ООО ”Центр” Маркетинг-Экология”

Утверждаю

Ген.директор

ООО ”Центр” Маркетинг-экология”

”_____” Прокофьев М.Ю.

Методика выполнения измерения массовой концентрации паров воды в газопылевых потоках, отходящих от источников загрязнения атмосферы гравиметрическим методом

МЭ - 01 - 2000

Свидетельство Госстандарта РФ № 2420/67-2000 от 04.08.2000 г.

Санкт-Петербург

2000 г.

gost.e-ecolog.ru

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации паров воды (влажности) в присутствии капельно-жидкой влаги в отходящих газах от источников загрязнения атмосферы в диапазоне от 50 до 500 г/м^3. Мешающее влияние взвешенных веществ и капельно - жидкой влаги устраняется на стадии отбора проб.

1. Характеристики погрешности измерений

Границы относительной погрешности при измерении массовой концентрации паров воды в отходящих газах не превышает ±10 % при доверительной вероятности 0,95.

2. Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

2.1. Средства измерения

весы технические ВЛКТ-500 с погрешностью 0,1 г	ГОСТ 19491-74;
манометр U - образный	ГОСТ 9933-75;
термометр ртутный, лабораторный тип ТЛ-2 0-100^{0}С, цена деления - 0,5 ^{0}С	ГОСТ 215-73Е;
барометр - анероид М - 67	ГОСТ 23696-79Е;
секундомер; класс 3; цена деления секундной шкалы 0,2 с	ГОСТ 5072-91Е;
электроаспиратор М-822	ГОСТ 13478-75;
счетчик газа бытовой Галлус - 2000 (ШЛЮМБЕРЖЕ ИНДАСТРИЗ) сертификат № 940/1 от 20.12.96г. до 1.01.2002г. Государственный реестр - №13750-96	

2.2. Вспомогательные устройства

пробоотборное устройство, рис.1	патент № 12860
шланги резиновые диаметром вн. 6 мм;	ГОСТ 54962-76;
зажимы металлические	ТУ 64-1-964-75

2.3. Реактивы и материалы

вода дистиллированная,	ГОСТ 6709-72
силикагель индикаторный	

Примечание: все перечисленные средства измерений могут быть заменены аналогичными, с метрологическими характеристиками, не уступающими вышеуказанным.

3. Метод измерений

Метод основан на конденсации паров воды, а также сорбции остаточной влаги в устройстве конденсации с последующим гравиметрическим определением. Мешающее действие аэрозолей устраняется на стадии отбора проб.

4. Требования безопасности

Измерение на свечах, дымовых трубах осуществляют в соответствии с ГОСТ 12.2.003-74. Участки газоходов, на которых проводят измерения, должны быть изолированы, если температура стенок выше 45 ^{0}С.

Площадки для замеров должны быть ограждены перилами и бортовыми листами, согласно требованиям ГОСТ 12.2.062-81.

Работы на высоте проводят в соответствии с СНиП Ш-4-80.

Должны выполнятся требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие данную МВИ в процессе тренировки.

6. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 должны быть соблюдены следующие условия:

атмосферное давление	84 - 106,7 кПа (630-800 мм рт. ст.);
температура окружающего воздуха	20 ±5 ^{0}С;
влажность окружающего воздуха	не более 80% при температуре 25^{0}С;
напряжение в сети	220 ± 10 В
изменения температуры, допускающиеся между взвешиванием устройства конденсации до и после отбора пробы	±3 ^{0}С

При отборе из газохода проб, газовый поток в газоходе должен находиться при следующих условиях:

избыточное давление (разрежение)	± 10 кПа
температура	0 - 450 ^{0}C;
влажность	от 50 до 500 г/м^3,
запыленность	до 1,0 г/м^3

7. Подготовка к выполнению измерений

7.1. Подготовка к отбору проб

Собирают систему из трех поглотителей и патрона с силикагелем (устройство конденсации) в соответствии с рис.1. Первый поглотитель оставляют пустым - 1 ступень конденсации; во второй поглотитель заливают 20 см^3 дистиллированной воды - 2 ступень конденсации; третий поглотитель остается пустым - 3 ступень конденсации; патрон заполняют силикагелем, высушенным до постоянного веса при t =150 ± 50 ^{0}C - 4 ступень конденсации. Все ступени конденсации помещают в охлаждающее устройство (без льда), состоящее из трех колб, установленных в корпусе. Все ступени конденсации соединяют резиновыми шлангами (между 1 -ступенью конденсации и 2 - ступенью, при отборе проб устанавливают зажим). Собранное устройство конденсации (без зажима), взвешивают два раза на весах с точностью до 0,1 г., за результат измерения массы устройства принимают среднее арифметическое ($G_{1)}$ результатов двух единичных измерений (G'_1 и G''_2.), разность между которыми не превышает ± 0,2 г. Устройство помещают в контейнер (должен быть сухим и чистым) для транспортировки на предприятие. Входное и выходное отверстие конденсирующего устройства закрывают заглушками. Колбы устройства охлаждения наполовину заполняют колотым льдом, закрывают плотно пробками и крышкой для транспортировки на предприятие. Дополнительно в термосе берут с собой лед, на случай, если лед в устройстве охлаждения растает до окончания отбора пробы.

8. Отбор проб

8.1. Выбирают прямолинейный участок газохода. Отбор проб проводят в местах отбора других загрязняющих веществ. На выбранном месте приваривают штуцер. На расстоянии 30 - 70 мм выше штуцера приваривают пруток диаметром 10 мм и длиной около 1 м для крепления оборудования. К месту отбора должен быть подведен источник электропитания.

8.2. Собирают систему пробоотбора, подсоединив пробоотборный зонд к устройству конденсации, газовому счетчику и аспиратору. К входному отверстию пробоотборного зонда подсоединяют фильтрующий патрон, заполненный стекловолокном.

8.3. Проверяют систему отбора на герметичность, для чего, до ввода зонда в газоход, устанавливают расход газа около 5 $дм^3$/мин по ротаметру и закрывают входное отверстие фильтрующего патрона, если через некоторое время (1-2 мин) расход снизится до нуля - система герметична.

8.4. Помещают устройство конденсации в устройство охлаждения, пережимают резиновый шланг между первой и второй ступенью конденсации, заводят пробоотборный зонд в штуцер.

8.5. При высокой запыленности (> 1,0 $г/м^{3)}$ и наличие капельно - жидкой влаги к входному отверстию пробоотборного зонда присоединяют изогнутый под, примерно прямым углом фильтрующий патрон, заполненный стекловолокном. При установке пробоотборного зонда в газоходе, в этом случае, входное отверстие фильтрующего патрона должно быть направленно по газопылевому потоку.

8.6. Укрепляют всю систему пробоотбора на прутке, подключают к электрической сети обогреваемый зонд для прогрева, закрывают свободное пространство штуцера подручным материалом для ликвидации подсосов.

Перед отбором проб определяют параметры газового потока в газоходе в соответствии с ГОСТ 17.2.4.06-90 и ГОСТ 17.2.4.07-90.

Включают аспиратор, одновременно снимая зажим с резинового шланга. Скорость отбора пробы устанавливают 5 $дм^3$/мин. В соответствии с ГОСТ 17.2.3.02.-78 отбор проб должен поводиться в течение 20 мин. В процессе отбора проб фиксируют и заносят в журнал начальное и конечное значения показания газового счетчика, температуру и давление (разрежение) газа у счетчика и в газоходе, продолжительность отбора пробы по секундомеру, атмосферное давление.

8.7. Силикагель в патроне, установленном после поглотителей, синего цвета. На выходе из патрона он должен оставаться синим, если он стал розовый, то возможен проскок паров воды. Отбор прекращают и после замены силикагеля производят повторный отбор пробы.

8.8. После отбора пробы устройство конденсации вынимают из устройства охлаждения, вытирают досуха, закрывают заглушками вход и выход и помещают его в контейнер, для транспортировки в лабораторию.

9. Выполнение измерений массы устройства конденсации

В лаборатории устройство конденсации выдерживают в течение часа и взвешивают на тех же весах, на которых был установлен первоначальный вес. Взвешивание осуществляют не менее двух раз (поставить на чашечные весы, взвесить, снять. Процедуру повторить.). За результат измерения массы устройства конденсации принимают среднее арифметическое ($G_{2)}$ двух единичных измерений (G'_2 и G''_2), разность между которыми не должен превышать ±0,2 г.

10. Обработка результатов измерений

10.1 Объем отобранной пробы ($V_г$, м^3) рассчитывают по формуле:

$$V_г = V_к - V_н \qquad (1)$$

где $V_н$ - начальное показание счетчика, м^3 ,

$V_к$ - конечное показание счетчика, м^3 .

Объем газовой пробы, (V_o, дм^3) приведенной к нормальным условиям (101,3 кПа, 0 ^{0}C) рассчитывают по формуле:

$$V_0 = V \cdot \frac{273.2 \cdot (P \pm \Delta P)}{101.3 \cdot (273.2 + t)} \qquad (2)$$

где P - атмосферное давление, кПа,

ΔP - разрежение (избыточное давление) перед счетчиком, кПа,

t - температура газа перед счетчиком, ^{0}C.

10.2. Массу паров воды (G, г) рассчитывают по формуле:

$$G_2 - G_1 = G \qquad (3)$$

где G_2 - среднее значение массы устройства конденсации после отбора пробы, г,

G_1 -среднее значение массы устройства конденсации до отбора пробы, г,

10.3. Массовую концентрацию паров воды (С, г/м^3) в отходящих газах рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{G}{V_0} \qquad (4)$$

11. Контроль точности результатов измерений

В целях обеспечения указанной в п. 1 точности измерений массовой концентрации водяных паров в процессе каждого измерения контролируют:

а) герметичность системы отбора пробы - согласно п 8.3.

б) полноту поглощения паров воды - согласно п. 8.7.

в) сходимость результатов единичных измерений массы устройства конденсации - согласно п. 7.1. и 9.

12.Оформление результатов измерений

Результат измерения округляется до 2-х значащих цифр при С от 50 до 99 г/м^3 , до 3-х значащих цифр при С ≥ 100 г/м^3 и записывается в виде:

$$(C \pm 0{,}12C) \text{ г/м}^3 \qquad (5)$$

Приложение 1

Пересчет количества загрязняющего вещества от источника загрязнения с учетом сухого объема газовоздушной смеси, поступающего в атмосферу

Пары воды, поступающие от источника выделения не являются загрязняющим веществом, но при этом могут составлять значительную часть объема газовоздушной смеси, поступающей в атмосферу. Пересчет выброса ЗВ, г/с, на сухой объем газовоздушной смеси отражает реальный выброс от источника загрязнения атмосферы.

Пересчет по формуле:

$$P = V_{сух} \times C_{з.в.}$$

где P - массовый выброс загрязняющего вещества, поступающего в атмосферу, г/с,

$C_{з.в.}$- массовая концентрация загрязняющего вещества для которой рассчитывается массовый выброс, г/м^3

$V_{сух}$ - объем сухой газовоздушной смеси, м/с

Пересчет поступающего из источников загрязнения атмосферы объема газовоздушной смеси, содержащей пары воды, на объем сухой смеси

Объем сухой газовоздушной смеси рассчитывают по формуле:

$$V_{сух} = \frac{V_n}{C'_{H2O} \times \frac{22,4}{M_{H2O}} \cdot 10^{-3} + 1}$$

$$V_{сух} = \frac{V_n}{C'_{H2O} \times 1.244 \cdot 10^{-3} + 1}$$

где V_n - объем газовоздушной смеси, содержащей пары воды, м^3,

C'_{H2O} - соответствует массе паров воды, содержащейся в м^3 сухой газовоздушной смеси, г,

$M_{.H2O}$ – молярная масса воды, 18 г/моль,

22,4 – молярный объём газа при 0 ^{0}C и 101,3 кПа, дм^3/моль,

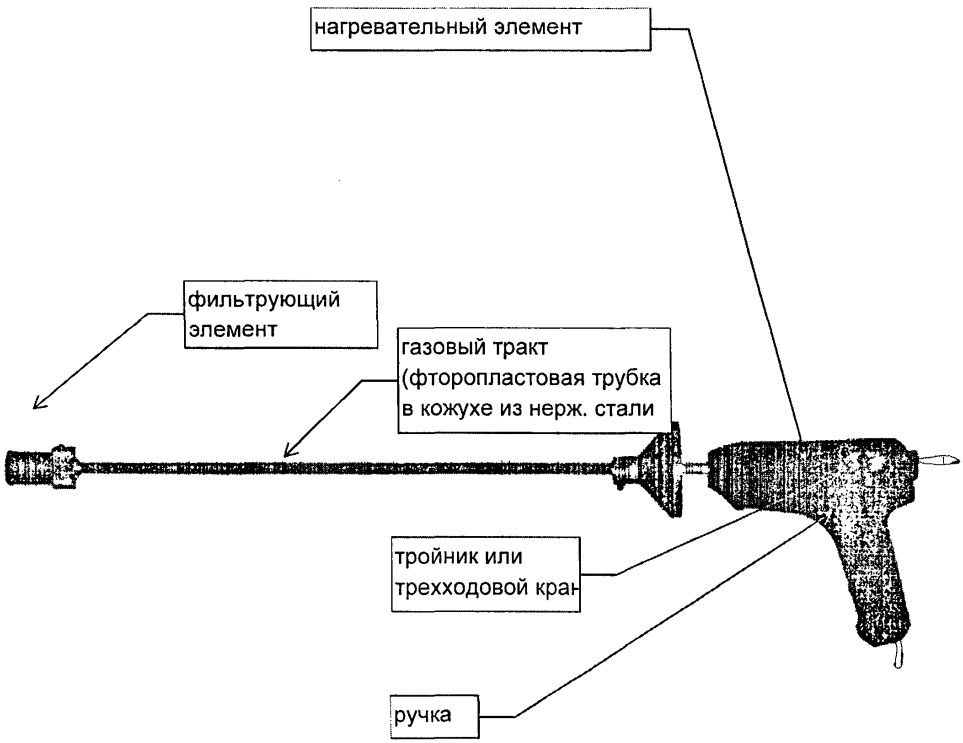


Рис.1 Обогреваемый зонд

КОМИТЕТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

D.I.MENDELEYEV INSTITUTE FOR METROLOGY
(VNIIM)

State Centre for Measuring Instrument Testing and Certification

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

Государственный сертификационнь испытательный центр средств измере

19 Moskovsky pr.
St.Petersburg
198005, Russia

Fax (812) 113 01 14
Phone (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
E-mail gost.e-ecolog.ru

198005
Санкт-Петербург
Московский пр., 19

Факс (812) 113
Телефон (812) 251
(812) 259
Телетайп 821 788
E-mail hal@onti.vniim.spb

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE
OF COMPLIANCE

№ _____

об аттестации МВИ

№ 2420/67 - 2000

Методика выполнения измерений массовой концентрации паров воды в газопылевых потоках, отходящих от источников загрязнения атмосферы, гравиметрическим методом, разработанная ООО "Центр "Маркетинг-экология" (194021,Санкт-Петербург, ул. Карбышева, д. 7)" и регламентированная в документе МЭ-01-2000 (СПб, 2000 г.) аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства 4 августа 2000 г.

Руководитель лаборатории
Государственных эталонов в
области аналитических измерений _____ Л.А.Конопелько
тел. (812)-315-11-45

Метрологические характеристики МВИ:

Диапазон измерений массовой концентрации паров воды: от 50 до 500 г/м^3.

Границы относительной погрешности результата измерений (при доверительной вероятности 0,95): ± 12 %

Норматив контроля сходимости результатов двух единичных измерений массы устройства конденсации (для доверительной вероятности 0,95): **0,2 г** (раздел 11 МВИ).

Руководитель сектора  Г.Р.Нежиховский

Методика прошла с положительным результатом экспертизу в НИИ "АТМОСФЕРА" Минприроды РФ (Экспертное заключение № 123 от 03.08.2000 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ
**Научно-исследовательский
институт охраны
атмосферного воздуха
НИИ Атмосфера**

RUSSIAN FEDERATION
STATE COMMITTEE FOR
ENVIRONMENTAL PROTECTION
**Scientific Research Institute
of Atmospheric Air
Protection
SRI Atmosphere**

194021, С-Петербург, Россия
ул. Карбышева, д.7
Тел.: (812) 2478662, 2478658
Факс: (812) 2478662. Телекс: 122612
Электронная почта: gost.e-ecolog.ru
Интернет: http//www.ecolog.spb.ru

194021, St.Petersburg, Russia
Karbyshev str., 7
Phones: (812) 2478662, 2478658
Fax: (812) 2478662, Telex: 122612
E-mail: milyaev@comset.net
Internet: http//gost.e-ecolog.ru

Исх. No..... от .....199 г.

ЭКСПЕРТНОЕ ЗАКЛЮЧЕНИЕ

№ 123 от 03.08.01г.

В НИИ Атмосфера рассмотрена "Методика выполнения измерений массовой концентрации паров воды в газопылевых потоках отходящих от источников загрязнения атмосферы гравиметрическим методом" МЭ-01-2000, представленная ООО "Центр "Маркетинг-Экология".

По результатам экспертизы методика соответствует требованиям действующих ГОСТов и других нормативных документов и может быть использована для выполнения измерений массовой концентрации паров воды в отходящих от стационарных источников загрязнения газовых потоках в диапазоне от 50 до 500 г/м^3.

/ Директор В.Б.Миляев

Звягина Н.Н. 247-34-24

gost.e-ecolog.ru