessment for Accreditation of 17025
- Steps for Building a Laboratory Management System
- (Assuring of the Quality of Test Results)
- (Uncertainty of Measurement)

ISO/IEC 17025:2005

（Romanian version : SR EN ISO/CEI 17025:2005）

Title: “General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories”

ISO : International Organization for Standardization
IEC : International Electrotechnical Commission

- ISO 17025 is written as a general description applicable to both “testing laboratories” and “calibration laboratories”.

In case of a testing laboratory, it can be read by omitting the following words and phrases; “…and calibration lab.”, “calibration lab.”, ”or calibration”, and so on.

ISO 9001 and 17025

- ISO 9001:2000

Title “Quality Management Systems – Requirements”

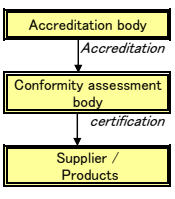
- Assure the quality of products/ services, and rise Customer Satisfaction.
- Applicable for any kind of organizations, *i.e.* manufacturer, service company or governmental administration, *etc*.
- For a testing laboratory, there are many difficult point and insufficient parts to understand.
- Certified registration of ISO 9001 system itself does not assure the ability of taking proper data and results.

ISO 9001 and 17025

- ISO/IEC 17025 (SR EN ISO/CEI 17025)
  - Any testing/ calibration laboratory shall satisfy all the requirements, in order to prove that the laboratory maintains the appropriate management systems, technical competence, and abilities to report proper results.
  - It should be used as the basis for the laboratory accreditation.
  - All the requirements of ISO 9001 relevant to the scope of testing services are incorporated.

Conformity Assessment and ISO Standard

- **Conformity assessment**: To check and confirm if the products or the process of services respect to some criteria, standards and regulations.



Test/Calibration	Quality management	Environmental management
ISO/IEC 17011		
Testing lab., calibration lab. ISO/IEC 17025	Quality system assessment body ISO Guide 62	Environment system assessment body ISO Guide 66
Each standard of test method.	ISO 9001	ISO 14001

Conformity Assessment and ISO Standard

- **Certification**: To assure the conformity of a product, process and service with requirements through documents by a third party (besides the person concerned).
- **Accreditation**: To recognize officially the ability of institute or persons to perform a prescribed work and job by an authorized organization.
- Unlike the ISO 9001, which certifies the functioning of organizations as a whole, the ISO 17025 certifies the **specific testing techniques.**

Composition of the Standard

1. Scope / 2. Normative references / 3. Terms and definitions

4. Management requirements
   - 4.1 Organization / 4.2 Management system
   - 4.3 Document control
   - 4.4 Review of requests, tenders and contracts
   - 4.5 Subcontracting of tests
   - 4.6 Purchasing services and supplies
   - 4.7 Service to the customer / 4.8 Complaints
   - 4.9 Control of nonconforming testing work
   - 4.10 Improvement / 4.11 Corrective action
   - 4.12 Preventive action / 4.13 Control of records
   - 4.14 Internal audits / 4.15 Management reviews

Composition of the Standard

5. Technical requirements
   - 5.1 General
   - 5.2 Personnel
   - 5.3 Accommodation and environmental conditions
   - 5.4 Test methods and method validation
   - 5.5 Equipment
   - 5.6 Measurement traceability
   - 5.7 Sampling
   - 5.8 Handling of test items
   - 5.9 Assuring the quality of test results
   - 5.10 Reporting the results

Assessment for Accreditation of 17025

- **Scope**

  The scope will be decided from both the testing field (measuring sample and item) and the testing technique (method).

  Usually, the scope includes analysis items, and testing method (SR EN, STAS…).

- What is the purpose and meaning for the laboratory to acquire the accreditation of the testing laboratory?
  - To establish the authority of the laboratory,
    or
  - To improve the quality of the laboratory by building a management system.

Assessment for Accreditation of 17025

- **System assessment:** The whole quality management system will be checked based on the 17025.
- **Technical assessment:** Testing ability will be checked by 17025 requirements, for the prescribed testing method.
  - Document evaluation: Corresponding SOPs (Standard operating procedures) shall be checked technically.
  - Field evaluation: Actual testing work shall be correctly performed according to the SOP.

Steps for Building a Laboratory Management System

- It is necessary to understand adequately the purpose of the standard for all the laboratory personnel.

Step 1 *The decisions by a responsible person*

- Why do we build a laboratory management system?
- For what purpose do we need the accreditation?
- → To consolidate the base of the administration.
- → To increase the competition power.
- → To guarantee the credibility of the measurement data

Steps for Building a Laboratory Management System

Step 2 *Building the working group*

- To appoint the persons in charge
- To make the laboratory staff aware that it is necessary for the entire personnel of the laboratory to be involved and to cooperate.
- To present the responsibility and the authority of the persons in charge.
- To conduct lectures and training for the staff in order to understand the requirements of ISO 17025.

Steps for Building a Laboratory Management System

Step 3 *Setting the Scope of accreditation*

- To decide what items and methods are in the scope of accreditation.
- To choose the standard testing method, officially approved by the government.

Step 4 *Statement of the Quality Policies and establishment of Overall Objectives*

- The top management issue the quality policies.
- To explain the purpose of acquiring the accreditation.
- To make and present the entire schedule.

Steps for Building a Laboratory Management System

Step 5 *Understanding the actual situations*

- To understand the actual situations of the laboratory organization and responsibility / authority of the persons in charge.
- To arrange the order of work related to the testing. (receive samples → perform tests → make reports)
- To assign the responsibility of each person.
- Specifying the "Business process flow"
  - Core process = Main process
  - Supporting process = Maintenance of the equipment, Staff training, Purchase, Internal audit, etc.
- To review the existing documents and use them.

Steps for Building a Laboratory Management System

Step 6 *Making a draft of the Quality Manual (QM) and arranging the documents*

- Existing state of business process and responsibility / authority.
- Confronting the draft with the requirements of 17025.
  - If some part which does not apply to the requirement or any missing part is found, the document should be amended.

Step 7 *Process analysis*

- To subdivide the laboratory activities (works).

Steps for Building a Laboratory Management System

STEP 8 *Making the Standard Operational Procedures (SOPs)*

- To write down the operations made.
  - SOPs should not necessarily be limited to sentence.
  - Flow-charts, tables and illustrations are sometimes very useful.
- SOPs are most important items in order to secure the reliability of each test and analysis.
- Testing method can be quoted from the standard, however, we need to incorporate the specific know-how or experience of each laboratory into the SOPs.

Steps for Building a Laboratory Management System

Step 9 *Explanation of QM and SOPs to the laboratory staff.*

- Explanation and lecture of the QM, quality documents and SOPs to the laboratory staff.

Step 10 *Applying the system*

- To start of applying the system documents when they are complete.
- If there is any inconvenience or disagreement, it should be corrected.

Steps for Building a Laboratory Management System

Step 11

Internal audit and revision of the documents

- Initial stage: to check the system documents.
- Next stage: to check the actual process and work with the agreed documents.
- Training of the internal auditor.

Step 12

Perfection of the system !!

Assuring the Quality of Test Results (5.9)

- Routine checking of reference standards
- Replicate tests
- Retesting the retained samples
- Proficiency testing programs
  - In order to maintain the laboratory competence and the quality assurance, proficiency test is recommended.
    - The scheme of proficiency test is determined in ISO/IEC Guide 43.
    - Inter-laboratory comparison scheme: Small samples of exactly the kind are distributed to the participating laboratories.
- Correlation of results for different parameter of samples.

Uncertainty of Measurement

- Definition:
  - The parameter of dispersion properties, which is rationally connected to the values of measurement,
  - The average of repeatedly measured values

    → be used as the estimation of the "true value."
  - **Its standard deviation**

    → be used as "standard uncertainty" of the repeatable factor.

Uncertainty of Measurement

- Estimation of uncertainty（5.4.6.2）
  - "Testing laboratories shall have and apply procedures for estimating uncertainty of measurement."
  - In some cases of test method may preclude calculation of uncertainty statistically valid;

    "The laboratory shall at least attempt to identify all components of uncertainty…."
  - "Reasonable estimation shall be based on knowledge …, *i.e.*, previous experience, validation data, *etc*."

Uncertainty of Measurement

- Estimation procedure

1) List up the all factors of uncertainty.
2) Estimate the amount of the uncertainty by rational measures.
   - **Type A**: Statistical calculation from actual measured data.
   - **Type B**: Quotation from a calibration report and a description of specification.
3) Calculate the "Standard uncertainty、X and Y"

   $\sqrt{(X^2 + Y^2)}$
4) Multiply 2（k = 2), then indicates an "Expanded uncertainty" which means 95% confidential level.

OUTLINE OF LABORATORY MANAGEMENT SYSTEM

BASED ON ISO/IEC 17025 STANDARD

The End

Thank you for your attention.

INTRODUCTION TO UNCERTAINTY IN MEASUREMENT

August 9, 2007

JICA Expert
GREEN BLUE CORPORATION
Quality Manager
M. FUJIMURA

CONTENTS

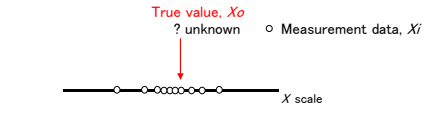
- True value and error / Error and uncertainty
- Process of estimation of the measurement uncertainty, (according to GUM)
- Example 1: Calibrate a standard weight using an electric balance
- Requirement of ISO/IEC 17025 (para. 5.4.6.2)
- The Guide of EURACHEM/CITAC
- JCLA assessment guideline,
- Example 2: Standardising a NaOH solution
  - Step 1 Clarify the procedure
  - Step 2 Identify the factors of uncertainty
  - Step 3 Quantification of the uncertainty components
  - Step 4 The calculation of the combined uncertainty of the NaOH concentration

True value and error

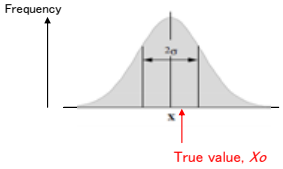
- "True value"
  - Only God knows the true value.
  - A Human being estimates the true value from measurement results.
- In a former way of thinking;
  - The difference between an individual result and the "true value" is called an "error".
  - It was considered that we cannot measure the error.
- An error regarded as two components;
  - Random error arises from unpredictable variations. These random effects give rise to variations in repeated measurements.
  - Systematic error is as a component which remains constant in the course of many analyses, or varies in a predictable way.

Error and Uncertainty

- Recent concept;
  - "Uncertainty" (can be said as "certainty") has been introduced as quantitative expression, instead of an error.
  - The true value is expressed by combination with the measurement value and the uncertainty.
  - Uncertainty is described in the following ISO document; "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" (GUM)
    - The uncertainty is not expressed only by statistical results of the repeated measurements.
    - We have to consider the difference of individual difference of the instrument, original unevenness of the materials.

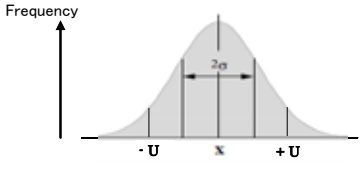


Error = $Xi - Xo$: Nobody knows it



Mean (Average) $X = \Sigma\ Xi / n$

Standard deviati $\sigma = \sqrt{[\Sigma\ (Xi - X)^2 / (n - 1)]}$



True value exists in this range with **95% probability**.

X = Measurement result

U = Expanded uncertainty

Process of estimation of the measurement uncertainty

Process 1. Extract all related factors that contribute to the uncertainty.

Process 2. Divide the every component into the following 2 types;

- Type A: It can be verified by calculating the standard deviation from the measurement results.
- Type B: It can be verified from the data of a maker or other institutes.

Process 3. Measure or estimate the size of every uncertainty component.

- For type A; a measurement is made and the standard deviation of the data is calculated.
- For type B; the data of the maker or others is collected.
  When the data is not expressed by the standard deviation, it must be converted to the form as the standard deviation.

Process of estimation of the measurement uncertainty

Process 4. Evaluate the standard uncertainties

- All uncertainty components must be expressed as "standard uncertainties", *i.e.*, as standard deviations.
- In case of the uncertainty component was obtained experimentally from repeated measurements, it can directly be expressed as a standard deviation.

Process 5. Calculate the combined uncertainty

- The combined standard uncertainty are usually calculated as the following equation;

$$u_T = \sqrt{(u_1^2 + u_2^2 + \cdots\cdots + u_n^2)}$$

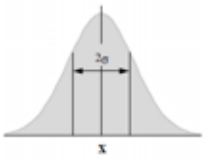
- In order to obtain the "expanded uncertainty", multiply the above combined uncertainty by the coverage factor, k.

$$U = k \cdot u_T$$

usually, k = 2 (95 % confidence range)

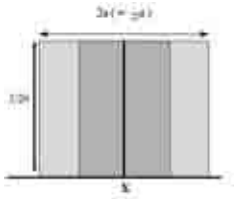
Process of estimation of the measurement uncertainty

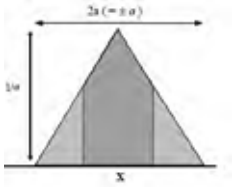
- Normal distribution
  - An estimate is made from repeated observations of a randomly varying process u = σ
  - When the upper and lower limit is given by 95 % confidence interval, x ± a u = a/2
  - When the width between the upper and lower limit (2·a) has a probability of 50 %、 u = 1.48 × a



Process of estimation of the measurement uncertainty

- Rectangular distribution
  - When there is a uniform distribution between the upper and lower limit u = a/√3
- Triangular distribution
  - When there is a triangular distribution between the upper and lower limit u = a/√6





Example 1 Calibrate a standard weight using an electric balance

A standard weight is calibrated by an electric balance.

Electric balance;
range = 0 – 160 g
minimum scale = 0.1 mg
Weight; mass = 20 g

Example 1 Calibrate the standard weight using an electric balance

Evaluation table (Budget sheet)

Component of Uncertainty	Type	Std. uncertainty (mg)	Remarks
1) Dispersion of opration, u_1	A	0.14	Standard deviation by repeated measurements
2) Rounding error of indication, u_2	B	0.06	= 0.1/√3
3) Mass of standard weight, u_3	B	0.05	from the calibration certificate
4) Floating force by air, u_4	A	0.007	
5) Electric balance, u_5		0.095	
Resolution of digital display	B	0.06	= 0.1/√3
Change of sensitivity	B	0.06	by periodic measurement
Discrepancy error	B	0.04	from the previous data evaluation
Combined standard uncertainty		0.185	
Expanded uncertainty		0.37	coverage factor, k = 2

Requirement of ISO/IEC 17025, (para. 5.4.6.2)

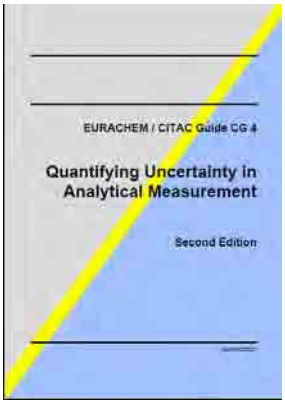
- Testing laboratories shall have and shall apply procedures for estimating uncertainty of measurement.
- At least, the laboratory shall attempt to identify all the components of uncertainty and make a reasonable estimation.
  - Reasonable estimation shall be based on the knowledge of the performance of the method and on the measurement scope.
  - For example, previous experience and validation data.

Requirement of ISO/IEC 17025, (para. 5.4.6.2, Note 1)

- The degree of rigor needed in estimation of uncertainty depends on factors such as;
  - the requirements of the testing method
    - *e.g.,* AAS: SR EN 14902 (AAS method for Pb in PM10)
    - SR EN 14662-1 (GC method for benzen concentration)
  - the requirements of the customer,

Factors/sources that contribute to the uncertainty

- Used standard material
- Used method
- Used equipment and instrument
- Surrounding conditions of the testing
- Characteristics and states of testing items (samples)
- Person who perform the test



The Guide of EURACHEM/CITAC

"Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement"

Typical sources of uncertainty are;

- Sampling: sample uniformity, potential bias of the method
- Storage conditions:
- Instrument effect: limits of accuracy of balance or analyzer, temperature control, etc.
- Reagent: concentration, purity
- Assumed stoichiometry: departure from the theoretical chemical reaction, incomplete reaction
- Measurement conditions: volumetric glassware, temperature
- Sample effects: composition of the sample matrix
- Computational effects: selection of the calibration model (straight line or curved line), fitting of calibration curve, round off.
- Blank correction
- Operator effects
- Random effects

JCLA (Japan Chemical Laboratory Accreditation) Assessment Guideline

Category A

Qualitative and/or semi-quantitative analysis:

- Laboratory does not need to estimate the uncertainty.

Category B

An official method that determines the limit values of the significant factors of the uncertainty.

- Laboratory is only required to follow the method and using equipment instructed.
- The estimation of the uncertainty in not required.
- The test is not significantly influenced by a personal skill when it is followed to the method.

JCLA (Japan Chemical Laboratory Accreditation) Assessment Guideline

Category C:

An official method that does not regulate the uncertainty.

- Obtain the reproducibility in the laboratory.
- For example, the control samples are used more than 20 points and the reproducibility of inner-laboratory (standard deviation) are calculated.

  * It does not mean the repeatability in the same day by the same person.
- If there is no appropriate control sample,
  - the results of double measurements can be used.

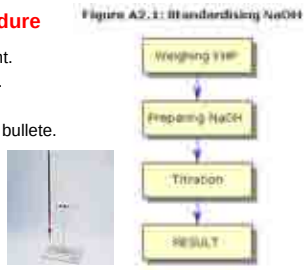
    Deviation between the coupled two samples (R).
  - or, the standard deviation is calculated from the recoveries of spiked standard materials to the same sample.

Example 2: Standardising a NaOH Solution

A solution of NaOH is standardised by titration against standard KHP (potassium hydrogen phtalate).

Step 1 Clarify the procedure

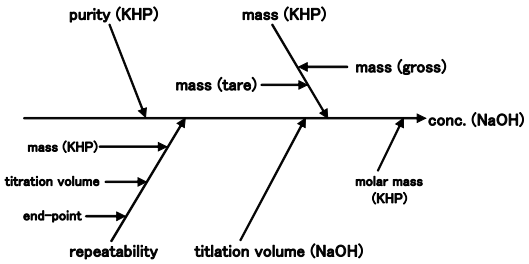
- Drying KHP standard reagent.
- Weighing KHP by a balance.
- Dissolve the KHP in water.
- Pour NaOH solution into the bullete.
- Auto-measurement by pH electrode.



Example 2: Standardising a NaOH Solution

Step 2 Identify the factors of uncertainty

Cause and effect diagram (Fish-bone diagram)



Example 2: Standardising a NaOH Solution

STEP 3 Quantification of the uncertainty components

1) Standard uncertainty of KHP purity

・from manufacturer's catalogue : 100.00 ±0.05 %

・apply to the rectangular distribution : 0.05／√3＝0.029 %

2) Standard uncertainty of KHP mass

・Linearity of the balance (from the calibration certificate) : ±0.15 mg

・Uncertainty per one weighing (apply to the rectangular distribution) : 0.15／√3＝0.09 mg

・two times weighing (tare & gross mass)

$\sqrt{(0.09^2+0.09^2)}=0.13$ mg

Example 2: Standardising a NaOH Solution

3) Standard uncertainty of the titration volume

・Indication uncertainty of 20 mL burette : ±0.03 mL (by the manufacturer's info.)

・apply to the rectangular distribution : ±0.03／√3 = 0.012 mL

・Standard uncertainty of volume change by temperature

(Expansion factor of water: 2.1×10^{-4})

×3 deg = 0.006 mL

・Combined standard uncertainty

$=\sqrt{(0.012^2+0.006^2)}=0.013$ mL

4) Uncertainty of analysis repeatability

(Pre-testing by the same equipment, reagent and personnel)

0.05%

Example 2: Standardising a NaOH Solution

Step 4 The calculation of the combined uncertainty of the NaOH concentration

・Convert the above mentioned standard uncertainty of 1) -- 3) to the relative values (%).

・Calculate the relative standard uncertainty of the results.

$u_T=\sqrt{(u_1^2+u_2^2+\cdots\cdots+u_n^2)}$

・Multiply the above relative standard uncertainty with the NaOH concentration (mol /L).

u_T／x (mol/L)

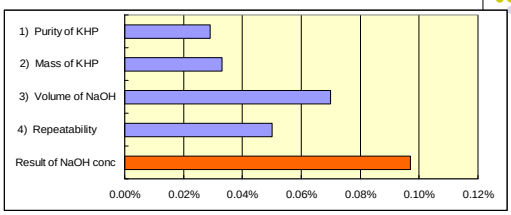
Example 2: Standardising a NaOH Solution

- Budget sheet

Values and uncertainties in NaOH standardisation

Component of Uncertainty	Type	Value x	Std.uncertainty u	Relative std.uncertainty u/x
1) Purity of KHP	B	100%	0.029%	0.029%
2) Mass of KHP	B	0.3888 g	0.13 mg	0.033%
3) Volume of NaOH for titration	B	18.64 mL	0.013 mL	0.070%
4) Repeatability	A	1	0.05%	0.050%
Result of NaOH conc.		0.10214 mol/L	0.000099 mol/L	0.097%

Example 2: Standardising a NaOH Solution



- Comments;
  - The higher 2 factors occupy nearly 90% of total amount of uncertainty.
  - In many cases, we can catch a whole state by considering the higher 2 or 3 factors.
  - It is not necessary to consider a small factor.

Requirement of ISO/IEC 17025,
(para. 5.4.6.2)

- Testing laboratories shall have and shall apply procedures for estimating uncertainty of measurement.
- At least, the laboratory shall attempt to identify all the components of uncertainty and make a reasonable estimation.

INTRODUCTION TO
UNCERTAINTY IN MEASUREMENT

The End

Thank you for attention.