Научно-исследовательский институт стекла
ООО «НИИС»



УТВЕРЖДАЮ
генеральный директор ООО НИИС
_____Клегг Ю.Д.
2001 г.

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЫЛИ В ВЫБРОСАХ СТЕКОЛЬНОГО ПРОИЗВОДСТВА

№ ЛПЭ –13/06

Разработчик: лаборатория промышленной экологии и безопасности труда
ООО НИИСтекла (601550 г. Гусь -Хрустальный,
Владимирская обл., Интернациональная, 114.)
Тел/факс: (49241) 2-53-02
Тел. (49241) 93-1-04

г. Гусь-Хрустальный

gost.e-ecolog.ru

СОДЕРЖАНИЕ

1. Характеристики погрешности измерений 3

2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3

3. Метод измерений 5

4. Требование безопасности 5

5. Требования к квалификации оператора 6

6. Условия выполнения измерений 6

7. Подготовка к выполнению измерений 6

7.1. Подготовка фильтров 6

7.2. Подготовка кварцевых аллонжей 7

8. Выполнение измерений 8

8.1. Отбор проб 8

8.2. Выполнение измерений 9

9. Обработка результатов измерений 9

10. Оформление результатов измерений 10

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (в дальнейшем МВИ) массовых концентраций технологической пыли в промышленных выбросах стекольного производства.

Диапазон измеряемых концентраций: от 5 до $20 \cdot 10^2$ мг/м^3.

1. Характеристики погрешности измерений

Границы относительной погрешности: ± 25% при доверительной вероятности 0,95.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений должны быть применены средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы, представленные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование, тип, марка	ГОСТ, ТУ или Обозначение	Основные характеристики
1	2	3
1.Электроаспиратор		Основная погрешность ротаметров в диапазоне от 15 до 20 дм^3/мин – не более 1 дм^3/мин
2.Печь сопротивления камерная лабораторная СНОЛ	ТУ 16-531.704-81	Номинальная температура нагрева 1100 °С
3. Весы лабораторные 2-го класса точности ВЛР-200	ГОСТ 24104-80	
4. Меры массы Г-2-210	ГОСТ 7328-82	
5.Преобразователи термоэлектрические ТХА-0306	ТУ 25.02.1133-75	Диапазон измерений - от 0 до 1000 °С. Предел допустимой погрешности ± 6 °С

1	2	3
6. Барометр-анероид		Основная погрешность, не более - 200 Па,
7. Секундомер механический	ГОСТ 8.423-81	Цена деления шкалы: секундной - 0,7 с; минутной - 1,0 мин . Погрешность измерения - 0,1 с
8. Пылезаборная трубка с электрообогревном и набором носиков	ГОСТ Р 50820-95 Рис.1	
9. Пылезаборная трубка из кварцевого стекла		Внутренний диаметр 4-10 мм, длина 0,5-2,0 м
10. Фильтродержа-тель	ГОСТ Р 50820-95	
11. Шланги соединительные	ГОСТ 5496-78	Резина медицинская внутренний диаметр 7мм
12. Ловушка для капель типа К-29 или поглотитель Рихтера	ТУ 25.11.227-73 ТУ 25.11.1136-75	
13. Вакуумметр (манометр)	ГОСТ 2405-88	
14. Эксикатор	ГОСТ 25336-82	
15. Кальций хлористый	ТУ 6.09.47.11-81	Обезвоженный, плавленый
16.Пинцет	ТУ 2.31.32-73	Наконечники из пластмассы
17. Фильтры	ТУ 957.40-80	Изготовитель ВО «Изотоп» АФА-ВП-20 АФА-ХП-20 АФА-ХА-20
18. Аллонжи кварцевые	Рис.2	
19. Каолиновое волокно	ТУ 11.245-77	Изготовитель Ступинский завод «Стекловолокно» Московской обл.

1	2	3
20.Сетка латунная	ГОСТ 6613-73	№ 02-0,5
21. Стеклоткань	ГОСТ 19.907-83	
22. Стеклонить	ГОСТ 83.25-79	

Примечание:

1. Все перечисленные средства измерения и реактивы могут быть заменены другими, не уступающими по своим метрологическим характеристикам.
2. Все средства должны быть поверены в соответствии с нормативно-технической документацией по поверке с указанием даты поверки.

3. Метод измерения

Основан на гравиметрическом определении технологической пыли, уловленной фильтрующими материалами при прохождении через них определенного объема газопылевой смеси.

4. Требования безопасности

К проведению работ по отбору и анализу проб промышленных выбросов допускаются лица не моложе 18 лет, обученные и аттестованные для проведения данного вида работ, а так же изучившие правила по технике безопасности, утвержденные в стекольной отрасли.

При отборе проб загрязняющих веществ исполнитель должен быть обеспечен индивидуальными средствами защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011-89, в том числе средствами защиты органов дыхания ГОСТ 12.4.034-85, рук ГОСТ 12.4.020-82*.

Места проведения замеров должны иметь ограждения в соответствии с требованиям ГОСТ 12. 4..059-89.

Работы на высоте следует проводить руководствуясь СНиП Ш-4-80.

Лабораторные помещения, в которых выполняется анализ, должны быть оборудованы вентиляционными системами (СНиП 2.04.05-91), обеспечивающими чистоту воздуха рабочей зоны согласно требованиям ГОСТ 12.1.005 - 88.

Исполнитель должен быть подробно ознакомлен со специфическими свойствами и действием на организм применяемых веществ.

При выполнении анализов необходимо соблюдать требования пожарной и электоробезопасности ГОСТ 12.1.004-91* и ГОСТ 12.1.019-79*.

Лица, занимающиеся отбором и анализом проб газа, должны проходить предварительные и периодические медицинские осмотры,

обучение методам отбора и анализа проб выбросов вредных веществ и правилам обращения с защитными средствами.

5.Требования к квалификации оператора

К работе по отбору и химическому анализу проб могут быть допущены лица, изучившие раздел 7 и МВИ. Химический анализ проб может проводить инженер или техник, имеющий химическое образование или опыт работы в химической лаборатории. Он должен тщательно изучить МВИ, освоить технику работ на используемых средствах измерения и оборудовании.

6. Условия выполнения измерений

6.1. При отборе проб из газохода давление (разрежение) должно быть 0,04-14,7 мм рт. ст., температура - до 60 °С при работе с фильтрами АФА-ВП, АФА-ХП и АФА-ХА и до 500 °С при работе с кварцевыми аллонжами, относительная влажность до 90% при работе с фильтрами АФА-ВП, АФА-ХП и кварцевыми аллонжами, до 60% при работе с фильтрами АФА-ХА.

6.2 Измерения должны проводится в лабораторном помещении при температуре $20 \pm 5\ ^0$С, относительной влажности воздуха не более 80 %, атмосферном давлении от 84,0 до 106,7 кПа и напряжения в электрической сети 220 + 20, - 33 вольт.

7. Подготовка к выполнению измерений

7.1. Подготовка фильтров

7.1.1. Для отбора проб технологической пыли проводят подготовку следующих фильтров: АФА-ВП, АФА-ХП и АФА-ХА.

В табл. 2 показана возможность использования фильтров в зависимости от температуры, относительной влажности и запыленности промышленных выбросов.

Таблица 2

№	Наименование аэрозольных фильтров	Параметры пылегазового потока		
		Температура; ^{0}C	Относительная влажность; %	Концентрация пыли; мг/м^3
1	АФА-ВП	до 60	до 90	до 20
2	АФА-ХП	до 60	до 90	до 20
3	АФА-ВП	до 60	до 60	до 20

7.1.2. Фильтры должны быть пронумерованы. Порядковый номер наносят карандашом на уплотненную кольцевую часть каждого фильтра или на бумажное кольцо фильтра.

7.1.3. Перед отбором проб фильтр должен быть выдержан не менее 1 суток в помещении, где производят взвешивание.

7.1.4. Взвешивание фильтров производят на лабораторных весах с точностью до 0,2 мг. Результат взвешивания записывают в журнал.

7.1.5. Чистые фильтры вкладывают в пакеты из кальки, а пакеты из кальки – в полиэтиленовые мешки и передают для отбора проб.

7.1.6. Аналогичным образом подготавливают холостые фильтры, на которые отбор не производят.

7.2. Подготовка аллонжей

7.2.1. Отбор проб на аллонжи осуществляют при высоких температурах отходящих газов до 500°С, относительной влажности до 90% и запыленности до 2,0 г/м^3.

Подготовку аллонжей проводят в следующей последовательности:

7.2.2. Каолиновое волокно прокаливают в течение 3-х часов в муфельной печи при температуре 800°С.

7.2.3. Набивку каолинового волокна в кварцевые аллонжи осуществляют в соответствии с рис. 2. Для этого на дно патрона кладут латунную сетку и стеклоткань, а затем 2-3 тампона каолинового волокна. Высота набивки 20-25 мм, вес 1,5-2 г. Плотность набивки должна быть такой, чтобы при пропускании через аллонжи 20 дм^3/мин., воздуха с температурой 18-25 С^0 аэродинамическое сопротивление находилось в пределах от 5 до 35 кПа..

7.2.4 Подготовленные аллонжи доводят до постоянной массы. Для этого их сушат в сушильном шкафу при температуре 110 °С, после чего охлаждают в эксикаторе, нижняя часть которого наполнена хлоридом кальция.

Эту операцию повторяют до тех пор, пока результат последующего взвешивания будет отличаться от предыдущего на 0,5 мг.

7.2.5 После взвешивания аллонжи закрывают пришлифованными пробками и переносят к месту отбора проб. Схема присоединения аллонжа к кварцевой трубке показана на рис.2.

7.2.6 Хранение аллонжей осуществляют в эксикаторе. Срок хранения – не ограничен. При длительном хранении перед отбором проб производят контрольное взвешивание.

7.2.7 Аналогичным образом производят подготовку холостого аллонжа.

8 Выполнение измерений

8.1 Отбор проб

8.1.1 На прямом участке газохода пробивают отверстие диаметром 50 мм.

В соответствии с ГОСТ 17.2.4.06-90 и ГОСТ 2.4.07-90 проводят измерение температуры, давления (разрежения) и скорости пылегазового потока. Схема отбора показана на рисунке 3.

Перед отбором пробы определяют динамический напор газа в заданной точке газохода, температуру и давление газа по ГОСТ 17.2.406-90 и ГОСТ 17.2.407-90. Затем рассчитывают требуемый объемный расход изокинетичного отбора пробы (V, дм^3/мин)

$$V = 2.45 \cdot 10^{-2} \cdot d^2 \cdot W \cdot \frac{B \pm p}{(273 + t)} \sqrt{\frac{\rho_0 (273 + t^1)}{\rho (B - p^1)}} \qquad (4)$$

где: V- расход газа по шкале ротаметра, дм^3/мин;
d- внутренний диаметр носика, мм;
B- атмосферное давление, мм рт.ст.;
W- скорость газа в газоходе, м/с;
t- температура газа в газоходе, °С;
p- давление или разрежение газа в газоходе, мм рт.ст.;
p^1- разрежение газа перед электроаспиратором, мм рт.ст.;
t^1- температура газа перед электроаспиратором, °С;
ρ_0- плотность отбираемого газа при нормальных условиях, кг/м^3;
ρ- плотность газа, принятая при градуировке ротаметра, кг/м^3.

Расчет внутреннего диаметра носика проводится по формуле:

$$d=24/\sqrt{W}$$

8.1.2 Пробы отбирают методом внешней фильтрации в соответствии со схемой, представленной на рис.2. Время отбора пробы от 5 до 10 минут в зависимости от предполагаемой концентрации пыли. Количество проб - не менее четырех.

Общее время отбора с учетом осреднения не менее 20 минут.

Срок хранения проб в герметической упаковке не ограничен.

8.2 Выполнение измерений

8.2.1 Пробы, отобранные на фильтры или аллонжи переносят в лабораторию и обрабатывают аналогично чистым в соответствии с п. 7.1.3., 7.1.4., 7.2.3., 7.2.4..

8.2.2 Аналогичную обработку проводят для холостого фильтра или аллонжа.

9 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию технологической пыли (С) рассчитывают по формуле, мг/м^3:

$$C = \frac{(m_2 - m_1) \pm \Delta m \circ \times 10^3}{V_0}, \quad (2)$$

где: m_1 – масса чистого фильтра или аллонжа, мг;
m_2 – масса фильтра или аллонжа с пылью, мг;
V_0 – объем аспирированного через фильтр воздуха, приведенного к нормальным условиям, дм^3;
С – массовая концентрация пыли, мг/м^3.
Δm_0 – изменение массы холостой пробы (+ - при уменьшении массы холостой пробы, - - при увеличении массы холосто пробы), мг.

Интервал изменения Δm_0 : от – 1,0 до 1,0 мг.

Для приведения аспирированного воздуха к нормальным условиям используют формулу:

$$V_0 = \frac{V \times 273(B - P)}{(273 + t^1) \times 760} \qquad (4)$$

где: V – объем аспирированного воздуха, дм^3;
B – атмосферное давление, мм рт.ст.;
P – разряжение перед электроаспиратором, мм рт.ст.;
t^1 – температура воздуха на входе в электроаспиратор,°С.
273 – нормальная температура, °С;
760 – нормальное атмосферное давление, мм рт. ст.
Объем аспирированного воздуха вычисляют по формуле:

$$V = L \cdot t_1 \qquad (5)$$

где: L – расход воздуха по ротаметру, дм^3/мин.;
t_1 – время отбора пробы, мин.

10 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляются протоколом с указанием цели проведения измерений и основных характеристик выброса. Протоколы подписываются ответственным за отбор проб, проведение химического анализа руководителем лаборатории и утверждаются руководителем предприятия.

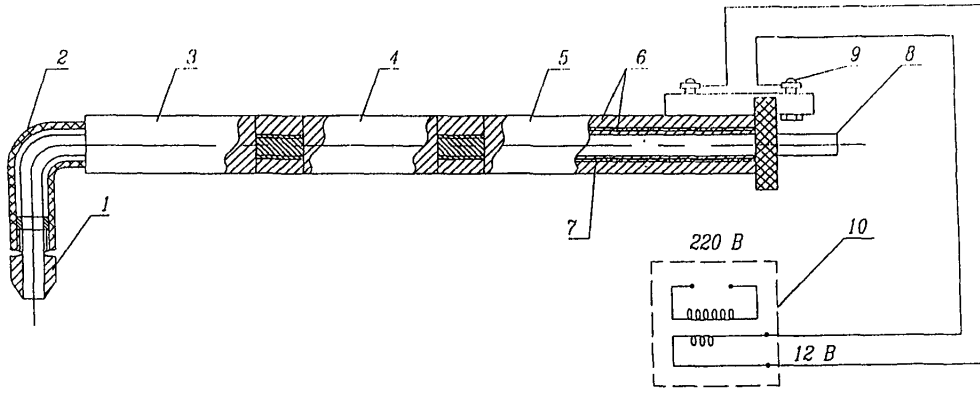


Рис 1. Пылеотборная трубка с электрообогревом

1 Наконечник съемный, ø 3-13 мм

2 Переходник съемный для крепления наконечника

3,4,5 Секции разборные

6 Изоляция асбестовая

7 Спираль электронагревательная

8 Трубка стальная, ø 4-5 мм

9 Электроконтакт

10 Трансформатор

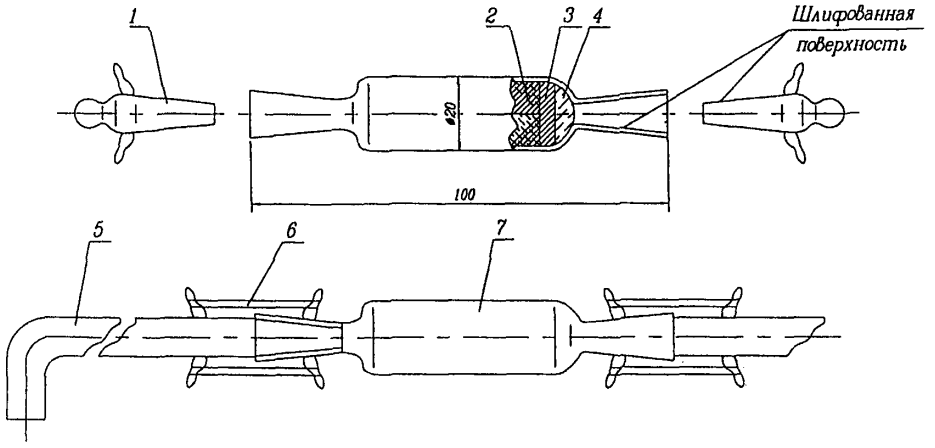


Рис 2. Пробоотборник (аллонж) из кварцевого стекла

1 Пробка стеклянная

2 Каолиновое волокно

3 Стеклоткань

4 Сетка латунная

5 Пробоотборная трубка из кварцевого стекла

6 Стеклонить

7 Аллонж

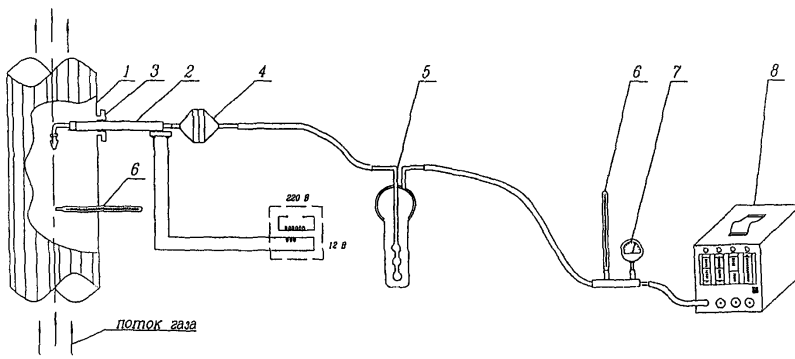


Рис. 3 Схема отбора проб

1 Воздуховод

2 Пылеотборная трубка с электрообогревом и набором носиков

3 Штуцер

4 Фильтродержатель

5 Каплеловушка

6 Термометр

7 Вакуумметр

8 Электроаспиратор

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 сертификационный испытательный центр средств измерений

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 01 14
Телефон (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
Телетайп 821 788
E-mail hal@onti.vniim.spb.s u

01721

СВИДЕТЕЛЬСТВО

SERTIFICATE

OF COMPLIANCE

об аттестации МВИ

№ _____ № 2420/143 - 2001

Методика выполнения измерений массовой концентрации технологической пыли в выбросах стекольного производства, разработанная ООО «Научно-исследовательский институт стекла» (601550, г. Гусь-Хрустальный, Владимирская обл., Интернациональная, 114) и регламентированная в документе № ЛПЭ-13/06 «Методика определения технологической пыли в выбросах стекольного производства» 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 предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства 6 августа 2001 г.

Руководитель лаборатории государственных эталонов в области аналитических измерений Л. А. Конопелько

тел. (812) 315-11-45

Метрологические характеристики МВИ:

Диапазон измерений массовой концентрации технологической пыли:

от 5 до $20 \cdot 10^2$ мг/м^3

Границы относительной погрешности результата измерений (при доверительной вероятности 0,95): **± 25 %**

Контроль погрешности измерений

Интервал изменений Δm^0: от - 1,0 до 1,0 мг (по п. 9 МВИ).

Ведущий научный сотрудник О. А. Пинчук

Методика прошла с положительным результатом экспертизу во ВНИИ «Атмосфера» Минприроды РФ (Экспертное заключение № 149/33-09 от 05.04.2001 г.)

gost.e-ecolog.ru