ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71221— 2024

ВЫБРОСЫ ПРОМЫШЛЕННЫЕ В АТМОСФЕРУ

Определение суммарного содержания газообразной ртути в дымовых газах с использованием сорбционных трубок

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Люмэкс» (ООО «Люмэкс»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 413 «Методология и метрологическое обеспечение систем экологического управления, мониторинга и контроля»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 февраля 2024 г. № 191-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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 1
3 Термины и определения 2
4 Метод измерений 2
5 Условия проведения измерений 2
6 Требования безопасности 3
7 Требования к квалификации оператора 3
8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3
9 Подготовка к проведению измерений и отбор проб 4
10 Выполнение измерений в лаборатории 7
11 Обработка результатов измерений 8
12 Метрологические характеристики 10
13 Контроль качества результатов измерений 10
14 Оформление результатов измерений 11
Приложение А (рекомендуемое) Схема отбора проб дымовых газов. 12
Приложение Б (рекомендуемое) Проверка пригодности активированного угля 15
Приложение В (рекомендуемое) Приготовление растворов 16
Приложение Г (обязательное) Проверка пригодности сорбционных трубок 17
Приложение Д (рекомендуемое) Подготовка сорбционных трубок к анализу 18

Введение

Всемирной организацией здравоохранения ртуть включена в список 10 химических веществ, представляющих наибольшую опасность для здоровья населения.

Основными источниками поступления ртути в окружающую среду являются антропогенные выбросы в атмосферный воздух. Длительное время жизни ртути в атмосфере определяет возможность ее дальнего переноса на тысячи — десятки тысяч километров и накопления в удаленных от источников выбросов областях.

Совокупность связанных со ртутью негативных проблем для окружающей среды и здоровья населения привела к необходимости разработки и принятия в 2017 г. ООН Минаматской конвенции ООН по ртути. Конвенция определяет ключевые проблемы ртутного загрязнения и меры по снижению нагрузки ртути на окружающую среду и население.

На территории Российской Федерации основными источниками выбросов ртути в атмосферу являются металлургическая промышленность и тепловая энергетика, в первую очередь, сжигание угля. Заметными источниками выбросов также являются производство цемента и сжигание отходов.

В дымовых газах промышленных предприятий ртуть присутствует в трех основных формах: в виде элементной ртути Hg^0, окисленных форм ртути Hg^{2+} в газовой фазе и ртути, связанной с твердыми частицами. Последние извлекаются из потока специализированными фильтрами для удаления твердых частиц, и в дымовых газах определяется содержание общей газообразной ртути, представляющее сумму элементной Hg^0 и окисленных форм ртути Hg^{2+} в газовой фазе.

В мировой практике используются два основных способа определения содержания общей газообразной ртути в дымовых газах промышленных предприятий:

- непрерывные инструментальные измерения содержания ртути в потоке газа;
- дискретный отбор пробы газа в жидкие или твердые поглотители с последующим лабораторным анализом.

Непрерывные инструментальные методы допускается использовать как для краткосрочных измерений, так и для долговременного мониторинга содержания ртути в газе. При этом способе дымовой газ непрерывно поступает в анализатор, который измеряет содержание либо общей газообразной ртути, либо элементной и окисленной форм по отдельности. Системы непрерывного инструментального контроля являются более сложными по сравнению с использующими способы отбора проб.

При дискретном отборе проб получают среднее значение содержания ртути в газовом потоке за время отбора пробы. Этот подход нашел широкое распространение в мировой практики за счет экономической эффективности и надежности. Он также используется в качестве референтного метода для валидации систем непрерывных инструментальных измерений содержания ртути в дымовых газах. Метод измерений массовой концентрации общей газообразной ртути с применением сорбционных трубок, установленный в настоящем стандарте, использует дискретный отбор проб.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЫБРОСЫ ПРОМЫШЛЕННЫЕ В АТМОСФЕРУ

Определение суммарного содержания газообразной ртути в дымовых газах с использованием сорбционных трубок

Air pollution emissions.
Determination of total vapor phase mercury content in flue gas using sorbent traps

Дата введения — 2024—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на промышленные выбросы в атмосферу и устанавливает метод измерений массовой концентрации общей газообразной ртути (далее — ртуть) с использованием сорбционных трубок. Массу ртути, накопленной на сорбенте, измеряют методом атомно-абсорбционной спектрометрии. Объем отбираемой пробы — от 1 до 100 дм^3, расход дымового газа — от 0,2 до 2 дм^3/мин.

Диапазон измерений массовой концентрации ртути составляет от 0,015 до 5000 мкг/м^3 включительно.

Метод распространяется на дымовые газы с температурой не выше 300 °С, влажностью не выше 10 %, запыленностью не выше 100 мг/м^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 17.2.4.06 Охрана природы. Атмосфера. Методы определения скорости и расхода газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения

ГОСТ 17.2.4.07 Охрана природы. Атмосфера. Методы определения влажности газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения

ГОСТ 17.2.4.08 Охрана природы. Атмосфера. Методы определения давления и температуры газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 16317 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 33007 Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газовых потоков. Общие технические требования и методы контроля

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Издание официальное

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59061 Охрана окружающей среды. Загрязнение атмосферного воздуха. Термины и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 59061, ГОСТ Р ИСО 5725-1, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **сорбционная трубка:** Патрон, содержащий сорбент (обычно стеклянная трубка с активированным углем, обработанным йодом) с двумя или несколькими секциями, разделенными инертным материалом, таким как стекловолокно.

3.2 **общая газообразная ртуть:** Элементная ртуть и ее соединения, находящиеся в газовой пробе.

4 Метод измерений

Метод основан на отборе проб дымовых газов на сорбционные трубки с последующим извлечением сорбента из экспонированной трубки, переводе содержащейся в нем ртути в состояние атомного пара при контролируемой температуре, переносе ее потоком воздуха в нагреваемую аналитическую кювету анализатора и измерении атомного поглощения при резонансной длине волны 253,7 нм с коррекцией неселективного поглощения на основе эффекта Зеемана. Массу ртути, накопленной на сорбенте, определяют по площади пика выходного сигнала анализатора с учетом ранее установленной градуировочной характеристики. Массовую концентрацию ртути в газе рассчитывают, исходя из суммы масс ртути во всех секциях сорбционной трубки и объема отобранного газа.

Определению ртути не мешают триоксид серы (SO_3) при значениях массовой концентрации до 20 мг/м^3, диоксид серы (SO_2) при значениях массовой концентрации до 200 мг/м^3, оксиды азота (NO_x) до 200 мг/м^3, хлороводород (HCl) до 10 мг/м^3. Мешающее влияние состава дымовых газов оценивают по 9.5.4.

5 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды .....(20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха.....не более 80 %;
- атмосферное давление.....от 84,0 до 106,7 кПа.

При отборе проб должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающей среды .....от минус 5 °С до плюс 40 °С;
- атмосферное давление.....от 84,0 до 106,7 кПа.

6 Требования безопасности

При отборе проб и проведении лабораторных исследований следует соблюдать требования электробезопасности по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемое оборудование.

При отборе проб в зонах, где существует возможность возникновения взрывоопасной и химически опасной атмосферы, следует соблюдать установленные правила безопасности.

Следует учитывать, что некоторые части пробоотборной системы могут быть горячими, что требует применения средств индивидуальной защиты и особого внимания при эксплуатации оборудования.

Следует соблюдать правила обращения со ртутью и ее соединениями, утвержденными в установленном порядке. Сорбционные трубки после отбора проб, а также защитные фильтры, устанавливаемые в анализаторе для поглощения паров ртути после прохождения аналитической кюветы, должны рассматриваться как ртутьсодержащие отходы.

7 Требования к квалификации оператора

К отбору проб допускают специалиста, имеющего высшее, среднее специальное или дополнительное профессиональное техническое образование и освоившего методы отбора проб промышленных выбросов.

К выполнению измерений и обработке их результатов в лаборатории допускают специалиста, имеющего высшее, среднее специальное или дополнительное профессиональное техническое образование, прошедшего инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и показавшего удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля качества результатов измерений.

8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

8.1 Средства измерений и стандартные образцы

Анализатор ртути атомно-абсорбционный с коррекцией неселективного поглощения на основе эффекта Зеемана, работающий на длине волны резонансного поглощения ртути 253,7 нм и включающий в себя устройство для термической деструкции пробы при температурах от 300 °С до 850 °С, нагреваемую аналитическую кювету и систему для переноса газообразных продуктов термодеструкции в аналитическую кювету, позволяющий проводить измерение массы ртути от 0,5 нг[1)].

Рекомендуется, чтобы управление работой анализатора, регистрация и обработка данных осуществлялись при помощи персонального компьютера, на котором установлено специальное программное обеспечение.

Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10—100 мм^3, с относительной погрешностью дозирования не более ±3 %.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 100—1000 мм^3, с относительной погрешностью дозирования не более ±2 %.

Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 вместимостью 50, 100, 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 2-го класса точности, любого типа и исполнения, вместимостью 1, 5, 10 см^3 по ГОСТ 29227.

[1)] Примером подходящего средства измерений являются «Анализаторы ртути лабораторные РА-915Лаб», номер в Госреестре средств измерений 81851-21. Данная информация приведена для удобства пользования стандартом и не означает поддержку данного изделия со стороны Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

Стандартный образец утвержденного типа состава водного раствора ионов ртути (номинальное значение массовой концентрации 1,00 г/дм^3, относительная погрешность аттестованного значения не более ±1,0 %, например ГСО 7879—2001).

Цилиндры мерные 2-го класса точности, любого исполнения вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770.

Счетчик газовый, позволяющий регистрировать объем газа с пределом допускаемой относительной погрешности не более ±3 % и дискретностью отсчета 0,0001 м^3.

Манометр дифференциальный, позволяющий регистрировать разность давлений с пределом допускаемой приведенной (к диапазону измерений) погрешности не более ±2 %.

Термометр, позволяющий регистрировать температуру с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±2 °С.

Барометр, позволяющий регистрировать атмосферное давление с пределом допускаемой относительной погрешности не более ±0,2 кПа.

Средства измерений давления и температуры потока газа по ГОСТ 17.2.4.07, влажности — по ГОСТ 17.2.4.08. Средства измерений запыленности по ГОСТ 33007.

Все используемые средства измерений должны быть включены в Государственный реестр средств измерений и иметь действующие свидетельства о поверке.

Допускается использование других средств измерений и стандартных образцов, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики.

8.2 Вспомогательные устройства

Пробоотборная система со стальным зондом с термостатирующим контуром в диапазоне температур от 110 °С до 150 °С со встроенным контролем расхода газа, температуры и давления газового потока, обеспечивающая одновременный отбор на две или четыре сорбционные трубки (описание и требования к пробоотборной системе приведены в приложении А).

Сорбционные трубки для определения ртути в дымовых газах (описание и требования к трубкам приведены в приложении А).

Каплеотбойник и устройство для осушения газа (может входить в состав пробоотборной системы).

Стеклорез любой марки для резки секций сорбционных трубок.

Холодильник любой марки по ГОСТ 16317.

Дозатор проб, например лодочки, выполненные из кварца, нержавеющей стали или керамические, размеры которых соответствуют применяемому анализатору.

Допускается использование вспомогательного оборудования с аналогичными техническими характеристиками по качеству не ниже указанных.

8.3 Реактивы

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (далее — вода для анализа).

Азотная кислота, ос. ч. по ГОСТ 11125.

Калий двухромовокислый, х. ч. по ГОСТ 4220.

Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный по ГОСТ Р 55878 (применяют для мытья окон кюветы).

Уголь кокосовый активированный дробленый, размер частиц 0,42—1,70 мм (12—40 меш). Проверка пригодности активированного угля — согласно приложению Б.

Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

9 Подготовка к проведению измерений и отбор проб

9.1 Общие положения

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы:

- подготовка анализатора ртути к работе;
- приготовление вспомогательных и градуировочных растворов;
- установление градуировочной характеристики и проверка ее приемлемости;
- проверка пригодности сорбционных трубок;
- оптимизация условий отбора проб для конкретного источника дымовых газов.

9.2 Подготовка анализатора к работе

Подготавливают анализатор ртути к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации (РЭ) и руководством пользователя (РП) программного обеспечения.

9.3 Градуировка анализатора

9.3.1 Общие положения

Градуировка заключается в установлении зависимости между массой ртути в пробе и интегральным аналитическим сигналом в соответствии с уравнением

$$S - S_0 = a \cdot m\,, \qquad (1)$$

где S — интегральный аналитический сигнал от градуировочного раствора, условные единицы;

S_0 — интегральный аналитический сигнал от фонового раствора, условные единицы;

m — масса ртути в анализируемой пробе, нг;

a — градуировочный коэффициент (условные единицы)·нг$^{-1}$.

Градуировочные характеристики устанавливают по отдельности для каждого диапазона масс ртути по таблице 1 с использованием фонового и градуировочных растворов. В качестве фонового раствора применяют раствор разбавления. Приготовление растворов приведено в приложении В.

Количество градуировочных точек должно быть не менее четырех, которые, по возможности, равномерно перекрывают весь необходимый диапазон масс ртути.

9.3.2 Установление градуировочной характеристики

9.3.2.1 Градуировочные характеристики устанавливают, варьируя либо массовую концентрацию градуировочных растворов ртути, либо дозируемый объем этих растворов, либо оба этих параметра таким образом, чтобы перекрыть, по возможности равномерно, весь диапазон масс ртути. При измерениях применяют активированный уголь в качестве подложки, поэтому предварительно проводят проверку его пригодности согласно приложению Б.

Массу ртути в дозируемом объеме градуировочного раствора m_{CO}, нг, вычисляют по формуле

$$m_{CO} = C_C \cdot V_{CO}\,, \qquad (2)$$

где C_{CO} — массовая концентрация ртути в градуировочном растворе, мг/дм^3;

V_{CO} — дозируемый объем градуировочного раствора, мм^3.

ВАЖНО! Температура дозатора проб при дозировании раствора ртути должна соответствовать температуре окружающей среды в лаборатории.

Таблица 1 — Рекомендуемые градуировочные растворы ртути

Градуировочные растворы				Диапазон масс ртути, нг	
Ссылка на приложение/документ	C_{CO}, мг/дм^3	V_{CO}, мм^3	m_{CO}, нг	1—200*	100—50 000**
В.1	0	100	0,0	+	+
В.6	0,01	100	1,0	+	–
В.5	0,10	100	10	+	–
В.4	1,0	100	100	+	+
В.4	1,0	200	200	+	
В.3	10	100	1000	–	+
В.2	100	100	10 000	–	+
ГСО ртути***	1000	50	50 000	–	+

Окончание таблицы 1

* Условия термодеструкции: расход воздуха 0,8—1,2 дм^3/мин, начальная температура атомизатора 180 °С — 220 °С, конечная температура атомизатора 550 °С — 850 °С. ** Условия термодеструкции: расход воздуха 2,5—3,5 дм^3/мин, начальная температура атомизатора 150 °С — 180 °С, конечная температура атомизатора 450 °С — 850 °С. *** Анализ раствора ртути массовой концентрации 1000 мг/дм^3 выполняют без использования активированного угля.
Примечание — Знак «+» означает, что раствор используется при градуировке анализаторов в данном диапазоне масс ртути, знак «-» означает, что раствор не используется при градуировке анализаторов в данном диапазоне масс ртути.

9.3.2.2 Для проведения градуировки помещают в дозатор проб от 200 до 250 мг активированного угля. С помощью пипеточного дозатора отбирают необходимый объем градуировочного раствора и распределяют его по поверхности активированного угля. Вводят уголь с нанесенным на него градуировочным раствором в устройство для термической деструкции и регистрируют сигнал в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора и/или руководством пользователя программного обеспечения. По завершении регистрации сигнала удаляют остатки угля из дозатора проб и проводят интегрирование сигнала в пределах зарегистрированного пика.

9.3.2.3 Повторяют операции по 9.3.2.2 с остальными градуировочными растворами (см. таблицу 1). По результатам всех измерений, используя программное обеспечение, устанавливают градуировочную характеристику.

9.3.3 Проверяют приемлемость установленной по 9.3.2 градуировочной характеристики, вычисляя для каждого дозируемого объема градуировочного раствора значение массы ртути с использованием установленной градуировочной характеристики $m_{CO,p}$, нг и относительное отклонение d, %, по формуле

$$d = \frac{\left|m_{CO,p} - m_{CO}\right|}{m_{CO}} \cdot 100, \quad (3)$$

где m_{CO} — масса ртути в дозируемом объеме градуировочного раствора, нг;

Градуировочная характеристика признается приемлемой, если:

- значения d для всех масс ртути в градуировочных растворах не превышают 10 %;
- коэффициент корреляции не менее 0,99.

9.4 Проверка пригодности сорбционных трубок

Проверку пригодности сорбционных трубок проводят согласно приложению Г до начала отбора проб.

9.5 Отбор проб

9.5.1 Выбор измерительного сечения в газоходе — по ГОСТ 17.2.4.06. Требования к оборудованию рабочей площадки на участке газохода с измерительным сечением по ГОСТ 33007.

Принципиальная схема отбора проб приведена в приложении А. При наличии технической возможности отбор пробы проводят параллельно на две сорбционные трубки, установленные в пробоотборный зонд в соответствии с рекомендациями производителя пробоотборной системы.

Масса ртути, накопленная на трубке в процессе отбора проб дымовых газов, должна находиться в диапазоне от 1 до 50 000 нг. Для каждого источника дымовых газов проводят предварительную оценку уровня массовой концентрации ртути в дымовом газе по 9.5.2, рассчитывают целевой объем дымового газа по 9.5.3, подбирают условия отбора и оценивают влияние состава дымовых газов и выбранных условий отбора на результаты измерений по 9.5.4, определяют массовую концентрацию ртути в дымовом газе по 9.5.5.

9.5.2 Предварительная оценка массовой концентрации ртути в дымовых газах источника

Для предварительной оценки массовой концентрации ртути в дымовых газах источника рекомендуется выполнить отбор 10 дм^3 газа на две сорбционные трубки с расходом дымового газа от 0,2 до 0,5 дм^3/мин. Оптимальное время отбора составляет от 20 мин до 1 ч.

Измеряют массу ртути, накопленной на сорбционных трубках согласно 10, рассчитывают массовую концентрацию ртути в дымовых газах для каждой из трубок по 11.1 и вычисляют их среднеарифметическое значение.

При наличии предварительных данных об ожидаемом значении массовой концентрации ртути в дымовых газах источника допускается использовать эти данные в расчетах по 9.5.3, в этом случае операции по 9.5.2 не проводят.

9.5.3 Расчет целевого объема пробы

Исходя из предварительной оценки содержания ртути (см. 9.5.2), рассчитывают целевой объем пробы. Под целевым объемом пробы понимают оценку объема дымового газа, который требуется отобрать, чтобы масса ртути, накопленная на трубке, попадала в диапазон установленной градуировочной характеристики и находилась между нижней и верхней границами, для которых выполнена проверка пригодности сорбционных трубок согласно приложению Г.

Пример — При целевой массе ртути 20 нг и оценке массовой концентрации ртути по 9.5.2 на уровне 1 мкг/м^3 рассчитанное значение целевого объема составляет 20 дм^3.

Если при предварительной оценке массовой концентрации ртути в дымовых газах по 9.5.2 ртуть не обнаружена, то целевой объем принимают равным 100 дм^3.

9.5.4 Отбор проб на сорбционные трубки с добавкой (оценка влияния состава дымовых газов)

Для оценки влияния состава дымовых газов рассчитывают необходимую массу добавки ртути в контрольной секции сорбционных трубок, которые будут использованы для отбора проб. Расчет проводят исходя из оценки массовой концентрации ртути в дымовом газе по 9.5.2 и целевого объема пробы по 9.5.3.

Рассчитывают ожидаемую массу ртути в аналитической секции экспонированной трубки и подбирают трубки с контрольной секцией таким образом, чтобы масса ртути в контрольной секции составляла от 50 % до 150 % массы ртути в аналитической секции.

Пример — При предполагаемом значении массовой концентрации ртути в дымовом газе 5 мкг/м^3, объемном расходе газа 0,4 дм^3/мин и времени отбора 60 мин ожидаемая масса ртути в аналитической секции составляет 120 нг. Таким образом, масса ртути в контрольной секции должна составлять от 60 до 180 нг.

Выполняют отбор газа на две параллельные сорбционные трубки с добавкой, используя объемный расход и время отбора пробы, которые обеспечивают отбор целевого объема по 9.5.3.

Определяют коэффициент извлечения добавки R по 11.2, формула (8), который должен составлять от 85 % до 115 %.

Если коэффициент извлечения добавки составляет менее 85 %, то рассматривают возможность уменьшения отбираемого объема пробы, использования специальных трубок с дополнительной секцией для удаления паров кислот или сорбционных трубок большей емкости.

9.5.5 Отбор проб на сорбционные трубки без добавки (для определения массовой концентрации ртути в дымовом газе)

Проводят отбор на две параллельные сорбционные трубки, используя объемный расход и время отбора пробы, которые обеспечивают отбор целевого объема по 9.5.3.

При использовании двухсекционных сорбционных трубок с добавкой отбор проб по 9.5.4 и 9.5.5 проводят одновременно.

При использовании трехсекционных сорбционных трубок с добавкой отбор проб совмещен с оценкой влияния состава дымовых газов, поэтому отдельный отбор проб на сорбционные трубки без добавки по 9.5.5 не проводят.

Сорбционные трубки после отбора проб доставляют в лабораторию, подготавливают к измерениям согласно 10.1, анализируют согласно 10.2 и рассчитывают массовую концентрацию ртути в пробе согласно 11.1.

Срок хранения экспонированных трубок — 30 дней в герметично закрытом контейнере (пакете).

10 Выполнение измерений в лаборатории

10.1 Общие положения

Подготавливают анализатор к работе по 9.2.

Вскрывают сорбционные трубки и переносят по отдельности сорбент из каждой секции в дозаторы проб, руководствуясь рекомендациями приложения Д.

10.2 Анализ сорбционных трубок

Вводят дозатор проб в устройство для термической деструкции и регистрируют сигнал в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора и/или руководством пользователя программного обеспечения. По завершении регистрации сигнала удаляют остатки пробы из дозатора проб и проводят интегрирование сигнала в пределах зарегистрированного пика.

Дозатор проб очищают от следов ртути отжигом.

Для каждой сорбционной трубки получают следующие значения для последующих расчетов:

а) двухсекционная сорбционная трубка без добавки (отбор проб по 9.5.5):

- масса ртути m_1 в секции 1 (аналитическая секция);
- масса ртути m_2 в секции 2 (секция контроля проскока);

б) двухсекционная сорбционная трубка с добавкой (отбор проб по 9.5.4):

- масса ртути m_{1R} в секции 1 (аналитическая секция);
- масса ртути m_{2R} в секции 2 (контрольная секция с известной массой ртути);

в) трехсекционная сорбционная трубка с добавкой (отбор проб по 9.5.4 и 9.5.5):

- масса ртути m_1 в секции 1 (аналитическая секция);
- масса ртути m_2 в секции 2 (секция контроля проскока);
- масса ртути m_{3R} в секции 3 (контрольная секция с известной массой ртути).

11 Обработка результатов измерений

11.1 Массовую концентрацию ртути в пробе X, мкг/м^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 + m_2}{V_0}, \tag{4}$$

где m_1 — измеренная масса ртути в секции 1 сорбционной трубки, мкг;

m_2 — измеренная масса ртути в секции 2 сорбционной трубки, мкг;

V_0 — объем отобранного газа, приведенный к нормальным условиям (температура 0 °С, давление 101,3 кПа), м^3, вычисляемый по формуле

$$V_0 = V_{изм} \frac{273\ \left(P - P_р\right)}{101{,}3\ \left(273 + t_р\right)}, \tag{5}$$

где $V_{изм}$ — объем отобранной пробы, измеренный счетчиком, м^3;

P — атмосферное давление при отборе пробы, кПа;

$\Delta P_р$ — разрежение у газового счетчика, кПа;

$t_р$ — температура у газового счетчика, °С.

11.2 За результат измерений массовой концентрации ртути X, мкг/м^3, (см. 11.1) принимают либо результат единичного измерения, либо среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении следующих условий:

- при отборе параллельных проб расхождение результатов параллельных определений не превышает предела повторяемости, т.е. выполняется неравенство

$$\left|X_1 - X_2\right| \le 0{,}01 \cdot r \cdot \bar{X}, \tag{6}$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений массовой концентрации ртути, вычисленные по формуле (4), мкг/м^3;

$\bar{X}$ — среднеарифметическое значение X_1 и X_2, мкг/м^3;

r — значение предела повторяемости (10 %);

- величина проскока B, рассчитанная по формуле

$$B = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100, \quad (7)$$

не превышает 20 % при массовой концентрации ртути в пробе менее 1 мкг/м^3 включительно и 10 % при массовой концентрации ртути в пробе более 1 мкг/м^3;

- коэффициент извлечения добавки (по 9.5.4) R, %, рассчитанный по формуле при наличии параллельных определений

$$R = \frac{(\bar{X}_R - \bar{X}) \cdot \bar{V}_R}{m_s} \cdot 100, \quad (8)$$

где $\bar{V}_R$ — среднеарифметическое значение объема отобранного газа, прошедшего через две сорбционные трубки с добавкой ртути по 9.5.4 в пересчете на нормальные условия (температура 0 °С, давление 101,3 кПа), м^3;

$\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой концентрации ртути в пробе, рассчитанных по формуле (4) с уточнением: для двухсекционной трубки с добавкой по 9.5.4 вместо m_1+m_2 используют значение m_{1R}, мкг/м^3;

$\bar{X}_R$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой концентрации ртути с учетом добавки ртути, рассчитанных по формуле (4) с уточнением: для двухсекционной трубки вместо m_1+m_2 используют значение m_{2R} для трехсекционной трубки с добавкой — значение m_{3R}, мкг/м^3;

m_s — фактическая масса добавки ртути по 9.5.4, мкг

или (для результата единичного измерения)

$$R = \frac{(X_R - X) \cdot V_R}{m_s} \cdot 100, \quad (9)$$

где V_R — объем отобранного газа, прошедший через сорбционную трубку с добавкой ртути по 9.5.4 в пересчете на нормальные условия (температура 0°С, давление 101,3 кПа), м^3;

X — результат измерений массовой концентрации ртути в пробе, рассчитанной по формуле (4) с уточнением: для двухсекционной трубки с добавкой по 9.5.4 вместо m_1+m_2 используют значение m_{1R}, мкг/м^3;

X_R — результат измерений массовой концентрации ртути, рассчитанных по формуле (4) с уточнением: для двухсекционной трубки вместо m_1+m_2 используют значение m_{2R} для трехсекционной трубки с добавкой — значение m_{3R}, мкг/м^3;

m_s — фактическая масса добавки ртути по 9.5.4, мкг

составляет от 85 % до 115 %.

При невыполнении условия (6) используют методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2002 (подраздел 5.2).

11.3 При необходимости результат представляют в мг/м^3. 1 мкг/м^3 соответствует 0,001 мг/дм^3.

12 Метрологические характеристики

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата k = 2) приведена в таблице 2.

Таблица 2 — Относительная расширенная неопределенность измерений

Диапазон измерений, мкг/м^3	Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата k = 2) $U_{отн}$, %
От 0,015 до 0,100 включ.	30
Св. 0,10 до 1,00 включ.	21
Св. 1,00 до 5000 включ.	18

13 Контроль качества результатов измерений

13.1 Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает:
- контроль стабильности градуировочной характеристики;
- контроль точности результатов измерений с использованием сорбционных трубок с добавкой;
- контроль стабильности результатов измерений.

13.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале рабочего дня перед измерениями анализируемых проб, а также периодически в течение рабочего дня (рекомендуемая периодичность контроля 2—3 ч).

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с использованием контрольного раствора ртути, который соответствует диапазону градуировочной характеристики. Вводимую массу ртути m_0, нг, вычисляют по формуле (2).

Контрольный раствор анализируют два раза, используя рабочую градуировочную характеристику, вычисляют массу ртути для каждого ввода ($m_{к1}$ и $m_{к2}$, нг, соответственно).

Градуировочная характеристика признается стабильной, если для каждого полученного значения $m_{кi}$ выполняется условие

$$\left|m_{кi} - m_0\right| \le 0{,}1m_0 \ , \tag{10}$$

где m_0 — масса ртути, введенной в атомизатор, нг;

$m_{кi}$ — результат измерений контрольного раствора, нг, где i = 1, 2.

При невыполнении условия (4) хотя бы для одного из результатов контроль повторяют. При отрицательном результате устанавливают новую градуировочную характеристику.

13.3 Контроль точности результатов измерений проводят путем анализа сорбционных трубок с добавкой по 9.4 или 9.5.4. Необходимость и порядок контроля точности устанавливаются документами, определяющими порядок внутрилабораторного контроля.

13.4 Контроль стабильности результатов измерений

Необходимость и порядок контроля стабильности устанавливаются документами, определяющими порядок внутрилабораторного контроля. Контроль стабильности результатов измерений проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2002, раздел 6.

14 Оформление результатов измерений

Результаты измерений представляют в протоколе, который должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результат измерений массовой концентрации ртути в пробе представляют в виде $X \pm U$, мкг/м^3, при этом показатель точности измерений U (расширенная неопределенность при коэффициенте охвата 2) рассчитывают по формуле

$$U = 0{,}01 U_{отн} \bar{X}, \quad (11)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

$U_{отн}$ — относительная расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2 (таблица 2);

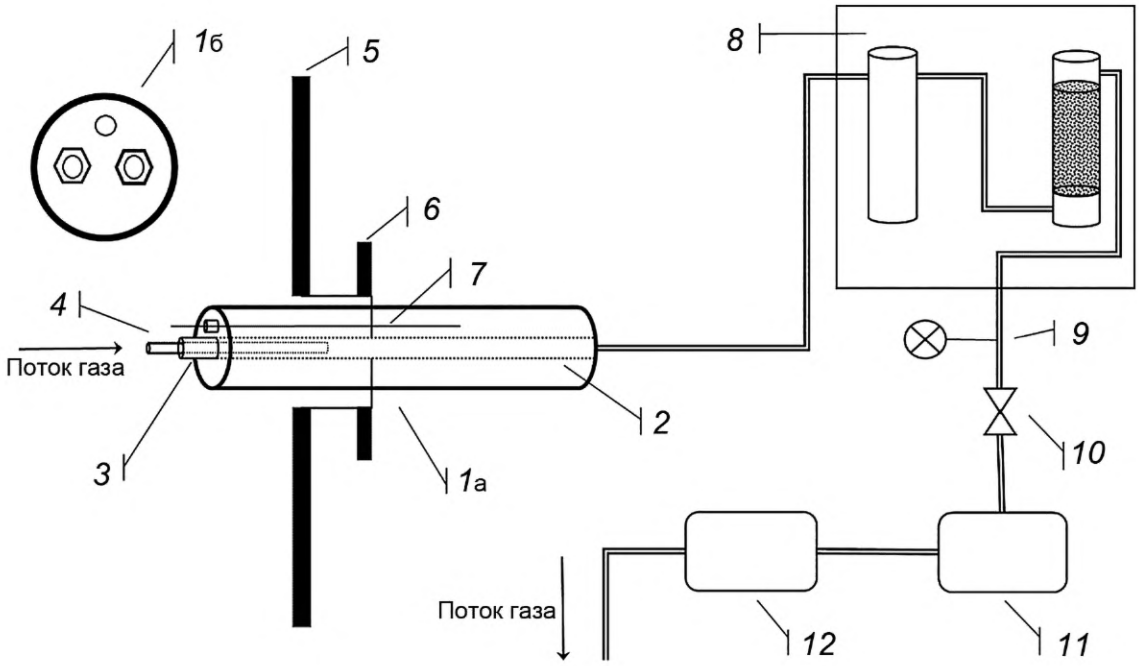
$\bar{X}$ — среднеарифметическое значение массовой концентрации ртути для двух параллельных определений (X_1, X_2), мкг/м^3.

Численное значение результата испытаний должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение расширенной неопределенности, рассчитанное по формуле (11).

Приложение А
(рекомендуемое)

Схема отбора проб дымовых газов

Отбор осуществляют одновременно и непосредственно на две сорбционные трубки, установленные в независимые каналы пробоотборного зонда. В процессе отбора пробы дымового газа зонд термостатируется во избежание конденсации водяного пара и обводнения сорбента. При использовании коммерчески доступных пробоотборных систем температуру зонда устанавливают согласно рекомендациям производителя оборудования, в иных случаях рекомендуется осуществлять отбор при температуре зонда от 110 °С до 150 °С. Схема отбора проб приведена на рисунке А.1.



*1*а — пробоотборный зонд; *1*б — пробоотборный зонд (фронтальный вид); *2* — термостатируемый пробоотборный канал; *3* — порт для установки сорбционных трубок; *4* — сорбционная трубка; *5* — стенка газохода; *6* — штуцер для отбора проб; *7* — датчик температуры газа в газоходе; *8* — система для удаления влаги: жидкостная ловушка и емкость с осушителем; *9* — дифференциальный манометр; *10* — кран регулировки потока; *11* — побудитель расхода; *12* — газовый счетчик

Рисунок А.1 — Схема системы отбора проб дымовых газов
с использованием сорбционных трубок

Пробоотборная система состоит из следующих компонентов:

- стальной пробоотборный зонд (типичная длина примерно 2 м) с термостатируемым контуром, устройством для измерения температуры дымовых газов и не менее двух портов для установки сорбционных трубок;
- система для удаления влаги, включающая в себя жидкостную ловушку для конденсата и емкость с осушителем на основе силикагеля. Рекомендуется использовать осушитель с цветовой индикацией влажности (например, драерит);
- побудитель расхода (расход от 0 — 2 дм^3/мин);
- газовый счетчик любого типа для измерения объема отобранного газа в каждом из каналов;
- рекомендуется наличие консоли управления с возможностью установки и поддержания требуемого расхода и с наличием датчиков давления в пробоотборных каналах. Рекомендуется наличие индикации и автоматического контроля времени отбора и/или отобранного объема пробы.

Перед началом отбора проб проверяют герметичность собранной системы отбора проб, устанавливают сорбционные трубки в предназначенные для них порты пробоотбрного зонда и вводят пробоотборный зонд в газоход. Герметизируют порт ввода зонда в газоход. Устанавливают выбранный расход газа и включают отсчет времени. В процессе отбора проб периодически регистрируют параметры газового потока и при необходимости регулируют расход газа в каналах пробоотборной системы. После завершения отбора проб (т. е. после истечения заданного

времени отбора проб или после отбора заданного объема газа) выключают побудитель расхода, останавливают отсчет времени и извлекают зонд из газохода.

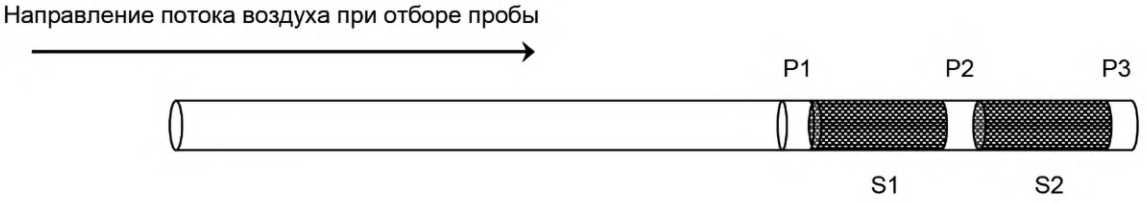
После остывания пробоотборного зонда извлекают пробоотборные трубки и вместе с сопроводительной документацией помещают в контейнер для отправки в лабораторию.

Типичные размеры трубок составляют:

- внешний диаметр 10 мм;
- длина от 150 до 500 мм.

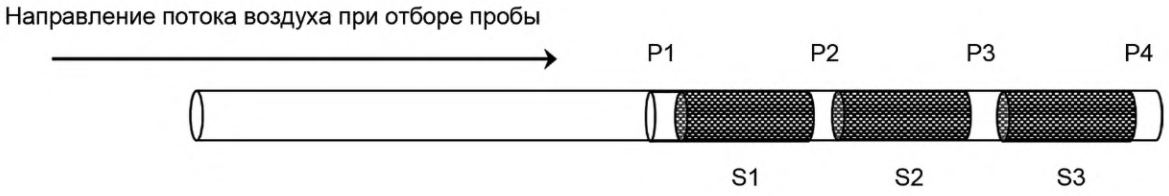
Масса сорбента (йодированный активированный уголь) в каждой секции составляет примерно 500 мг. При самостоятельном изготовлении сорбционных трубок рекомендуется использовать коммерчески доступный сорбент. При этом необходимо контролировать его чистоту согласно приложению Б.

Схемы двухсекционных и трехсекционных сорбционных трубок приведены на рисунках А.2, А.3.



S1 — аналитическая секция; S2 — секция контроля проскока; P1, P2, P3 — межсекционные перегородки (стекловолокно)

Рисунок А.2 — Схема двухсекционной сорбционной трубки



S1 — аналитическая секция; S2 — секция контроля проскока; S3 — контрольная секция с добавкой ртути;
P1, P2, P3, P4 — межсекционные перегородки (стекловолокно)

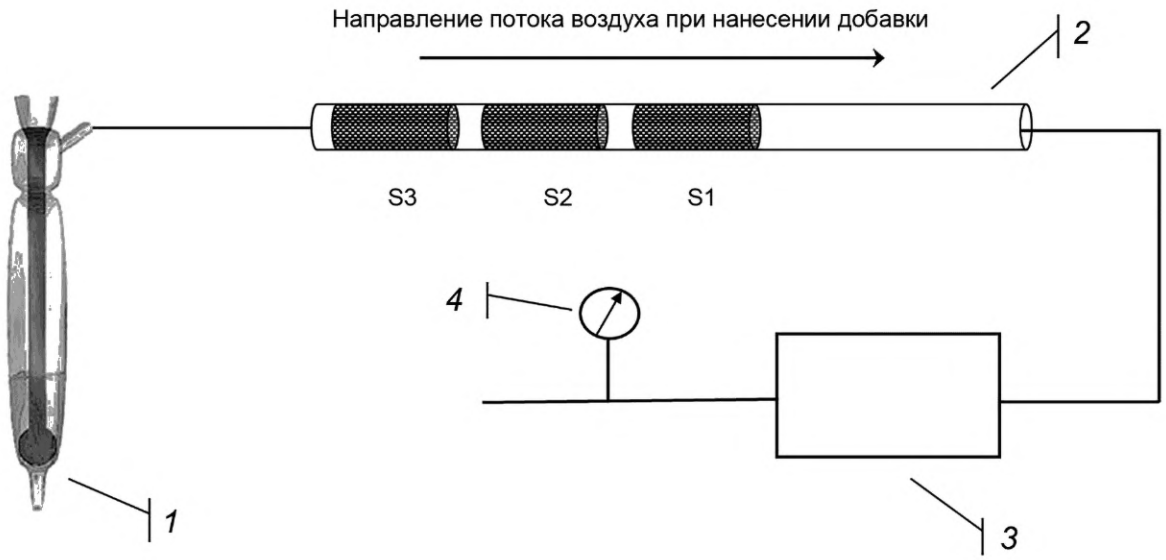
Рисунок А.3 — Схема трехсекционной сорбционной трубки

Двухсекционные сорбционные трубки используют для измерения массовой концентрации ртути в дымовых газах. Отбор дымового газа проводят по 9.5.5.

Двухсекционные сорбционные трубки с добавкой ртути, в которых известное содержание ртути нанесено на секцию контроля проскока, и трехсекционные сорбционные трубки с добавкой используют при оценке мешающего влияния состава дымовых газов конкретного источника по 9.5.4 и при реализации процедур контроля качества измерений по разделу 13.

При самостоятельном изготовлении сорбционных трубок с добавкой для нанесения добавки ртути рекомендуется использовать метод «холодного пара». Для этого собирают систему, схематично изображенную на рисунке А.4. В барботер, содержащий раствор хлорида олова (II), вносят известный объем раствора ионов ртути и осуществляют барботирование для переноса образовавшейся атомарной ртути на сорбент.

Массу добавки ртути на секции с добавкой рассчитывают исходя из использованных объема и концентрации раствора ионов ртути.



1 — барботер; *2* — сорбционная трубка; *3* — побудитель расхода; *4* — регулятор расхода

Рисунок А.4 — Схема внесения добавки на контрольную секцию S3 сорбционной трубки

Приложение Б
(рекомендуемое)

Проверка пригодности активированного угля

Б.1 В дозатор проб помещают от 200 до 250 мг активированного угля, вводят уголь в устройство для термической деструкции и регистрируют сигнал в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора и/или руководством пользователя программного обеспечения. По завершении регистрации сигнала удаляют остатки пробы из дозатора проб и, если был зарегистрирован пик сигнала, то проводят интегрирование сигнала в пределах зарегистрированного пика.

Б.2 Затем в дозатор проб помещают новую порцию активированного угля (см. Б.1) и пипеточным дозатором равномерно наносят на активированный уголь 100 мм^3 градуировочного раствора ртути массовой концентрации 0,1 мг/дм^3 (см. приложение В). Регистрируют пик сигнала и проводят его интегрирование.

Б.3 Если пик сигнала от активированного угля не регистрируется (см. Б.1) или если интегральный сигнал не превышает 3 % интегрального сигнала для градуировочного раствора (см. Б.2), то активированный уголь считают пригодным для проведения измерений. В противном случае необходимо заменить партию угля.

Б.4 Хранить активированный уголь рекомендуется в сухом, герметично закрывающемся сосуде в помещении, в котором не проводят работы с веществами, содержащими ртуть.

Приложение В
(рекомендуемое)

Приготовление растворов

В.1 Приготовление раствора разбавления (фонового раствора)

В термостойкий стакан помещают 500 $см^3$ воды для анализа и осторожно приливают, тщательно перемешивая, 50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Когда раствор остынет, его переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 200 мг двухромовокислого калия и доводят до метки водой для анализа.

Перед использованием приготовленный раствор проверяют на чистоту, для чего регистрируют интегральный аналитический сигнал от одинаковых объемов (в диапазоне от 100 до 200 $мм^3$) этого раствора и раствора массовой концентрации ртути 0,1 мг/$дм^3$ по В.5. Чистоту раствора признают удовлетворительной, если интегральный аналитический сигнал от раствора разбавления не превышает 3 % от раствора ртути массовой концентрации 0,1 мг/$дм^3$.

Несоблюдение указанного условия означает непригодность раствора разбавления для приготовления градуировочных растворов. В этом случае находят и устраняют причины загрязнений, заново приготавливают раствор разбавления, а затем градуировочный раствор и повторяют проверку.

Срок хранения в темном месте — 3 мес. Рекомендуется использовать пластиковую емкость с навинчивающейся крышкой.

В.2 Приготовление градуировочного раствора ртути номинального значения массовой концентрации 100 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 30 $см^3$ раствора разбавления по В.1, пипеткой вносят 5,0 $см^3$ ГСО состава раствора ионов ртути по 8.1, доводят до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают. Фактическое значение массовой концентрации ртути вычисляют с учетом данных паспорта стандартного образца утвержденного типа.

Срок хранения при температуре от 2 °С до 8 °С — 6 мес.

В.3 Приготовление градуировочного раствора ртути номинального значения массовой концентрации 10 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 30 $см^3$ раствора разбавления по В.1, пипеткой вносят 5,0 $см^3$ раствора ионов ртути массовой концентрации 100 мг/$дм^3$ по В.2 и доводят до метки раствором разбавления, тщательно перемешивают. Фактическое значение массовой концентрации ртути вычисляют с учетом данных паспорта стандартного образца утвержденного типа.

Срок хранения при температуре от 2 °С до 8 °С — 6 мес.

В.4 Приготовление градуировочного раствора ртути номинального значения массовой концентрации 1 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 30 $см^3$ раствора разбавления по В.1, пипеткой вносят 5 $см^3$ раствора ртути массовой концентрации 10 мг/$дм^3$ по В.3, доводят до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают. Фактическое значение массовой концентрации ртути вычисляют с учетом данных паспорта стандартного образца утвержденного типа.

Срок хранения при температуре от 2 °С до 8 °С — 2 нед.

В.5 Приготовление градуировочного раствора ртути номинального значения массовой концентрации 0,1 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 30 $см^3$ раствора разбавления по В.1, пипеткой вносят 1 $см^3$ раствора ртути массовой концентрации 10 мг/$дм^3$ по В.3, доводят до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают. Фактическое значение массовой концентрации ртути вычисляют с учетом данных паспорта стандартного образца утвержденного типа.

Срок хранения при температуре от 2 °С до 8 °С — 2 нед.

В.6 Приготовление градуировочного раствора ртути номинального значения массовой концентрации 0,01 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 30 $см^3$ раствора разбавления по В.1, пипеткой вносят 1 $см^3$ раствора ртути массовой концентрации 1 мг/$дм^3$ по В.4, доводят до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают. Фактическое значение массовой концентрации ртути вычисляют с учетом данных паспорта стандартного образца утвержденного типа.

Срок хранения при температуре от 2 °С до 8 °С — 2 нед.

Приложение Г
(обязательное)

Проверка пригодности сорбционных трубок

Г.1 Перед началом работ с сорбционными трубками проверяют пригодность партии сорбционных трубок для отбора проб. Если трубки включают контрольную секцию с добавкой ртути (см. приложение А, рисунок А.3), то отбирают случайным образом три трубки и приступают к выполнению операций по Г.2.

Если трубники не включают контрольную секцию, то наносят добавку ртути на секцию S2 для двухсекционных трубок или секцию S3 для трехсекционных трубок (см. приложение А). Рекомендуется подготовить по три сорбционных трубки с массой ртути, близкой к нижней и верхней границам диапазона содержаний в реальных пробах, с которыми обычно работает лаборатория.

Г.2 Анализируют контрольные секции подготовленных трубок (см. Г.1) без отбора на них проб дымовых газов.

Г.3 Для каждой сорбционной трубки рассчитывают коэффициент извлечения добавки ртути R_{SP}, %, (по Г.2) по формуле

$$R_{SP} = \frac{m_R}{m_{SP}} \cdot 100 , \qquad (Г.1)$$

где m_R — измеренная масса ртути в контрольной секции сорбционной трубки по Г.2, мкг;

m_{SP} — фактическая масса добавки ртути в контрольной секции сорбционной трубки по Г.2, мкг.

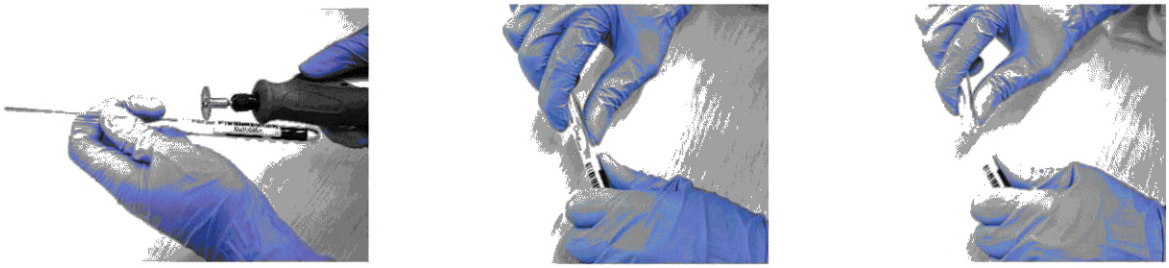
Г.4 Партию сорбционных трубок признают пригодной, если среднеарифметическое значение коэффициента извлечения добавки ртути по Г.3 для каждой из фактических масс добавки ртути m_{SP} составляет от 90 % до 110 %.

Приложение Д
(рекомендуемое)

Подготовка сорбционных трубок к анализу

Внимание! Все процедуры с сорбционными трубками и их содержимым следует выполнять в перчатках.

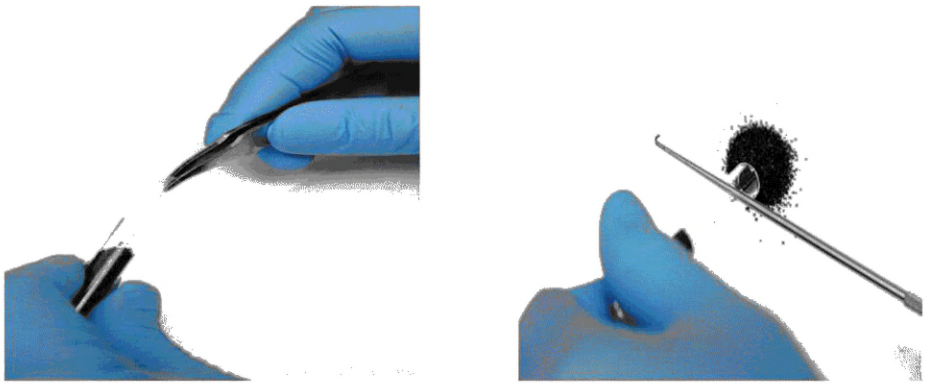
При помощи стеклореза наносят круговой надрез на поверхности стеклянной сорбционной трубки чуть выше уровня первой секции со стекловолоконной перегородкой (см. рисунок Д.1*а*) и аккуратно разламывают трубку по линии надреза (см. рисунки Д.1*б*, *в*). Допускается использовать любой удобный ручной стеклорез или портативный стеклорезный электроинструмент с алмазным диском.



а *б* *в*

Рисунок Д.1 — Вскрытие сорбционной трубки

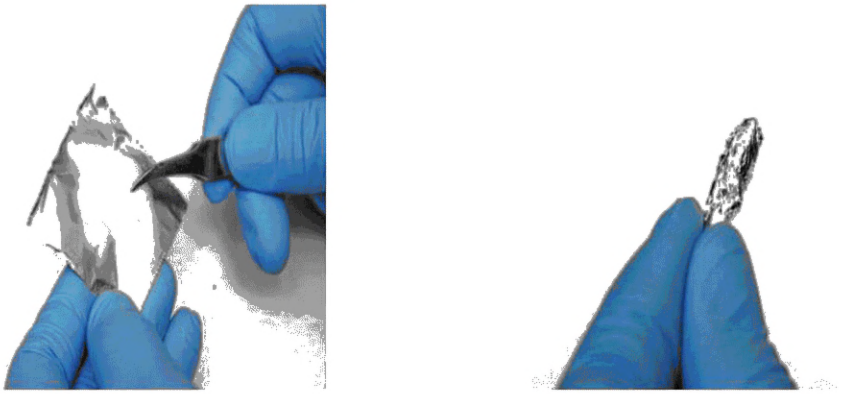
Осторожно пинцетом вынимают стекловолоконную перегородку (см. рисунок Д.2*а*) и высыпают сорбционный материал на чистый лист бумаги (см. рисунок Д.2*б*).



а *б*

Рисунок Д.2 — Извлечение содержимого трубки

Плотно заворачивают извлеченную стекловолоконную перегородку в небольшой лист алюминиевой фольги (см. рисунок Д.3*а*) так, чтобы стекловолокно полностью находилось внутри (см. рисунок Д.3*б*).



а *б*

Рисунок Д.3 — Подготовка к анализу стекловолоконной перегородки

Описанные выше операции выполняют для каждой из секций сорбционной трубки и далее анализируют их по отдельности.

Для этого количественно переносят весь сорбент из каждой секции в дозатор проб. Межсекционную перегородку из стекловолокна, расположенную перед секцией, помещают в дозатор проб вместе с сорбентом. Во избежание потерь частиц сорбента при переносе сорбента в дозатор проб помещают еще один лист бумаги под дозатор проб (см. рисунок Д.4).

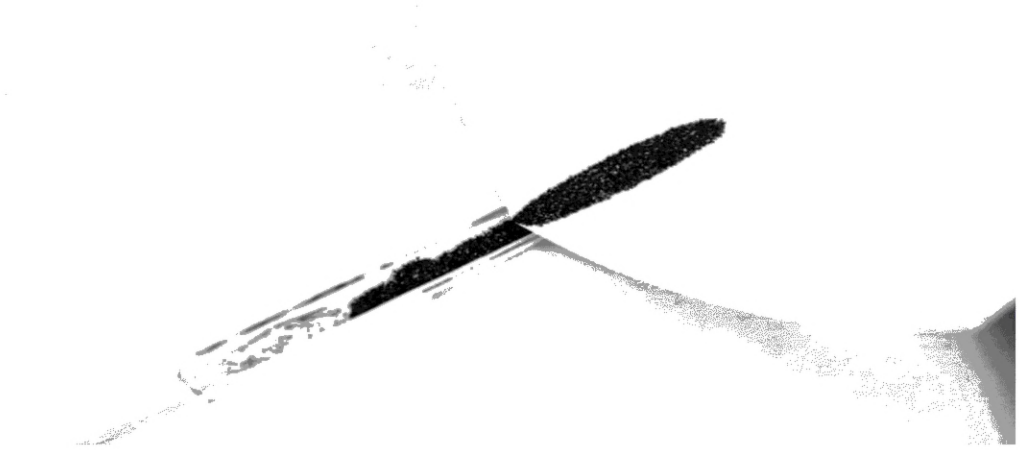


Рисунок Д.4 — Перенос сорбента в дозатор

Далее последовательно измеряют массу ртути в каждой из секций сорбционной трубки по 10.2.

Массы ртути в каждой из секций являются суммой масс ртути, накопленной на сорбенте и соответствующей стекловолоконной перегородке. Например, на рисунке Д.5 показана схема трехсекционной трубки. Секции в соответствии с направлением потока газа при отборе обозначены как S1, S2 и S3. Межсекционные перегородки, ограничивающие секции с обеих сторон, обозначены как P1, P2, P3 и P4. Массы ртути в каждой секции обозначены s1, s2 и s3 соответственно, а на каждой перегородке p1, p2, p3 и p4. Масса ртути, накопленной в первой секции равна s1+p1; во второй секции = s2+p2+p3; в третьей секции = s3+p4.

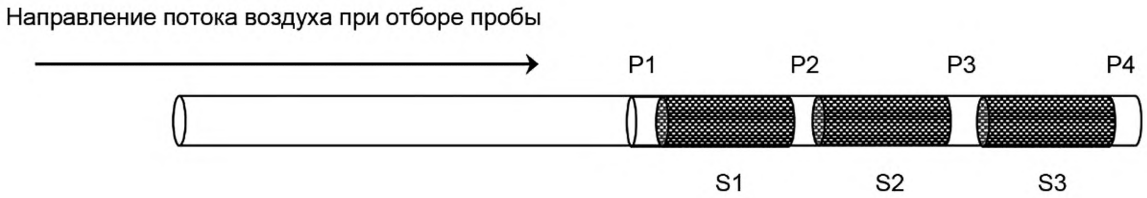


Рисунок Д.5 — Структура трехсекционной сорбционной трубки, состоящей из трех секций (S1, S2 и S3) разделенных межсекционными перегородками из стекловолокна (P1, P2, P3 и P4)

УДК 543.27:006.354 ОКС 13.040.01

Ключевые слова: промышленные выбросы, дымовые газы, ртуть, сорбционные трубки, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 01.02.2024. Подписано в печать 19.02.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,24.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru