РУСАЛ
ИТЦ

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ОБЪЕДИНЕННАЯ КОМПАНИЯ РУСАЛ
ИНЖЕНЕРНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР»

Адрес: 660111, Российская Федерация, г. Красноярск, ул. Пограничников, д. 37, строение 1

Утверждаю:

Генеральный директор
ООО «РУСАЛ ИТЦ»

_____ **Д.Н. Макаров**

«05» 12 **2015г.**

ПРОМЫШЛЕННЫЕ ВЫБРОСЫ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРУ

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ДИОКСИДА СЕРЫ В ГАЗАХ ОРГАНИЗОВАННЫХ ИЗА (фотометрический метод)

МИ ПрВ-2015/1

КОПИЯ ВЕРНА
РУСАЛ
КРИВОПАЛОВА А Г
29.08.17

Взамен МВИ № ПрВ 2000/10

Директор департамента экологии ОП
ООО «РУСАЛ ИТЦ» в г. Санкт-Петербурге

_____ **В.С. Буркат**

Методика аттестована во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
(аттестат аккредитации № 01.00250
адрес: 190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19

Свидетельство об аттестации методики измерений
№ 720/242-(01.00250)-2015 от 14.12.2015 г.

Санкт-Петербург,
Красноярск
2015

gost.e-ecolog.ru

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации диоксида серы в пробах промышленных выбросов в атмосферу фотометрическим методом.

1.2 Методика предназначена для контроля выбросов в атмосферу при производстве алюминия, глинозема, анодной массы, обожженных анодов, кремния и вспомогательных производств.

1.3 Диапазон измерений массовой концентрации диоксида серы и относительная расширенная неопределенность измерений приведены в таблице 1.

1.4 Определению диоксида серы мешают твердые взвешенные вещества, озон и некоторые тяжелые металлы, влияние которых устраняется при отборе и анализе проб.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.018-93 ССБТ Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования.

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики выполнения измерений.

ГОСТ Р 52361-2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения.

ГОСТ 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ 7328-82 Гири. Общие технические условия.

ГОСТ 2405-88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия.

ГОСТ 3399-76 Трубки медицинские резиновые. Технические условия.

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 10652-73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (Трилон Б). Технические условия.

ГОСТ 22261-94 Средства измерения электрических и магнитных величин. Общие технические условия.

ГОСТ 4220-75 Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 10163-76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия.

ГОСТ 195-77 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия.

ГОСТ 5230-74 Реактивы. Ртути окись желтая. Технические условия.

ГОСТ 6552-80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия.

ГОСТ 1625-89 Формалин технический. Технические условия.
ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.
ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.
ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.
ГОСТ 8984-75 Силикагель-индикатор. Технические условия.
ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификационный технический. Технические условия.
СП 2528-82 Санитарные правила для предприятий цветной металлургии.
ГОСТ 17.2.4.06-90 Охрана природы. Атмосфера. Методы определения скорости и расхода газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения.
ГОСТ 17.2.4.07-90 Охрана природы. Атмосфера. Методы определения давления и температуры газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения.
ГОСТ 17.2.3.02-2014 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями.

3 Термины и определения

Термины и определения, используемые в настоящей методике, соответствуют приведенным в ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р 52361.

4 Показатели точности измерений

4.1 Диапазон измерений массовой концентрации компонента и относительная расширенная неопределенность приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации диоксида серы, мг/м^3	Относительная расширенная неопределенность измерений при коэффициенте охвата k =2 U^0, %
От 0,10 до 200 включ.	25

Примечания
1 Относительная расширенная неопределенность измерений при коэффициенте охвата k=2.[1] соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений (±δ, %).
2 Массовая концентрация диоксида серы приведена к нормальным условиям: T_0=273 К, P_0=760 мм рт.ст., сухой газ.

4.2 Метрологические характеристики методики соответствуют требованиям:
РД 52.04.59-85 «Руководящий документ. Охрана природы. Атмосфера. Требования к точности контроля промышленных выбросов. Методические указания».

5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам и материалам

5.1 Средства измерений

5.1.1 Весы лабораторные общего назначения с пределами допускаемой погрешности не более ±1,0 мг по ГОСТ 53228.
5.1.2 Гири по ГОСТ 7328.
5.1.3 Вакуумметр пружинный типа ВП2-У по ГОСТ 2405, диапазон от -1 до 0 кгс/см^2,

[1] Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. Руководство. ЕВРАХИМ/СИТАК, 2-ое издание, С-Пб, 2002.

класс точности 1,5.

5.1.4 Термометр контактный цифровой типа ТК-5.11, диапазон измерений от -40 °С до 100 °С, с пределами допускаемой погрешности ± 0,5 °С, диапазон измерений свыше 100 °С, пределы допускаемой погрешности ±(0,5+Р[2]).

5.1.5 Ротаметр типа ЭМИС-МЕТА 210Р, диапазон от 0,5 до 5 дм^3/мин, погрешность ± 4 %.

5.1.6 Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-500-2, 2-1000-2 пределы допускаемой погрешности ±0,12 см^3, ±0,20 см^3, ±0,30 см^3, ±0,50 см^3, ±0,80 см^3, соответственно, по ГОСТ 1770.

5.1.7 Бюретка 1-1-2-25-0,1, 1-2-2-5-0,02 пределы допускаемой погрешности ±0,1 см^3 и ±0,02 см^3, соответственно, по ГОСТ 29251.

5.1.8 Пипетки мерные градуированные 2-1-2-1, 2-1-2-5, 2-1-2-10 пределы допускаемой погрешности ±0,01 см^3, ±0,05 см^3, ±0,1 см^3, соответственно, по ГОСТ 29227.

5.1.9 Пипетки мерные с отметкой 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20 пределы допускаемой погрешности ±0,03 см^3, ±0,04 см^3, ±0,06 см^3 по ГОСТ 29169.

5.1.10 Метеометр типа МЭС-200А, диапазон измерений от 80 до 110 кПа, с погрешностью ±0,3 кПа при температуре от 0 до 60 °С и ±1,0 кПа при температуре от -20 до 0 °С.

5.1.11 Спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность при $\lambda = 575$ нм.

5.1.12 Секундомер механический не ниже 3 класса точности, цена деления секундной шкалы 0,2 с, предел допускаемой погрешности ±4,8 с.

5.1.13 Цилиндры 1-500-2 см^3 и 1-1000-2 см^3 пределы допускаемой погрешности, ±5,00 см^3, ±10,00 см^3, соответственно, по ГОСТ 1770.

5.1.14 Пробирки мерные П-2-10-0,2 по ГОСТ 1770.

Примечание - Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных. Применяемые средства измерений должны быть поверены в установленные по ПР.50.2.006-94 сроки, иметь клеймо или свидетельство о поверке.

5.2 Вспомогательное оборудование и материалы

5.2.1 Трубки резиновые медицинские или полиэтиленовые диаметром 6 мм по ГОСТ 3399.

5.2.2 Сушильный шкаф с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до (105±10) °С типа LOIP LF по ТУ 4389-005-44330709-2009.

5.2.3 Фильтровальный патрон по приложению А

5.2.4 Фторопластовая стружка шириной 0,5 мм, толщиной 0,1 мм.

5.2.5 Волокно фторин по ГОСТ 30102.

5.2.6 Сетка латунная диаметр проволоки 0,4 мм, размер ячейки 1 мм по ГОСТ 6613.

5.2.7 Пробоотборная трубка по приложению Б.

5.2.8 Ловушки по приложению В.

5.2.9 Поглотитель с перфорированным шариком по приложению Г.

5.2.10 Патрон фильтровальный с обогревом для отбора проб газа после аппаратов мокрой очистки по приложению Д.

5.2.11 Плитка электрическая бытовая по ГОСТ 14919.

5.2.12 Воронка В-75-140 ХС ГОСТ 25336.

5.2.13 Фильтры обеззоленые «Синяя лента» диаметром 150 мм по ТУ 2642-001-42624157-98.

5.2.14 Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984.

[2] Р – единица наименьшего разряда.

5.3 Реактивы

5.3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
5.3.2 Йод, стандарт-титр, 0,1 Н по ТУ 6-09-2540-72.
5.3.3 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.
5.3.4 Натрий серноватистокислый 5-водный, стандарт-титр, 0,1 Н по ТУ 6-09-2540-87.
5.3.5 Трилон Б по ГОСТ 10652, ч.д.а.
5.3.6 Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х.ч.
5.3.7 Крахмал по ГОСТ 10163, ч.
5.3.8 Натрий гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.
5.3.9 Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, ч.д.а.
5.3.10 Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.
5.3.11 Ртути (II) окись по ГОСТ 5230, ч.д.а.
5.3.12 Кислота фосфорная (орто) по ГОСТ 6552, х.ч.
5.3.13 Формалин по ГОСТ 1625.
5.3.14 Кислота сульфаминовая по ТУ 6-09-2437-79, х.ч.
5.3.15 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.
5.3.16 Парарозанилин гидрохлорид по ТУ 6-09-4138-87, ч.д.а.
5.3.17 Фуксин основной для фуксинсернистой кислоты по ТУ 6-09-4091-75, ч.д.а.

Примечание - Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

6 Метод измерений

Метод измерения основан на проведении следующих операций:

- отбор пробы газа (газопылевой смеси) с использованием поглотителей с перфорированным шариком, заполненных тетрахлормеркуратом натрия, при этом, определяются параметры объекта анализа и отобранной пробы, и регистрируется объемный расход газа при отборе пробы;
- измерение массы диоксида серы в аликвоте каждого поглотительного раствора с использованием градуировочной характеристики, установленной по градуировочным растворам, приготовленным с использованием сернокислого натрия;
- вычисление массы диоксида серы в отобранной пробе;
- вычисление отобранного объема пробы и приведение его к нормальным условиям;
- вычисление массовой концентрации диоксида серы в объеме отобранной пробы газа, как отношение массы диоксида серы в пробе, к объему пробы, приведенному к нормальным условиям (результат измерений).

Примечание - Для отделения диоксида серы от твердых взвешенных частиц пробу пропускают через фильтровальный патрон с фильтром из фторопластовой стружки. Влияние оксидов азота устраняют добавлением сульфаминовой кислоты, влияние озона устраняют выдерживанием пробы перед фотометрированием, влияние солей некоторых тяжелых металлов устраняют добавлением трилона Б и ортофосфорной кислоты.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1 При подготовке и выполнении измерений необходимо соблюдать требования охраны труда для операторов при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.018, правила пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, предусмотренные инструкциями, утвержденными в установленном порядке.

7.2 К работе по обслуживанию и эксплуатации приборов допускаются лица, ознакомленные с общими требованиями охраны труда по ГОСТ 12.1.019 и имеющие допуск по электробезопасности не ниже 2 квалификационной группы.

7.3 Помещение подготовки проб к измерению должно иметь постоянно действующую приточно-вытяжную вентиляцию с не менее чем трехкратным воздухообменом в час.

7.4 Оператор должен пройти инструктаж и соблюдать все меры предосторожности при работе с ядовитыми веществами, особенно с солями ртути. Соли ртути (II) – токсичные вещества, поэтому все работы по приготовлению ТХМ необходимо проводить в вытяжном шкафу. Растворы, содержащие ртуть, после анализа следует сливать в специальную ёмкость. Обезвреживание растворов проводят согласно приложению Е.

8 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие высшее или среднее химическое образование, прошедшие инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки.

9 Требования к условиям выполнения измерений

9.1 При выполнении измерений массовой концентрации диоксида серы в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия работы:

9.1.1 Температура окружающей среды (20±5) °С.

9.1.2 Относительная влажность воздуха – не более 80 % при температуре 25 °С.

9.1.3 Напряжение питания (220±22) В.

9.1.4 Частота переменного тока (50±1) Гц.

9.1.5 Атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.)

9.2 Параметры газовоздушной смеси в газоходе

9.2.1 Температура газопылевой смеси не выше 170 °С.

9.2.2 Влажность газопылевой смеси от 20 % до 100 % при температуре 25 °С.

9.2.3 Разряжение (давление) газа в газоходе от -10 кПа до 10 кПа.

9.3 Условия и параметры отбора проб

9.3.1 Отбор производится при температуре окружающей среды от -10 °С до 40 °С.

9.3.2 Объём пробы газа от 10 до 40 $дм^3$.

9.3.3 Объёмный расход от 1 до 2 $дм^3$/мин.

9.3.3 Продолжительность отбора в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02-2014.

10 Порядок подготовки к выполнению измерений

10.1 Подготовка стеклянной посуды

Стеклянную посуду моют серной кислотой. Затем промывают водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой. Операция считается выполненной, если на стенках посуды не образуются отдельные капли и вода оставляет равномерную тончайшую пленку. Посуду сушат в сушильном шкафу при температуре (105±5) °С.

10.2 Подготовка индикаторного силикагеля

Перед каждым отбором пробы в герметичный сосуд засыпают сухой индикаторный силикагель, окрашенный в синий цвет. Насыщенный порами воды силикагель окрашивается в розовый цвет. После отбора насыщенный силикагель регенерируют нагреванием при температуре не выше 150 °С.

10.3 Приготовление растворов

10.3.1 Тетрахлормеркурат натрия, раствор с молярной концентрацией 0,04 моль/$дм^3$

8,7 г окиси ртути (П), 4,68 г хлорида натрия и 0,07 г трилона Б тщательно перемешивают стеклянной палочкой в сухом стаканчике и растворяют под тягой в 9,0 $см^3$ (точно) соляной кислоты (10 моль/$дм^3$), при непрерывном перемешивании, переносят раствор (осторожно яд) в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, где уже находятся 124 $см^3$ раствора гидроксида натрия (0,1 моль/$дм^3$) в 600 $см^3$ дистиллированной воды. Проверяют pH раствора, который должен находиться в пределах от 5,4 до 6,4. В случае необходимости растворами гидроксида натрия (0,1 моль/$дм^3$) или соляной кислоты (0,1 моль/$дм^3$) доводят pH раствора до нужного значения. Доводят объём жидкости дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают. Раствор оставляют на сутки и затем, в случае выпадения осадка, фильтруют через обеззоленный фильтр «Синяя лента». Раствор ядовит. Способ обезвреживания растворов, содержащих соединения ртути, приведён в приложении Е.

Срок хранения раствора в холодильнике один год.

10.3.2 Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией 10 моль/$дм^3$ (10 Н)

86 $см^3$ концентрированной соляной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Срок хранения не ограничен.

10.3.3 Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 Н)

1 $см^3$ раствора соляной кислоты 10 Н, приготовленного по 10.3.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Срок хранения не ограничен.

10.3.4 Гидроксид натрия, раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 Н)

0,8 г гидроксида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, содержащую примерно 100 $см^3$ дистиллированной воды, растворяют, охлаждают и доводят объём дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде до появления мути.

10.3.5 Сульфаминовая кислота, раствор с массовой долей 0,6 %

0,30 г сульфаминовой кислоты, растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды.

При условии хранения в холодильнике раствор устойчив неделю.

10.3.6 Формальдегид, раствор с массовой долей 0,2%.

0,5 $см^3$ раствора формальдегида с массовой долей 40% (формалина) помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают. Концентрацию формалина проверяют титрованием (в соответствии с приложением Ж).

При условии хранения в холодильнике раствор устойчив неделю.

10.3.7 Кислота фосфорная орто, раствор с молярной концентрацией 3 моль/$дм^3$

205 $см^3$ концентрированной ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Срок хранения не ограничен.

10.3.8 Исходный раствор парарозанилина (или фуксина), раствор с массовой долей 0,2 %

0,2 г парарозанилина (или фуксина) помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 1 Н соляной кислоте объёмом от 40 до 60 $см^3$ и доводят объём тем же раствором кислоты до метки.

Срок хранения один месяц.

10.3.9 Рабочий раствор парарозанилина (или фуксина)

20 $см^3$ исходного раствора парарозанилина (или фуксина) помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 200 $см^3$ ортофосфорной кислоты (3 моль/$дм^3$) и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Критерием пригодности рабочего раствора индикатора служит оптическая плотность «нулевого» раствора, приготовленного в соответствии с таблицей 2. В случае, если значение оптической плотности «нулевого» раствора превышает 0,080, индикатор подвергают очистке

в соответствии с приложением 3.

Раствор устойчив шесть месяцев.

10.3.10 Натрия тиосульфат, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм^3 (0,01 Н)

50 см^3 0,1 Н раствора тиосульфата натрия, приготовленного из стандарт-титра, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Раствор готовят перед употреблением.

10.3.11 Йод, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм^3 (0,01 Н)

50 см^3 0,1 Н раствора йода, приготовленного из стандарт-титра, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Раствор готовят перед употреблением.

10.3.12 Крахмал растворимый, раствор с массовой долей 0,5 %

0,5 г крахмала растирают с небольшим количеством дистиллированной воды и полученную пасту медленно добавляют к 100 см^3 кипящей дистиллированной воды. Продолжают нагревание до получения прозрачного раствора, затем охлаждают и переносят в колбу с пробкой.

Раствор хранят до его помутнения.

10.3.13 Исходный раствор сульфита натрия с массовой долей 0,08 %

0,2 г сернистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят свежепрокипячёной и охлаждённой дистиллированной водой до метки. В 1 см^3 этого раствора содержится от 320 до 400 мкг SO_2.

Точное содержание SO_2 определяют йодометрически. Сначала проводят холостое определение. Для этого в три конические колбы вместимостью от 200 до 250 см^3 помещают точно по 20,0 см^3 раствора йода (0,01 Н) и по 10 см^3 дистиллированной воды и титруют раствором тиосульфата натрия (0,01 Н) до соломенного цвета, затем добавляют 2 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до полного обесцвечивания синего раствора. Фиксируют объем раствора тиосульфата натрия пошедший на каждое титрование, вычисляют среднее значение объёма раствора тиосульфата натрия (0,01 Н), пошедшего на титрование холостого раствора (А, см^3).

Далее в три конические колбы помещают точно по 20,0 см^3 раствора йода (0,01 Н) и точно по 10,0 см^3 исходного раствора. Закрывают колбы и через пять минут титруют раствором тиосульфата натрия (0,01 Н) до соломенного цвета, затем добавляют 2 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до полного обесцвечивания синего раствора. Фиксируют объем раствора тиосульфата натрия пошедший на каждое титрование и вычисляют среднее значение объёма раствора тиосульфата натрия (0,01 Н), пошедшего на титрование исходного раствора (В, см^3).

Концентрацию диоксида серы в исходном растворе в мкг/см^3 рассчитывают по формуле:

$$C_{исх} = \frac{(A-B)\cdot K_{SO_2}\cdot 1000}{V_{ал.}}, \quad (1)$$

где А – объём раствора тиосульфата натрия (0,01 Н), пошедший на титрование холостого раствора, см^3;

В – объём раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование исходного раствора, см^3;

$V_{ал.}$ – объём раствора сульфита натрия, взятый для титрования, $V_{ал.}$ = 10 см^3;

K_{SO_2} – эквивалент диоксида серы, соответствующий массе сухого вещества, содержащегося в 1 см^3 0,01 Н раствора тиосульфата натрия, мг/мг-экв, K_{SO_2} = 0,32 мг/см^3;

1000 – коэффициент пересчёта мг в мкг.

Объём исходного раствора, необходимый для приготовления рабочего раствора с массовой концентрацией SO_2 10 мкг/см^3 (V, см^3), рассчитывают по формуле:

$$V = \frac{10 \cdot V_к}{C_{исх.}}, \quad (2)$$

где $C_{исх.}$ – массовая концентрация исходного раствора SO_2, мкг /см^3;

$V_к$ – объём мерной колбы, используемой для приготовления рабочего раствора, см^3;

10 - массовая концентрация рабочего раствора SO_2, мкг/см^3.

10.3.14 Рабочий раствор сульфита натрия

Рабочий раствор сульфита натрия с массовой концентрацией диоксида серы 10 мкг/см^3 готовят тотчас же после установления массовой концентрации исходного раствора. Исходный раствор в объёме, рассчитанном по 10.3.13, помещают в мерную колбу и доводят до метки раствором ТХМ, приготовленным по 10.3.1, перемешивают.

Раствор устойчив тридцать дней при условии хранения его в холодильнике. При отсутствии холодильника раствор готовят перед использованием.

10.5 Построение градуировочной характеристики

10.5.1 Подготовку спектрофотометра к работе осуществляют согласно руководству по эксплуатации и/или паспорту.

10.5.2 Градуировочную характеристику, выражающую зависимость массы диоксида серы от значения оптической плотности раствора, устанавливают по трем сериям градуировочных растворов.

10.5.3 Градуировочные растворы готовят в мерных пробирках вместимостью 10 см^3 согласно таблице 2.

Таблица 2 - Приготовление градуировочных растворов

Наименование	Номер градуировочного раствора в серии, i									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объём рабочего раствора Na_2SO_3, см^3	0	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
Объём ТХМ, см^3	5,0	4,8	4,7	4,6	4,5	4,4	4,3	4,2	4,1	4,0
Объём сульфаминовой кислоты, см^3	по 0,2									
Объём формальдегида, см^3	по 0,4									
Объём индикатора, см^3	по 1,0									
Масса SO_2, мкг в 6,6 см^3 раствора	0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0	10,0

Растворы устойчивы в течение суток при условии хранения их в холодильнике.

После прибавления сульфаминовой кислоты растворы выдерживают 10 минут для разрушения нитритов и оксидов азота.

Измерение оптической плотности производят через 30 минут после добавления реактивов в кювете с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при длине волны 575 нм относительно раствора сравнения.

Градуировочную характеристику устанавливают отдельно для диапазонов от 2 до 5 мкг в 6,6 см^3 раствора и от 5 до 10 мкг в 6,6 см^3 раствора.

10.5.4 Измеряют оптическую плотности i-го градуировочного раствора по трем сериям. Находят среднее арифметическое значение оптической плотности i-го градуировочного

раствора.

Результаты измерений оптической плотности каждого градуировочного раствора по трем сериям признают приемлемыми при выполнении условия:

$$\frac{D_{ij}^{max} - D_{ij}^{min}}{\overline{D}_i} \cdot 100 \le K_D, \quad (3)$$

где $D_{ij}^{max}, D_{ij}^{min}$ – оптическая плотность i-го градуировочного раствора j – ой серии максимальное и минимальное значения соответственно, е.о.п.;

$\overline{D}_i$ – оптическая плотность i-го градуировочного раствора, среднее арифметическое значение по трем сериям, е.о.п.;

K_D – норматив для проверки приемлемости выходных сигналов (оптической плотности) спектрофотометра, при Р=0,95%;

K_D = 5 %.

10.5.5 Устанавливают градуировочную характеристику, которая описывается линейным уравнением:

$$m = A + B \cdot D, \quad (4)$$

где m – масса диоксида серы в анализируемом растворе, мг;

D – оптическая плотность анализируемого раствора;

A и B – коэффициенты.[3]

10.5.6 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверяют отклонение среднего арифметического значения оптической плотности i-го градуировочного раствора по трем сериям от соответствующего значения оптической плотности градуировочной характеристики.

Градуировочную характеристику признают приемлемой при выполнении условия:

$$\frac{\left|\overline{D_i} - D_i^{ex}\right|}{D_i^{ex}} \le K_г, \quad (5)$$

где $\overline{D_i}$ – среднее арифметическое значение оптической плотности i-го градуировочного раствора по трем сериям;

D_i^{ex} - значение оптической плотности градуировочной характеристики;[4]

$K_г$ – норматив приемлемости ГХ, %,

$K_г$ = 7 %

10.6 Подготовка к отбору проб

10.6.1 Подготовка фильтровального патрона

При отборе проб сухих газов методом внутренней фильтрации при температуре до 80 °С возможно использование фильтровального патрона, изготовленного из полиэтилена, а при

---

[3] Обработка полученных результатов производится на ПК с использованием программного обеспечения прибора или с помощью программных приложений позволяющих автоматически получать требуемое уравнение, например Microsoft Office Excel, Curve Expert, Maple и др.

[4] Значение оптической плотности градуировочной характеристики рассчитывают по формуле:

$$D_i^{ex} = \frac{m_i - A}{B}, \quad (3.1)$$

где А, В – коэффициенты линейного уравнения;

m_i - масса ионов алюминия в i-ом градуировочном растворе, мг.

температуре газа от 80 °С до 170 °С используются фильтровальные патроны, изготовленные из фторопласта.

При отборе проб газа после аппаратов мокрой очистки используют фильтровальный патрон с обогревом (приложение Д), состоящий из фторопластовой трубки с набивкой из фторопластовой стружки и электрообогревателя, автоматически поддерживающего температуру внутри патрона 150 °С во время пропускания газа через патрон с объёмным расходом от 1,0 до 2,0 $дм^3$/мин.

Фильтровальный патрон набивают фторопластовой стружкой таким образом, чтобы при пропускании воздуха с объёмным расходом от 0,2 до 0,27 $дм^3$/с (от 12,0 до 16 $дм^3$/мин), сопротивление патрона составляло от 10,6 до 13,3 кПа (от 80 до 100 мм рт.ст.). После фторопластовой стружки вкладывают фторин, далее вкладывается латунная сетка (для предотвращения механических потерь).

10.6.2 Подготовка места отбора

Выбирают прямолинейный (при отборе проб влажных газов - лучше вертикальный) участок газохода, удалённый от вентилятора и регулирующих устройств. На выбранном месте приваривают штуцера, изготовленные из стальных труб диаметром 40 мм и длиной от 40 до 50 мм. На расстоянии от 30 до 70 мм выше штуцера приваривают пруток диаметром от 8 до 10 мм и длиной около 1 м для крепления оборудования. Штуцера привариваются по двум взаимно перпендикулярным осям. К месту отбора должен быть подведен побудитель расхода (вакуумная линия, сжатый воздух с эжектором, вакуумный насос) или розетки с напряжением 220 В, электроосвещение. При наличии постоянного места отбора проб оно должно быть оборудовано будкой или навесом. При отборе проб в зимнее время будка должна быть обогреваемой.

10.6.3 Подготовка гирлянды

Гирлянда состоит из одного поглотителя с пористой пластинкой или с перфорированным шариком и ловушки при отборе проб с низкой концентрацией диоксида серы и двух поглотителей и ловушки при отборе проб с высокой концентрацией. В сухие поглотители помещают раствор ТХМ в объеме от 6 до 10 $см^3$ и наносят метку. Соединяют резиновыми трубками поглотители и ловушку встык. Открытые концы первого поглотителя и ловушки закрывают заглушками.

11 Отбор проб

11.1 Отбор проб сухих газов

Собирают схему пробоотбора в соответствии с приложением И. Для этого фильтровальный патрон соединяют с пробоотборной трубкой, к которой подсоединяют гирлянду, подготовленную по 10.6.3. Перед ротаметром устанавливают сосуд, заполненный индикаторным силикагелем, для улавливания паров воды. Далее подсоединяют ротаметр с двумя кранами и вакуумметром. Проверяют герметичность собранной схемы. Для этого до ввода патрона с пробоотборной трубкой в газоход устанавливают расход газа от 1 до 2 $дм^3$/мин по ротаметру и закрывают носик патрона. При соблюдении герметичности поплавок ротаметра должен опуститься до нуля. Если этого не происходит, то ищут причину негерметичности и устраняют ее.

После этого вводят пробоотборную трубку с патроном в газоход таким образом, чтобы носик патрона был направлен по ходу газового потока (в этом случае в патрон попадает меньше пыли). При наличии в газоходе разрежения перед вводом фильтровального патрона в газоход устанавливают по ротаметру небольшой (от 1 до 2 $дм^3$/мин) объёмный расход газа.

Устанавливают необходимый объемный расход газа в пределах от 1 до 2 $дм^3$/мин и краном, установленным перед вакуумметром, в начале отбора создают дополнительное сопротивление от 13,3 до 20 кПа. Крепление пробоотборной трубки в штуцере должно быть герметичным. В течение всего отбора пробы с помощью кранов объемный расход газа и

разрежение у ротаметра поддерживают постоянным.

Время отбора пробы, в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02-2014, должно составлять 20 минут. При ожидаемой массовой концентрации диоксида серы свыше 20 мг/м^3, пробу газовоздушной смеси отбирают дискретно за 20-ти минутный интервал времени (по 5 минут в начале и конце 20-ти минутного интервала времени).

Необходимый объемный расход газа определяют с учетом содержания диоксида серы в газе и требуемого для химического анализа содержания диоксида серы в пробе. Общий объем пробы составляет от 10 до 40 дм^3.

Во время отбора фиксируют атмосферное давление, температуру газа в газоходе, температуру газа у ротаметра, объемный расход и продолжительность отбора.

При разрежении в газоходе после окончания отбора снижают объёмный расход до значений от 1,0 до 1,5 дм^3/мин, вынимают патрон из газохода, а затем отключают побудитель расхода. Отсоединяют гирлянду, закрывают открытые концы первого поглотителя и ловушки заглушками и передают пробу в лабораторию на анализ.

Срок хранения отобранной пробы не более 24 часов (при условии хранения её в холодильнике).

11.2 Отбор проб влажных газов

Собирают схему пробоотбора, используя обогреваемый патрон для отбора влажных газов, проверяют схему на герметичность, включают обогрев, помещают обогреваемый патрон в газоход, зажимами устанавливают объемный расход газа в пределах от 1 до 2 дм^3/мин и разрежение от 13,3 до 20 кПа. Все последующие операции проводят согласно 11.1.

12 Порядок выполнения измерений

12.1 Приготовление растворов для градуировки прибора, по 10.4.

12.2 Построение градуировочной характеристики, по 10.5.

12.3 Отбор проб по пункту 11.

12.4 В лаборатории объем поглотительного раствора в каждом поглотителе доводят до метки, затем его переносят в мерные пробирки.

12.5 Содержимое каждого поглотителя анализируют раздельно.

12.6 Из пробирки отбирают аликвоту раствора объёмом от 0,1 до 5,0 см^3 и переносят её в чистую пробирку. Доводят объем раствором ТХМ до 5,0 см^3. Дальнейший порядок работ приведен в 10.5.

12.7 Рекомендуемая зависимость объёма ТХМ, помещаемого в поглотители, и объёма аликвоты от величины ожидаемой концентрации диоксида серы представлена в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измеряемых концентраций, мг/м^3	Объёмный расход, дм^3/мин	Продолжительность отбора, мин.	Объём отобранной пробы, дм^3	Объём ТХМ, помещаемого в поглотитель, см^3	Объём аликвоты, см^3
От 0,10 до 20	2	20	40	От 6,0 до 8,0	От 5,0 до 0,10

От 20 до 50	1	5 +5	10	От 8,0 до 10,0	От 0,4 до 0,20
От 50 до 100	1	5 +5	10	10,0	От 5,0 до 0,25
От 100 до 200	1	5 +5	10	10,0	От 0,25 до 0,10

13 Вычисление и обработка результатов измерений

13.1 Массовую концентрацию диоксида серы в пробе промышленных выбросов в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m_{SO_2}}{V_0}, \quad (6)$$

где m_{SO_2} – масса диоксида серы в отобранной пробе газа, вычисленная по формуле (7), мкг;

V_0 - объем отобранной пробы газа, приведённый к нормальным условиям, вычисленный по формуле (8), дм^3.

13.2 Массу диоксида серы в отобранной пробе в мкг вычисляют по формуле:

$$m_{SO_2} = \left(\frac{m_1 \cdot V_1}{V_{ал.1}} + \frac{m_2 \cdot V_2}{V_{ал.2}} \right), \quad (7)$$

где m_1 и m_2 – масса диоксида серы найденная по градуировочной характеристике (4), в аликвоте первого (второго) поглотителя, мкг;

V_1 и V_2 - объём поглотительного раствора в первом (втором) поглотителе, см^3;

$V_{ал.1}$ и $V_{ал.2}$ - объём аликвоты, взятой для фотометрирования из первого (второго) поглотителя, см^3;

13.3 Объём отобранной пробы газа (V_0, дм^3), приведённый к нормальным условиям (T_0=273 К, P_0=760 мм рт.ст., сухой газ), рассчитывают по формуле:

$$V_0 = Q_p \cdot \tau \cdot \frac{T_0 \cdot (P \pm \Delta P_p)}{P_0 \cdot (273 + t_p)}, \quad (8)$$

где Q_p – объёмный расход газа, выставленный на ротаметре, при отборе пробы, дм^3/мин;

τ – продолжительность отбора, мин;

t_p - температура газа у ротаметра, °С;

P - атмосферное давление, кПа;

ΔP_p - разрежение газа у ротаметра, кПа.

Примечание – За результат измерений принимают значение содержания аналита в пробе, полученное при однократной реализации процедуры отбора анализа пробы.

14 Оформление результатов измерений

14.1 Полученное значение массовой концентрации диоксида серы округляют до разряда, который получается при вычислении значения абсолютной расширенной неопределенности измерений (абсолютной суммарной погрешности измерений) следующим образом:

- если значащая цифра значения абсолютной расширенной неопределенности измерений начинается с 1 или 2, то при округлении вычисленного значения неопределенности, оставляют две значащие цифры,
- если с 3 и выше, оставляют одну значащую цифру.

Результат измерений массовой концентрации диоксида серы в пробе анализируемого объекта в полном формате записывают как:

$$(C \pm 0{,}01 \times U^0 \times C) \text{ мг/м}^3 \text{ или } C \text{ мг/м}^3,\ U^0 = 25\ \% \text{ при } k = 2$$
допускается запись: C мг/м^3, $\delta = \pm 25$ % при $P = 0{,}95$ (9)

где С – массовая концентрация диоксида серы, вычисленная по формуле (6), мг/м^3;

U^0 – относительная расширенная неопределенность измерений, %, указана в таблице 1.

Примеры записи:
(0,15 ±0,04); (1,2 ± 0,3); (11,3 ± 2,8); (12 ± 3) мг/м^3
(190 ± 50) мг/м^3 или (0,19 ± 0,05)·10^3 мг/м^3 или (0,19 ± 0,05) г/м^3
допускается запись, например:
12 мг/м^3, U^0 = 25 % или 12 мг/м^3, $\delta = \pm 25$ %

15 Контроль качества результатов измерений

15.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится в соответствии с планом принятым лабораторией, а также при смене реактивов.

В качестве контрольных растворов могут быть использованы градуировочные растворы начала и конца диапазона измерений, приготовленные в трех сериях.

Оптическую плотность контрольных растворов измеряют в соответствии с п. 10.5.3, проверяя выполнение условия (3).

Градуировочная характеристика считают стабильной, если для каждого контрольного раствора выполняется условие:

$$\frac{\left|m_к^* - m_к\right|}{m_к} \cdot 100 \le K_{ст.} \qquad (10)$$

где $m_к$ – масса диоксида серы в контрольном растворе, приписанное значение, мкг;

$m_к^*$ – масса диоксида серы, соответствующая среднеарифметическому значению оптической плотности контрольного раствора, мкг;

$K_{ст.}$ – норматив контроля, %.

$K_{ст} = 7$ %.

15.2 Контроль сходимости результатов измерений

Контроль сходимости результатов измерений проводится при освоении методики, и периодически в соответствии с планом принятым лабораторией, а также при сомнении в правильности полученных результатов измерений.

Образцами для контроля являются две пробы газа, отбираемые параллельно (одновременно) с использованием двух пробоотборных точек (штуцеров), расположенных на одном сечении газохода. Отбор проб осуществляется с использованием двух наборов оборудования и анализируемые с точной прописью методики. Получают два результата измерения (C_1 и C_2).

Результаты контроля признаются приемлемыми при выполнении условия:

$$\frac{(C_1 - C_2)\cdot 2}{C_1 + C_2}\cdot 100 \le K_{cx}, \qquad (11)$$

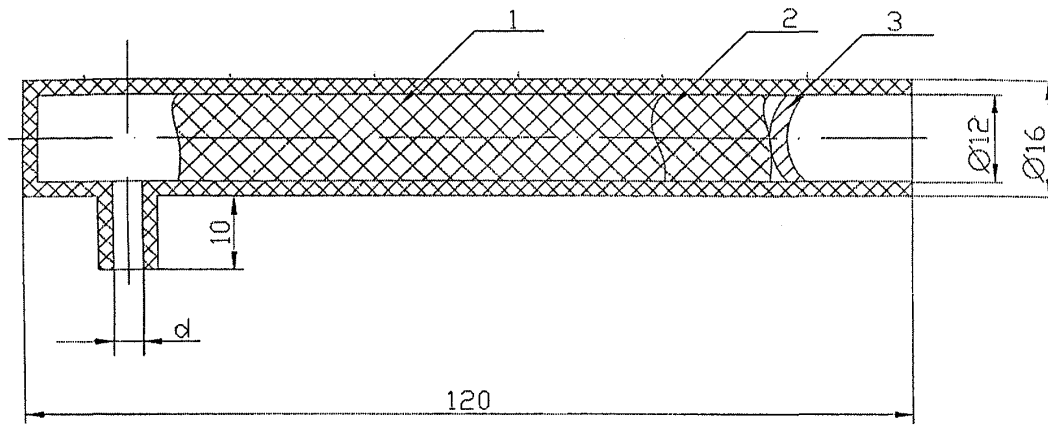
где C_1 и C_2 – результаты измерений одновременно отобранных проб газа, мг/м^3;

K_{CX} – норматив контроля, %.

K_{CX} = 17 %.

Приложение А
«справочное»

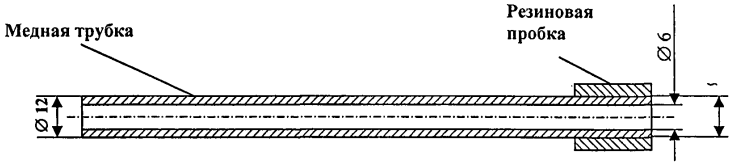
Эскиз фильтровального патрона



1 – фторопластовая стружка;
2 – фториновое волокно;
3 – латунная сетка;
d – внутренний диаметр носика от 4 до 6 мм.

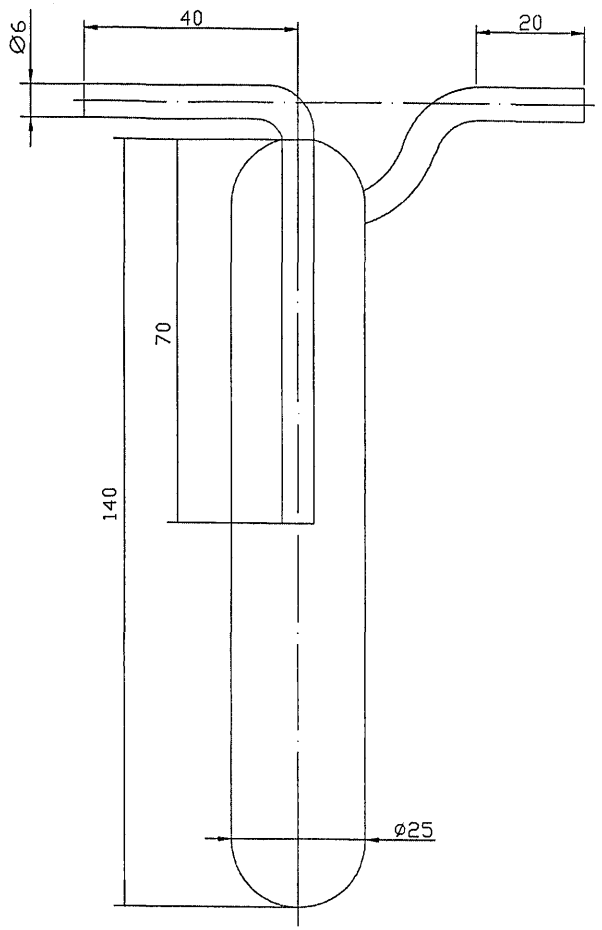
Приложение Б
«справочное»

Эскиз пробоотборной трубки



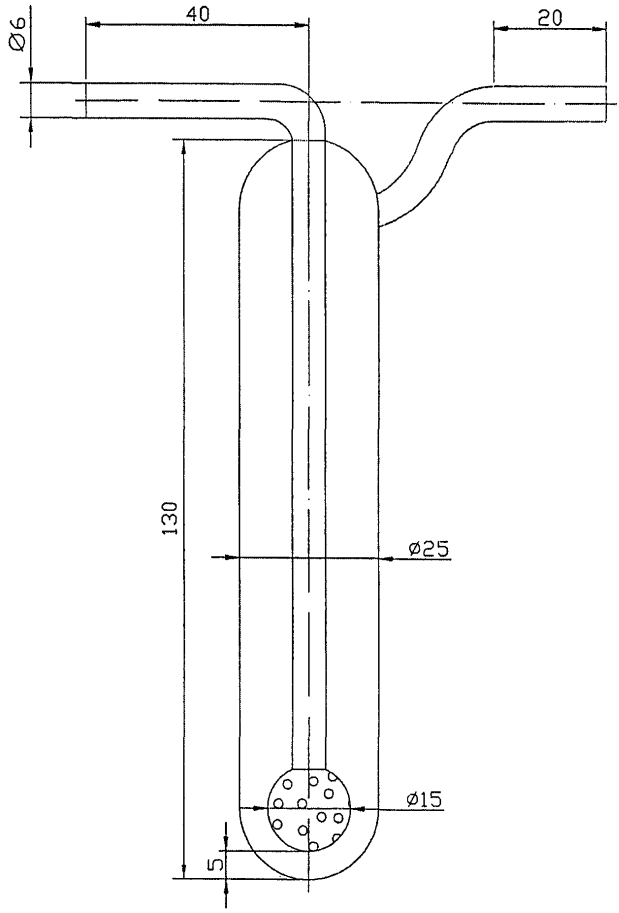
Приложение В
«справочное»

Эскиз ловушки



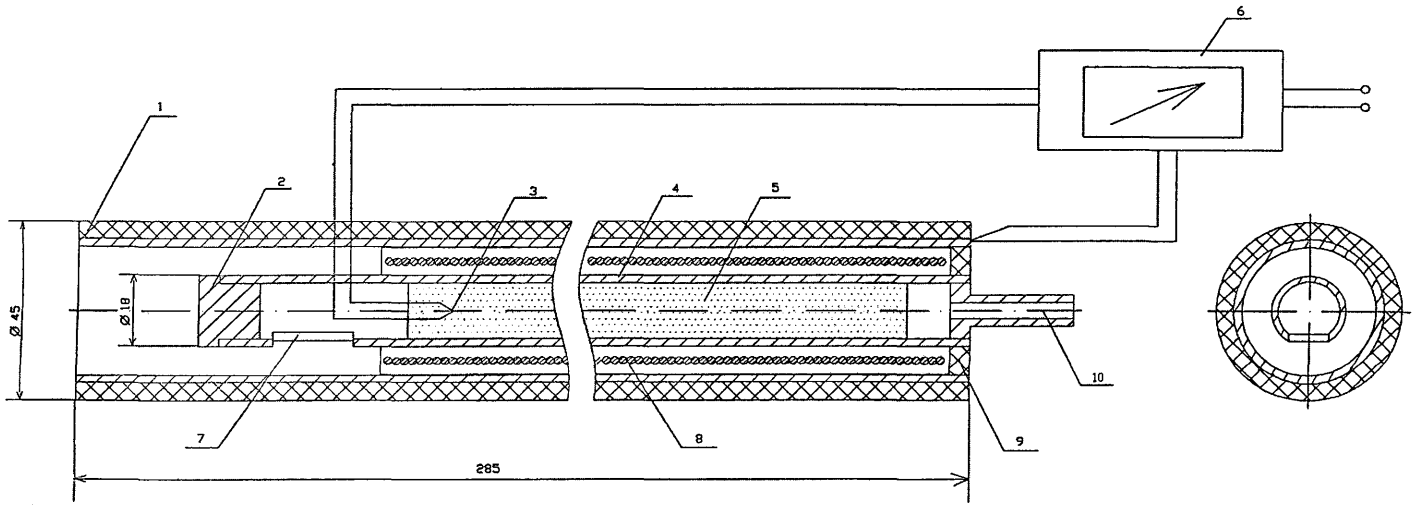
Приложение Г
«справочное»

Эскиз поглотителя с шариком



Приложение Д
«справочное»

Эскиз фильтровального патрона



1 – кожух;
2 - пробка;
3 – термопара;
4 – фторопластовая трубка;
5 – набивка;
6 – модуль контроля температуры;
7 – вход газа;

Приложение Е
«справочное»

Обезвреживание растворов, содержащих ртуть

В полиэтиленовый сосуд вместимостью 50 $дм^3$ сливают растворы, полученные после анализа и содержащие ртуть (не смешивают с растворами от других анализов). Когда объем достигает 40 $дм^3$, добавляют реактивы в следующем порядке, тщательно перемешивая раствор. Вначале приливают раствор гидроокиси натрия с массовой концентрацией 400 $г/дм^3$ в количестве, достаточном для нейтрализации, и сверх того 400 $см^3$ этого же раствора. Затем добавляют 100 г сульфида натрия (девятиводный, техн.) и через 10 мин медленно приливают 400 $см^3$ раствора перекиси водорода с массовой концентрацией 30 %. Оставляют смесь на 24 часа, сливают жидкость над осадком и выливают ее. Осадок сульфида ртути, (содержащий около 5 г сульфида ртути) собирают в стеклянную банку, которую после наполнения захоранивают в специально отведенных местах для токсичных отходов или регенерируют в ртуть.

Приложение Ж
«справочное»

Определение содержания формальдегида в исходном растворе

Приготовлению раствора формальдегида с массовой концентрацией 0,2 % предшествует определение содержания формальдегида в формалине. Для этого в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ вносят 10 $см^3$ формалина и доводят объем до метки водой. После тщательного перемешивания 5 $см^3$ раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 40 $см^3$ раствора йода с мольной концентрацией 0,10 моль/$дм^3$ и по каплям раствор гидроокиси натрия с массовой концентрацией 30 % до получения бледно-желтой окраски, колбу закрывают пробкой и помещают на 10 минут в темное место, после чего медленно при перемешивании прибавляют 5 $см^3$ соляной кислоты (раствор 1:5) и вновь оставляют на 10 минут в темном месте. Далее в колбу вносят от 100 до 150 $см^3$ воды и оттитровывают избыток йода раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/$дм^3$. Одновременно делают контрольное титрование, в котором вместо раствора формальдегида берут 5 $см^3$ дистиллированной воды.

Концентрацию формалина в г/$см^3$ рассчитывают следующим образом:

$$C = \frac{1{,}5 \cdot V_ф \cdot (V_x - V_p)}{1000 \cdot a \cdot b} \qquad (11)$$

где V_x – объём тиосульфата натрия, необходимый для титрования холостой пробы, $см^3$;

V_p – объём тиосульфата натрия, необходимый для титрования рабочей пробы, $см^3$;

1,5 – количество формальдегида, эквивалентное массе йода в 1 $см^3$ 0,1 моль/$дм^3$ раствора йода, г/$см^3$;

$V_ф$ – общий объём разбавленного раствора формалина, $см^3$;

a – объём раствора формалина, взятый для приготовления разбавленного раствора, $см^3$;

b – объём пробы, взятый для анализа, $см^3$;

1000 - коэффициент пересчёта.

a=10 $см^3$.

b=5 $см^3$

$V_ф$ =500 $см^3$.

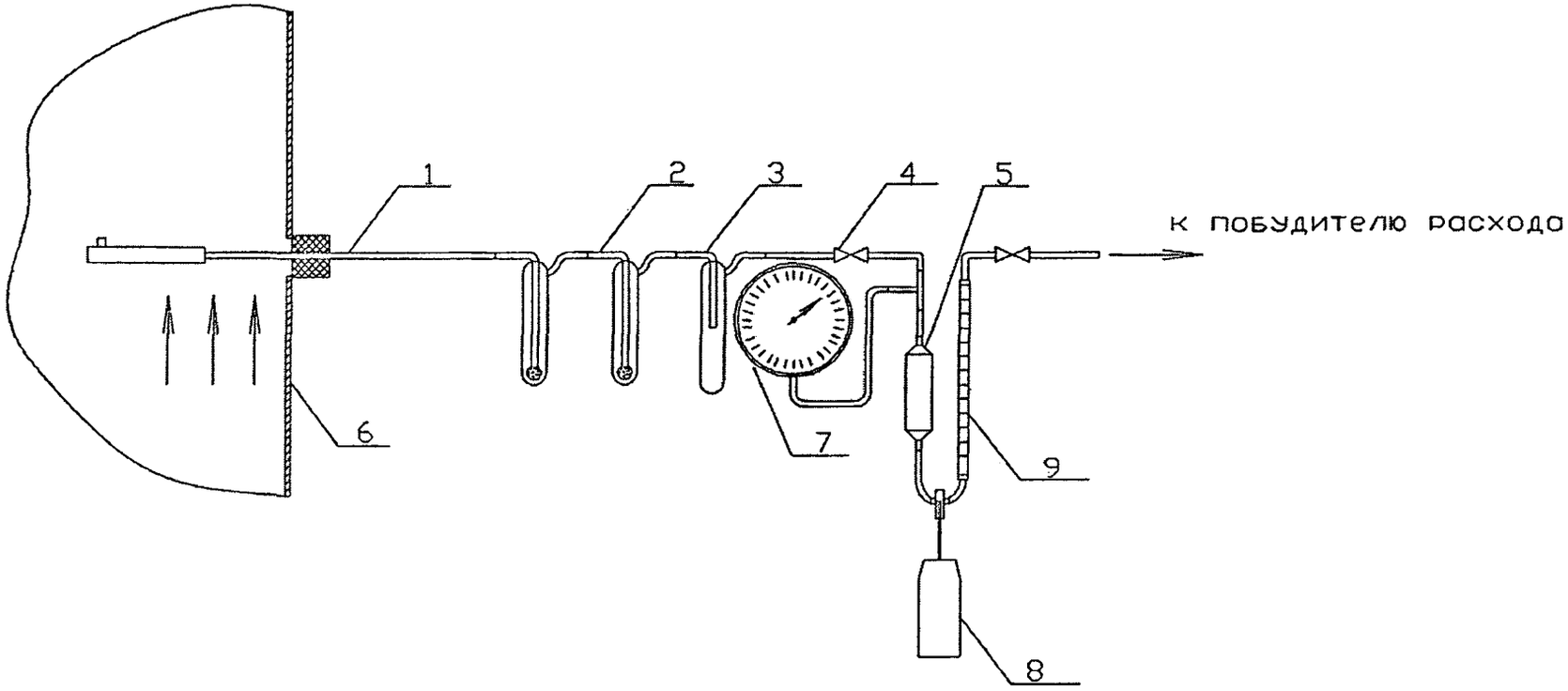
Приложение 3
«справочное»

Очистка фуксина или парарозанилина

К исходному раствору фуксина прибавляют по 3 таблетки активированного угля по 0,25 г каждая и раствор перемешивают по магнитной мешалке в течение 60 минут. Затем раствор фуксина фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Из отфильтрованного раствора фуксина готовят рабочий раствор фуксина по 10.3.9 и проверяют его пригодность измерением значения оптической плотности «нулевого» раствора.

Приложение И
«обязательное»

Схема отбора проб



1 – газозаборная трубка с фильтровальным патроном;
2 – поглотитель;
3 – ловушка;
4 – кран;
5 – сосуд с силикагелем;
6 – газоход;
7 – вакуумметр;
8 – термометр;
9 – ротаметр.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

FEDERAL STATE UNITARY ENTERPRISE "D.I.MENDELEYEV INSTITUTE FOR METROLOGY" (VNIIM)

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ "ВНИИМ им.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА"

19, Moskovsky pr., St. Petersburg, 190005, Russia

Fax: 7 (812) 713-01-14
Phone: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http:// www.vniim.ru

190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19

Факс: 7 (812) 713-01-14
Телефон: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru,
http://www.vniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE

об аттестации методики (метода) измерений

№ 720/242- (01.00250)-2015

Методика измерений массовой концентрации диоксида серы в пробах промышленных выбросов в атмосферу фотометрическим методом, разработанная ООО «Объединенная компания РУСАЛ ИТЦ» (660111, Российская Федерация, г. Красноярск, ул. Пограничников, д. 37, строение 1) и регламентированная в документе МИ № ПрВ 2015/1 «Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу. Методика измерений массовой концентрации диоксида серы в газах организованных ИЗА (фотометрический метод)» (Санкт-Петербург, Красноярск, 2015 г., 23 стр., взамен МВИ № ПрВ 2000/10), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований, проведенных при разработке методики, а также теоретических исследований.

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

Дата выдачи свидетельства 14.12.2015

Директор Н.И. Ханов

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1

Объект анализа	Диапазон измерений массовой концентрации диоксида серы, C, мг/м^3	Относительная расширенная неопределенность измерений* при коэффициенте охвата k =2 U^0, %
Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу	От 0,10 до 200 включ.	25

Примечания:

1) Результат измерений (С, мг/м^3) формируется на основе одной отобранной пробы.

*2) * - соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений (± δ, %) при Р = 0,95.*

3) Массовая концентрация диоксида серы приведена к нормальным условиям: T_0=273 К, P_0=760 мм рт.ст., сухой газ.

4) Метрологические характеристики методики соответствуют требованиям РД 52.04.59-85 «Руководящий документ. Охрана природы. Атмосфера. Требования к точности контроля промышленных выбросов. Методические указания».

5) Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении к настоящему свидетельству на 6 листах.

Нормативы

Таблица 2

Наименование операции	№ пункта в методике измерений	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Норматив
Проверка приемлемости выходных сигналов спектрофотометра при градуировке и контроле	10.5.4 15.1	Размах трех значений оптической плотности градуировочного раствора (ГР) в трех сериях, отнесенный к среднему арифметическому	(Р = 0,95) K_D = 5 %
Проверка приемлемости градуировочной характеристики (ГХ)	10.5.6	Модуль отклонения среднего значения оптической плотности ГР от соответствующего значения по ГХ, отнесенный к значению по ГХ	$K_.$ = 7 %
Контроль стабильности градуировочной характеристики	15.1	Модуль относительного отклонения результата измерений массы диоксида серы в контрольном растворе от массы диоксида серы, приписанной этому раствору	(Р = 0,95) $K_{ст}$ = 7 %.
Контроль сходимости результатов измерений	15.2	Модуль разности результатов измерений, отнесенный к среднему арифметическому	(Р = 0,95) $K_{сх}$ = 17 %

Руководитель НИО государственных эталонов
в области физико-химических измерений — Л.А. Конопелько

Ведущий инженер — Н.Н.Звягина

НИИ АТМОСФЕРА

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
“Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха”
АО “НИИ Атмосфера”

194021, г.Санкт-Петербург, ул.Карбышева, 7, тел./факс: (812) 297-8662
E-mail: gost.e-ecolog.ru , gost.e-ecolog.ru
ОКПО: 23126426, ОГРН: 1097847184555, ИНН/КПП: 7802474128 / 780201001

ЭКСПЕРТНОЕ ЗАКЛЮЧЕНИЕ

№ 09-2/303
от 27.07.2016 г.

В АО «НИИ Атмосфера» рассмотрена методика «Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу. Методика измерений массовой концентрации диоксида серы в газах организованных ИЗА (фотометрический метод) МИ ПрВ 2015/1 (взамен МВИ № ПрВ 2000/10), ФР.1.31.2015.20205», разработанная ОАО «РУСАЛ ВАМИ» и ООО «РУСАЛ ИТЦ».

По результатам экспертизы методика соответствует требованиям действующих государственных стандартов и других нормативных документов в области охраны атмосферного воздуха и может быть использована для измерения диоксида серы в газах организованных источников загрязнения атмосферы в диапазоне от 0,10 до 200 мг/м^3.

Срок действия экспертного заключения на методику 5 лет.

Генеральный директор **О.А. Марцынковский**

Короленко Л.И.
Тел/факс: (812) 372-57-82
gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru