ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 7935— 2007

ВЫБРОСЫ СТАЦИОНАРНЫХ ИСТОЧНИКОВ

Определение массовой концентрации диоксида серы. Характеристики автоматических методов измерений в условиях применения

ISO 7935:1992
Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of sulfur dioxide — Performance characteristics of automated measuring methods (IDT)

Издание официальное

БЗ 3—2007/22

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (ОАО «НИЦ КД») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 457 «Качество воздуха»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июня 2007 г. № 156-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 7935:1992 «Выбросы стационарных источников. Определение массовой концентрации диоксида серы. Характеристики автоматических методов измерений в условиях применения» (ISO 7935:1992 «Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of sulfur dioxide — Performance characteristics of automated measuring methods»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении С

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2007

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Термины и определения 2
4 Описание автоматических измерительных систем 3
5 Значения характеристик и их применимость 5
Приложение А (обязательное) Определение основных характеристик автоматических измерительных систем 6
Приложение В (справочное) Дополнительные характеристики автоматических измерительных систем в условиях применения 10
Приложение С (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным документам 11
Библиография 11

Введение

В процессе сжигания ископаемого топлива, используемого для выработки электроэнергии, в промышленных процессах переработки серы или серосодержащих материалов, а также при сжигании отходов, содержащих серу, происходит образование значительного количества газов, содержащих диоксид серы, обычно выбрасываемых в атмосферу через газоход или трубу.

Определение массовой концентрации диоксида серы в отходящих газах выбросов стационарных источников проводят, используя ряд хорошо отработанных методов интегрированного отбора проб с последующим определением массовой концентрации диоксида серы путем проведения химического анализа с помощью автоматических измерительных систем. Накоплен большой опыт по применению этих методов в условиях производства, один из которых установлен в ИСО 7934:1989.

ИСО 7934 применяют, например, при проведении сравнительных измерений с использованием автоматических измерительных систем, которые обеспечивают непрерывное измерение массовой концентрации диоксида серы.

Для определения соответствия метода измерений заданной цели используют значения основных характеристик данного метода (см. ИСО 6879:1995, раздел 1). Значения основных характеристик автоматических измерительных систем, позволяющих измерять массовую концентрацию диоксида серы, присутствующего в отходящих газах выбросов стационарных источников, приведены в разделе 5.

Дополнительные характеристики автоматических измерительных систем приведены в приложении В.

Метод определения значений основных характеристик, указанных в разделе 5, приведен в приложении А.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЫБРОСЫ СТАЦИОНАРНЫХ ИСТОЧНИКОВ

Определение массовой концентрации диоксида серы. Характеристики автоматических методов измерений в условиях применения

Stationary source emissions. Determination of the mass concentration of sulfur dioxide. Performance characteristics of automated measuring methods

Дата введения — 2008—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает номенклатуру и значения характеристик автоматических измерительных систем (далее — АИС), предназначенных для непрерывного измерения массовой концентрации диоксида серы SO_2 в выбросах стационарных источников.

Примечание 1 — Если характеристики АИС в условиях применения соответствуют приведенным в таблице 1, это обеспечивает получение достоверных и удовлетворительных результатов в режиме непрерывных измерений.

Значения, приведенные в таблице 1, относятся к характеристикам методов измерений, включая все этапы от отбора проб до регистрации и, при необходимости, хранения данных.

Настоящий стандарт применяют для экстрактивных и неэкстрактивных автоматических методов измерений массовой концентрации диоксида серы, при которых применяют нулевой и калибровочный газы для получения сопоставимых проб. АИС может быть откалибрована с помощью калибровочных газов либо ручным методом, приведенным в ИСО 7934, либо с применением предварительно поверенной АИС с другим принципом измерений, характеристики которой соответствуют настоящему стандарту. Значение обобщенной характеристики точности (3.7) определяют по ИСО 7934 или используя проверенную по настоящему стандарту АИС с другим принципом измерений. В настоящее время эта характеристика применяется в диапазонах значений массовой концентрации от 0 до 0,1 г/м^3 и от 0 до 8 г/м^3 (таблица 2).

Примечание 2 — Для неэкстрактивных систем невозможно установить точные числовые значения, хотя принципы и методы испытаний остаются теми же.

Таблица 1 — Основные характеристики АИС

Наименование характеристики	Значение	Метод определения (пункт, подпункт приложения А)
Предел обнаружения, %	2[1]	А.4.2.1.1
Влияние мешающих веществ (в пределах), %	± 2[1), 2)]	А.4.2.1.2
Время отклика, с, не более	200[3)]	А.4.2.1.3
Обобщенная характеристика точности[4)] s_A (в пределах), %	± 2,5[1)]	А.4.2.2

Издание официальное

Окончание таблицы 1

[1] По отношению к верхнему пределу измерений. [2]Основными мешающими веществами в отходящем газе мусоросжигательных заводов являются CO_2, CO, NO, H_2O, а также NO_2 и NH_3, которые содержатся в меньшей концентрации. Если водяной пар не удаляется из отходящего газа печей, работающих на угле, и мусоросжигательных печей, то мешающими веществами могут являться также HCl и HCN. В особых случаях присутствуют другие мешающие вещества, например цианид. [3]Время интегрирования (отбора проб) — 30 мин. [4]Определение обобщенной характеристики точности приведено в 3.7.

В таблице 2 указаны источники выбросов, на которых значения характеристик АИС, приведенных в таблице 1, были подтверждены в соответствии с настоящим стандартом в указанных диапазонах массовой концентрации SO_2.

Таблица 2 — Источники выбросов с указанием диапазона измерений

Источник выбросов	Диапазон измерений массовой концентрации SO_2 в выбросах[1], г/м^3
Антрацитовая печь	От 0—1 до 0—8
Антрацитовая печь с установкой для десульфуризации отходящего газа	От 0 до 0,1
Печь, работающая на буром угле	От 0—0,1 до 0—3,0
Печь, работающая на тяжелом нефтяном топливе (или мазуте)	От 0—0,1 до 0—5,0
Печь для сжигания мусора	От 0—0,4 до 0—1,0
Печь, работающая на коксе	От 0 до 1
Обжиговая печь, работающая на тяжелом нефтяном топливе (или мазуте)	От 0 до 5
Установка для регенерации серной кислоты	От 0 до 1
[1] Массовая концентрация, приведенная к давлению 101,3 кПа, температуре 273 К и сухому газу.	

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ИСО 6879:1995 Качество воздуха. Характеристики и соответствующие им понятия, относящиеся к методам измерений качества воздуха

ИСО 7934:1989 Выбросы стационарных источников. Определение массовой концентрации диоксида серы. Метод с применением перекиси водорода, перхлората бария или торина

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **автоматическая измерительная система;** АИС (automated measuring system; AMS): Система непрерывного измерения и регистрации массовой концентрации диоксида серы в отходящих газах, которую можно крепить к трубе.

3.2 **газоанализатор** (analyser): Аналитический блок АИС.

3.3 **поверенная автоматическая измерительная система** (verified AMS): АИС, предварительно поверенная и соответствующая требованиям настоящего стандарта.

3.4 **калибровочный газ**[1] (calibration gas): Смесь газов известного устойчивого состава, предназначенная для контроля отклика АИС.

3.5 **сравнительные измерения (comparative measurements)**: Измерения, проводимые на одном и том же газоходе, в той же плоскости отбора проб, в течение одного и того же периода времени.

[1] В Российской Федерации в области газового анализа используют термины «градуировочный газ» или «поверочная газовая смесь (ПГС)».

3.6 **ручной метод** (manual method): Метод измерений, установленный в ИСО 7934 и используемый для ручного отбора проб и анализа выбросов газов из стационарных источников, содержащих диоксид серы.

3.7 **обобщенная характеристика точности**[1]; s_A (integral performance, s_A): Мера точности АИС в условиях применения, рассчитываемая по формулам стандартных отклонений.

Обобщенную характеристику точности вычисляют путем проведения достаточного числа сравнительных измерений по разности в парах результатов измерений массовой концентрации диоксида серы, полученных с помощью проверяемой АИС и ручным методом, установленным в ИСО 7934, или АИС с другим принципом измерений, и распространяют полученное значение данной характеристики на весь период необслуживаемой работы (см. приложение А).

Примечание 3 — Стандартное отклонение s_A в повторяющихся рабочих условиях невозможно определить непосредственно по результатам измерений, выполненных АИС, так как:

- выпускаемые калибровочные газовые смеси, содержащие SO_2, не имеют всех свойств реального отходящего газа и не позволяют учесть все возможные воздействия,
- массовая концентрация диоксида серы в отходящем газе обычно изменяется со временем;
- для отобранной в баллон пробы газа невозможно сохранить свойства реального отходящего газа.

Примечание 4 — Причина, по которой обобщенную характеристику точности считают мерой точности в условиях применения, заключается в том, что кроме случайных погрешностей она включает в себя влияющие воздействия мешающих веществ, изменения температуры и напряжения в сети питания, а также дрейфы нуля и градуировки. Помимо этого обобщенная характеристика точности также включает в себя стандартное отклонение ручного метода, установленного в ИСО 7934, или поверенной АИС с другим принципом измерений, которое может быть определено отдельно или которым, при необходимости, пренебрегают. Более того, обобщенная характеристика точности включает в себя эффекты различий времени отклика на изменения состава отходящего газа при использовании различных методов.

Обобщенная характеристика точности является верхним предельным значением для АИС. Следует учитывать известные систематические погрешности результатов измерений, полученных ручным методом, установленным в ИСО 7934, или с помощью поверенной АИС с другим принципом измерений.

3.8 **труба** (chimney): Дымовая труба или конечный выход газохода стационарного (технологического) процесса, используемая(ый) для рассеивания отходящих газов.

3.9 **массовая концентрация** (mass concentration): Концентрация определяемого вещества в отходящем газе, выраженная в миллиграммах на кубический метр или граммах на кубический метр.

3.10 **выбросы стационарных источников** (stationary source emissions): Газы, выброшенные стационарной установкой или в ходе технологического процесса и транспортируемые к трубе для рассеивания в атмосфере.

4 Описание автоматических измерительных систем

4.1 Общие положения

Существует два вида АИС:

- АИС с экстрактивным отбором проб;
- неэкстрактивная АИС (измерения «на месте», в поперечном сечении трубы).

Схемы вышеуказанных АИС приведены на рисунках 1 и 2.

При использовании АИС с экстрактивным отбором проб представительную пробу газа (далее — пробу) отбирают в газоходе с помощью зонда для отбора проб и направляют через линию для отбора и систему подготовки проб к газоанализатору. Полученные данные, как правило, регистрируют и хранят с помощью систем электронной обработки данных.

Неэкстрактивные АИС не предполагают какой-либо предварительной обработки проб. Кроме того, при использовании этого вида АИС учитывается большая часть отходящего газа. Методы, установленные в 4.2 и 4.3, используют только для определения массовой концентрации диоксида серы. С помощью кондуктометрических методов измерений определяют общее содержание оксидов серы.

4.2 АИС с экстрактивным отбором проб

При использовании АИС с экстрактивным отбором проб блоки для отбора и анализа проб могут быть разделены, что облегчает их техническое обслуживание и ремонт.

---

[1] Данный термин, отсутствующий в отечественной нормативной документации, отражает тот факт, что эта характеристика распространяется на все точки диапазона измерений, но ее не следует понимать как оценку всех возможных источников неопределенности, включая неопределенность эталонного метода.

Основными блоками АИС с экстрактивным отбором проб являются:

- зонд для отбора проб;
- линия отбора проб;
- система подготовки пробы;
- аналитический блок.

Некоторые АИС с экстрактивным отбором проб включают в себя устройства для разбавления пробы.

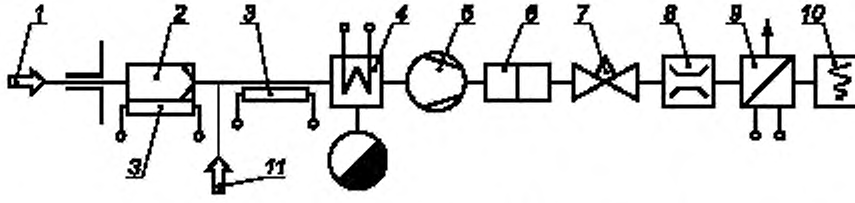
Зонд для отбора проб устанавливают внутри газохода в потоке отходящих газов. Выбор места для установки АИС может быть затруднен, поскольку результаты измерений должны быть представительными и должна быть обеспечена возможность проведения калибровки[1)].

Конструктивные исполнения зонда для отбора проб и системы подготовки проб зависят от физико-химических свойств (состава газовой фазы, содержания твердых частиц, температуры, точки росы воды и т.д.) контролируемых газовых потоков и принципа измерений используемого газоанализатора. Поскольку на результаты измерений оказывают влияние взвешенные твердые частицы и влажность, линия отбора проб должна включать в себя фильтр для удаления твердых частиц и устройство для устранения влаги.

Рекомендуется обеспечивать обогрев линии отбора проб для предотвращения неустойчивости показаний и сведения к минимуму потерь диоксида серы.

Рекомендуется использовать следующие методы анализа:

- поглощение в инфракрасной или ультрафиолетовой области спектра;
- флуоресценция с использованием ультрафиолетового излучения;
- интерферометрия;
- кондуктометрия.



1 — зонд для отбора пробы; *2* — фильтр для удаления твердых частиц; *3* — нагревательная оболочка; *4* — охладитель пробы с сепаратором конденсата; *5* — насос для прокачивания пробы; *6* — фильтр; *7* — вентиль тонкой регулировки; *8* — расходомер, *9* — газоанализатор; *10* — регистратор данных; *11* — отверстие для ввода калибровочной газовой смеси, содержащей диоксид серы, и нулевого газа

Рисунок 1 — Схема АИС с экстрактивным отбором проб

4.3 Неэкстрактивные АИС

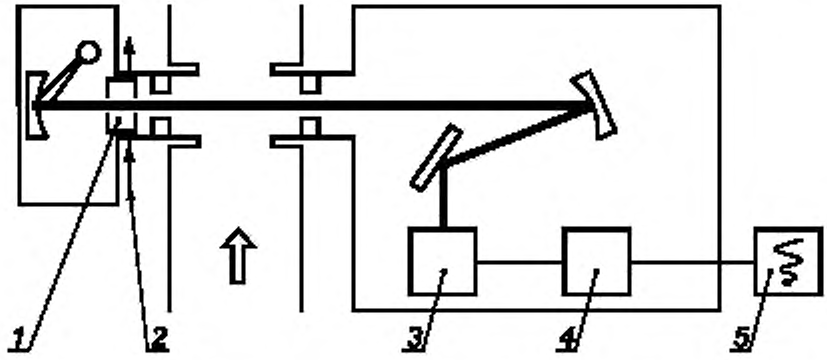
При проведении измерений «на месте», или в поперечном сечении трубы используют оптическое устройство, которое устанавливают непосредственно на газоходе. Устройство состоит из двух модулей: модуль, формирующий излучение, и модуль приема излучения после прохождения его через поток отходящих газов, содержащих диоксид серы.

Установка этих двух модулей в газоходе зависит от используемой аппаратуры.

Сигналы приемника последовательно обрабатывают и преобразуют в данные по содержанию диоксида серы, выраженные в единицах объемных долей или в миллиграммах на кубический метр.

Примечание 5 — При сравнении результатов измерений, полученных сухими экстрактивными и неэкстрактивными методами, необходимо знать содержание воды в потоке отходящих газов для приведения полученного «на месте» значения к значению на основе сухого газа.

[1)] В Российской Федерации в данном случае используют термин «градуировка».



1 — кювета для калибровочных газовых смесей; *2* — ввод для калибровочных газовых смесей, *3* — приемник оптического излучения; *4* — блок электронной обработки данных; *5* — регистратор данных

Рисунок 2 — Схема неэкстрактивной АИС

5 Значения характеристик и их применимость

Основные характеристики АИС, определяемые методами, описанными в приложении А, должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

Примечание 6 — В таблице В.1 приложения В приведены дополнительные характеристики АИС, которые обеспечивают ее соответствие требованиям, приведенным в таблице 1. В таблице 2 указаны источники выбросов, на которых значения характеристик, приведенных в таблице 1, были подтверждены в соответствии с настоящим стандартом в указанных диапазонах массовой концентрации SO_2.

Примечание 7 — Если значения характеристик АИС соответствуют приведенным в таблице 1, то неопределенность результата измерений, соответствующая верхнему пределу измерений, будет менее ± 10 % при условии качественного технического обслуживания АИС. Также проводят проверки с использованием калибровочных газовых смесей, содержащих диоксид серы, и учитывают влияние изменений атмосферного давления.

Примечание 8 — Характеристики, указанные в таблицах 1 и В.1, получены после проведения большого числа измерений в реальных условиях с помощью АИС с экстрактивным отбором проб, основанных на недисперсионном инфракрасном (НДИК), недисперсионном ультрафиолетовом (НДУФ) и кондуктометрическом методах измерений, а также с использованием результатов измерений, полученных неэкстрактивными методами.

Значение обобщенной характеристики точности было получено по результатам 50 сравнительных измерений по ИСО 7934.

Примечание 9 — Время отклика, указанное в таблице 1, обеспечивает разрешение, достаточное для наблюдающихся на практике изменений массовой концентрации диоксида серы и сокращает время отбора проб при проведении сравнительных измерений. Если при измерениях используют время отклика $t > 200$ с, это должно быть указано в отчете вместе с результатами.

Примечание 10 — Если на предприятии используются другие печи и(или) другие диапазоны выбросов, то диапазоны значений массовой концентрации SO_2, указанные в таблице 2, могут быть увеличены.

Приложение А
(обязательное)

Определение основных характеристик автоматических измерительных систем

А.1 Область применения

В настоящем приложении приведено описание методов определения основных характеристик АИС в условиях применения в диапазонах массовых концентраций NO_2 в отходящих газах от 0 до 0,1 г/м^3 и от 0 до 8 г/м^3.

Характеристики, определенные после установки АИС, необходимо дополнительно проверять в случае изменения технологического процесса, которое может повлиять на характеристики АИС, например при изменении типа сжигаемого топлива.

Примечание 11 — При определении основных характеристик АИС в условиях применения первым этапом является калибровка АИС. В А.4.1 приведено детальное описание различных методов настройки, проверки и калибровки АИС, к которым относятся методы с применением калибровочных газов, а также сравнительные методы. Методы, основанные на применении только калибровочных газов, используют на предприятиях, где состав потока отходящего газа хорошо известен. Также их применяют в том случае, если сравнительный метод требует значительных затрат времени и средств, например при периодическом использовании установки.

А.2 Основные положения

Три основные характеристики АИС (предел обнаружения, время отклика и влияние мешающих веществ) определяют «на месте» применения или в лабораторных условиях с использованием газов с известным содержанием компонентов. При использовании АИС с экстрактивным отбором проб эти газы подают на вход линии отбора проб. В комплект поставки АИС с экстрактивным отбором проб должны входить градуировочные графики для АИС и для газоанализатора. Неэкстрактивную АИС предварительно калибруют.

Обобщенную характеристику точности АИС определяют «на месте» путем сравнения с результатами измерений, выполненными ручным методом по ИСО 7934, или на поверенной АИС с другим принципом измерений.

А.3 Требования к газам

А.3.1 Нулевой газ

В качестве нулевого газа следует использовать газ, не содержащий диоксида серы, например технически чистый азот или воздух, свободный от диоксида серы.

А.3.2 Калибровочные газы

Исходный калибровочный газ должен иметь паспорт, содержащий установленное в соответствии с государственной поверочной схемой значение массовой концентрации диоксида серы.

А.4 Процедуры проверки

А.4.1 Проверки калибровки

При непрерывном режиме работы проверку калибровки газоанализатора (А.4.1.1) следует проводить через регулярные интервалы времени, заданные периодом необслуживаемой работы (обычно семь дней). При периодических измерениях проверку калибровки газоанализатора следует проводить перед каждым его использованием.

Проверку градуировочной функции (А.4.1.3) следует проводить реже (например ежегодно) или после ремонта газоанализатора.

А.4.1.1 Настройка газоанализатора

Газоанализатор устанавливают в соответствии с инструкциями изготовителя. На вход газоанализатора подают нулевой газ (А.3.1) и устанавливают показание на нулевую отметку. Затем подают калибровочный газ (А.3.2) с известным значением массовой концентрации определяемого компонента, соответствующим приблизительно от 70 % до 80 % предельного значения диапазона измерений газоанализатора, и в соответствии с этим регулируют показание. Затем на вход газоанализатора вновь подают нулевой газ и проверяют, вернулось ли показание на нулевую отметку. Если это не произошло, то вновь регулируют нулевое показание и повторяют процедуру настройки.

Примечание 12 — Для неэкстрактивных АИС (маршрутных датчиков) настройку газоанализатора не проводят, так как он является составной частью АИС.

А.4.1.2 Проверка настройки АИС

Выполняют операции по А.4.1.1, используя при этом полностью укомплектованную АИС. Для АИС с экстрактивным отбором проб нулевой и калибровочный газы подают на вход АИС как можно ближе к отверстию зонда (по возможности, перед фильтром) при атмосферном давлении. В этом случае необходимо учитывать влияние системы отбора проб.

В случае применения неэкстрактивных АИС следуют инструкциям изготовителя. Например, подают нулевой и калибровочный газы через трубку такой же длины, как и длина оптического пути между источником излучения и приемником, или используют специальные калибровочные кюветы, поставляемые изготовителем.

А.4.1.3 Проверка калибровки газоанализатора

Для проверки АИС с линейной градуировочной функцией во всем диапазоне измерений выполняют операции по А.4.1.1, но используют пять калибровочных газовых смесей со значениями массовой концентрации, равномерно распределенными по диапазону измерений (приблизительно 20 %, 40 %, 60 %, 80 % и 90 % верхнего предела диапазона измерений). Для получения газовых смесей с требуемыми значениями массовой концентрации исходный калибровочный газ (А.3.2), используемый для настройки (см. А.4.1.1), постепенно разбавляют. Для АИС с нелинейной градуировочной функцией используют не менее десяти калибровочных газовых смесей.

А.4.1.4 Калибровка с использованием сравнительных измерений содержания SO_2 в газоходе

Для сравнительных измерений с помощью отдельного зонда отбирают дополнительные пробы газа.

Для АИС с экстрактивным отбором проб входные отверстия обоих зондов располагают на расстоянии не более 30 см друг от друга для обеспечения максимальной идентичности состава отобранных проб.

Для неэкстрактивных АИС определяют, необходимо ли проводить для сравнительного измерения многоточечный отбор проб или будет достаточно одной точки отбора проб.

Проводят калибровку по ИСО 7934 или с помощью поверенной и соответствующей настоящему стандарту АИС с другим принципом измерений.

Выполняют 20 пар последовательных измерений.

Период отбора проб для каждой пары измерений должен быть 30 мин. Берут среднее значение показаний АИС за период отбора проб.

Если есть возможность, то изменяют значения массовой концентрации диоксида серы от одной пары измерений к другой.

Определяют градуировочную функцию с использованием линейной регрессии. Доверительный интервал указывают вместе с результатами.

Если градуировочная функция для АИС, полученная по А.4.1.2, отклоняется от градуировочной функции, полученной с помощью линейной регрессии, более чем на 4 % верхнего предела диапазона измерений, выясняют причину и принимают соответствующие меры. В результате обычно принимают калибровку, полученную на основе сравнительных измерений.

Примечание 13 — Для АИС с экстрактивным отбором проб проверка по А.4.1.1 всегда является первым этапом определения ее характеристик на месте применения. Затем проводят проверку по А.4.1.2 на полностью собранной АИС. Разности соответствующих результатов измерений могут быть следствием негерметичности. Отклонения значений массовой концентрации газов из-за ошибок разбавления не должно превышать 0,5 % верхнего предела диапазона измерений. Неопределенности измерений, обусловленные абсорбцией, адсорбцией и растворимостью определяемого газа, обычно являются следствием небрежной работы оператора. Проверку калибровки газоанализатора по А.4.1.3 проводят регулярно, если значения дрейфов, приведенные в таблице В.1, часто оказываются превышенными, или через более продолжительные интервалы времени (например ежегодно), если дрейфы не превышают установленную норму. Отклонения, составляющие более 1 % верхнего предела диапазона измерений, должны быть включены в оценку значений основных характеристик; если эти отклонения составляют более 3 %, то газоанализатор неисправен.

Калибровка с использованием сравнительных измерений в соответствии с настоящим подпунктом необходима, например, при установке оборудования для непрерывного мониторинга на крупных источниках выбросов, а также во время запуска АИС и должна быть повторена через несколько лет ее работы.

Сравнительные измерения также проводят для выяснения причин превышения предельного значения обобщенной характеристики точности (А.4.2.2).

А.4.2 Определение характеристик

А.4.2.1 Проверка АИС с использованием калибровочных газов

Проверку АИС с помощью газовых смесей проводят на полностью собранной АИС в лабораторных условиях или на месте применения с установленной в газоходе линией отбора проб.

Для АИС с экстрактивным отбором проб нулевой газ (А.3.1) и калибровочный газ (А.3.2) вводят непосредственно в линию отбора проб как можно ближе к ее началу (см. рисунок 1) под давлением, под которым такой же поток пробы проходит через газоанализатор (см. А.4.1.2). Если вход линии отбора проб установлен внутри газохода, проверяют, загрязняются ли калибровочные газы газами из газохода (например, путем закрытия любого вентиля в начале линии отбора проб).

Для проверки неэкстрактивных АИС с применением испытательных газов необходимо следующее.

Системы должны включать в себя механические устройства для ввода испытательных газов в трубку (или кювету) при соответствующих давлении и температуре. Для АИС, работающих «на месте», это может быть насадка с уплотнением для подключения к зонду с соответствующими газовыми подсоединениями. Полностью собранная система может быть размещена внутри обогревающей оболочки.

Для измерительного оборудования, работа которого основана на принципе просвечивания, требуется большая оптическая кювета с окнами, прозрачными для излучения в области длин волн, используемых для анализа. Кювета должна иметь диаметр, достаточный для прохождения излучения, сформированного оптическими элементами газоанализатора, и длину, равную оптическому пути через газоход, для достаточного моделирования максимальных требуемых значений массовой концентрации калибровочных газов.

Примечание 14 — Необходимые для проверки устройства должны быть предоставлены изготовителем АИС.

А.4.2.1.1 Предел обнаружения

Нулевой газ (А.3.1), подают на вход АИС не менее 30 раз согласно А.4.2.1, и записывают показания. Показания необходимо считывать за максимально короткое время для сведения к минимуму дрейфа нуля и отклонения нуля, связанного с температурой (см. приложение В).

Принимая уровень доверительной вероятности равным 95 %, вычисляют предел обнаружения x, мг/м^3, по формуле

$$x = \overline{x}_0 + 2s_{x0}, \qquad (A.1)$$

где $\overline{x}_0$ — среднее значение показаний при введении нулевого газа, мг/м^3;

s_{x0} — стандартное отклонение показаний при введении нулевого газа, мг/м^3.

А.4.2.1.2 Определение влияния мешающих веществ

На вход АИС в соответствии с А.4.2.1 подают газы с различными известными значениями массовой концентрации мешающего газа y_i, соответствующими типичным значениям. Записывают результат измерения x_{si}, выраженный в миллиграммах на кубический метр SO_2, и массовую концентрацию ρ_{si} мешающего газа.

В тех случаях, когда изменение результата измерения представляет собой линейную зависимость от массовой концентрации мешающего вещества, эффект влияния этого вещества может быть задан как x_{si}/ρ_{si}. Если зависимость изменения результата измерения от увеличения массовой концентрации вещества нелинейна, то эффект влияния должен быть определен отдельно.

Определяют эффект влияния каждого мешающего вещества, а также общий эффект влияния смеси всех мешающих веществ.

Примечание 15 — Пример содержания мешающих веществ в отходящих газах мусоросжигательных заводов. CO_2 — 275 г/м^3; CO — 100 мг/м^3; NO — 400 мг/м^3; NO_2 — 30 мг/м^3; остальное — N_2.

Эффект влияния S, %, для типичной смеси мешающих веществ вычисляют по полученным индивидуальным эффектам x_{si}/ρ_{si} мешающих веществ y_2 по формуле

$$S = \frac{1}{\rho_{FS}} \sum_{i=1}^{n} \frac{x_{si}}{\rho_{si}} \rho_{mi}\, 100, \qquad (A.2)$$

где ρ_{mi} — массовая концентрация мешающего вещества, мг/м^3;

ρ_{FS} — диапазон измерений SO_2, мг/м^3;

n — число мешающих веществ.

Сравнивают вычисленное значение с результатом измерения массовой концентрации смеси. Если эти значения отличаются друг от друга не более чем на 2 %, то общим эффектом влияния пренебрегают и вычисляют эффекты влияния для других смесей мешающих веществ.

Примечание 16 — Значение, приведенное в таблице 1, представляет собой сумму эффектов влияния, обусловленных максимальными концентрациями мешающих веществ в анализируемой пробе.

Примечание 17 — Состав потока отходящего газа в большой степени зависит от типа установки. Как правило, обоснованные максимальные концентрации мешающего вещества не могут быть заданы.

А.4.2.1.3 Определение времени отклика

На вход АИС в соответствии с А.4.2.1 подают калибровочный газ, содержащий SO_2 массовой концентрацией от 50 % до 90 % верхнего предела диапазона измерений.

За время отклика принимают средний интервал времени между подачей калибровочного газа и достижением аналитическим сигналом 90 % зафиксированной массовой концентрации (см. 5.2.18 ИСО 6879).

А.4.2.2 Определение обобщенной характеристики точности

Обобщенную характеристику точности для конкретной АИС определяют только на месте применения. Проводят не менее 30 измерений по А.4.1.4. Результаты, полученные с помощью проверяемой АИС, сравнивают с результатами, полученными ручным методом по ИСО 7934 или с помощью АИС с другим принципом измерений, предварительно поверенной и соответствующей требованиям настоящего стандарта.

Примечание 18 — Поскольку неопределенность результатов измерений АИС, которая зависит от качества работы всей АИС, распространяется на период необслуживаемой работы, вне этого периода проводят достаточное число вышеуказанных сравнительных измерений.

Обобщенную характеристику точности s_A, мг/м^3, вычисляют на основе значения s_D и известного значения стандартного отклонения s_M для результатов измерений, полученных с помощью ручного метода, установленного в ИСО 7934, по формуле

$$s_A = \sqrt{s_D^2 - s_M^2}, \qquad (A.3)$$

где s_M — стандартное отклонение результатов измерений, полученных ручным методом по ИСО 7934, мг/м^3;

s_D — значение, вычисленное по разностям в парах результатов измерений в соответствии с формулой (А.4), мг/м^3.

Значение s_D вычисляют по формуле

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{n-1}\left[\sum_{i=1}^{n} z_i^2 - \frac{1}{n}\left(\sum_{i=1}^{n} z_i\right)^2\right]}, \quad (A.4)$$

где $z_i = x_i - y_i$ — разность в парах результатов измерений, мг/м^3;

x_i — массовая концентрация диоксида серы, определенная в i-ом измерении в процессе химического анализа, мг/м^3;

y_i — среднее значение зарегистрированной массовой концентрации SO_2, мг/м^3;

n — число сравнительных измерений.

Для проверки на наличие значительной систематической погрешности среднюю разность результатов сравнительных измерений $\bar{z}$, мг/м^3, вычисляют по формуле

$$\bar{z} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(x_i - y_i). \quad (A.5)$$

Если средняя разность лежит за пределами 95 %-ного доверительного интервала, то это является свидетельством наличия значительной систематической погрешности.

Значительная систематическая погрешность наблюдается при выполнении следующего условия

$$|\bar{z}| \geq 2\frac{s_D}{\sqrt{n}}. \quad (A.6)$$

Если систематическая погрешность превышает 2 % верхнего предела диапазона измерений, то определяют причину этого и принимают меры ло ее устранению.

Примечание 19 — Для большого числа сравнительных измерений средняя разность $\bar{z}$ стремится к нулю, если нет систематических погрешностей. Доверительная вероятность представляет собой неопределенность средней разности. Ее рассчитывают на основе стандартного отклонения, коэффициента Стьюдента t (для большого числа измерений и доверительной вероятности P = 95 % $t \approx 2$) и числа измерений.

А.5 Отчет о результатах проверки

В отчет о выполнении проверки включают:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) полную идентификацию АИС;

c) подробную информацию о том, какие проверки проводились в лаборатории и на месте применения, а также информацию о месте и условиях проведения проверки;

d) результаты, полученные после проверок по разделу А.4, и вывод о соответствии результатов значениям, приведенным в таблице 1;

e) дату и время отбора проб.

Приложение В
(справочное)

Дополнительные характеристики автоматических измерительных систем в условиях применения

Дополнительные характеристики АИС в условиях применения и их числовые значения, приведенные в таблице В.1, являются ориентировочными; их соблюдение помогает достичь соответствия характеристикам, указанным в таблице 1.

Таблица В.1 — Дополнительные характеристики АИС в условиях применения

Наименование характеристики АИС	Значение, %
Дрейф нуля	± 2[1), 2)]
Дрейф показаний	± 4[2), 3)]
Дрейф нулевого показания, в зависимости от температуры окружающей среды	± 2[1), 4)]
Дрейф показаний, в зависимости от температуры окружающей среды	± 3[3), 4)]

[1)] Относительно верхнего предела диапазона измерений.
[2)] Во время периода необслуживаемой работы (на практике период необслуживаемой работы равен 7 дням).
[3)] Отнесенное к результату измерения.
[4)] При условии, что во время периода необслуживаемой работы изменение температуры окружающей среды не превышает ± 10 К в пределах установленных условий работы.

Приложение С
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным документам

Обозначение ссылочного международного документа	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта Российской Федерации
ИСО 6879:1995	ГОСТ Р ИСО 6879—2005 Качество воздуха. Характеристики и соответствующие им понятия, относящиеся к методам измерений качества воздуха
ИСО 7934:1989	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта, который находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Библиография

ИСО 4225:1994 Качество воздуха. Общие положения. Словарь

УДК 504.3:006.354 ОКС 13.040 Т58

Ключевые слова: качество воздуха, выбросы стационарных источников, массовая концентрация, диоксид серы, характеристики автоматических систем измерения, сравнительные измерения, экстрактивный и неэкстрактивный отбор проб, калибровка, газоанализатор

Редактор *Т.А Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 07.08.2007. Подписано в печать 27.08.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 273 экз. Зак. 674.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru