ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО СТАНДАРТАМ

СВЕРДЛОВСКИЙ ФИЛИАЛ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ВСЕСОЮЗНОГО НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ИНСТИТУТА МЕТРОЛОГИИ
им. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА (СФ ВНИИМ)

# МЕТОДИКА

# ПОВЕРКИ АВТОМАТИЧЕСКИХ ПРОМЫШЛЕННЫХ ГАЗОАНАЛИЗАТОРОВ НА МИКРОКОНЦЕНТРАЦИИ СЕРНИСТОГО АНГИДРИДА, СЕРОВОДОРОДА, ХЛОРА И ОКИСЛОВ АЗОТА

## МИ 30—75

МОСКВА
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1978

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.27.089.6

# МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

## промышленных автоматических газоанализаторов на микроконцентрации сернистого ангидрида, сероводорода, хлора и окислов азота

# МИ 30—75

Методика поверки устанавливает методы и средства поверки вновь изготавливаемых, выпускаемых из ремонта и находящихся в обращении стационарных автоматических газоанализаторов на микроконцентрации сернистого ангидрида, сероводорода, хлора и окислов азота.

Методика распространяется на газоанализаторы типов ФЛ (ФЛ4504, ФЛ6201, ФЛ6602, ФЛ5501М), ФГЦ, ФКГ-3, ГКП-1, предназначенные для обеспечения техники безопасности и охраны здоровья трудящихся контролирующих содержание вредных примесей в атмосфере и в воздухе производственных помещений.

Автоматические газоанализаторы иных типов на микроконцентрации газов могут поверяться по данной методике при наличии методов и устройств для приготовления поверочных газовых смесей, прошедших метрологическую аттестацию в органах государственной метрологической службы.

### 1. НАЗНАЧЕНИЕ И УСТРОЙСТВО ГАЗОАНАЛИЗАТОРОВ

1.1. Газоанализаторы ленточные фотоколориметрические типа ФЛ: ФЛ4504, ФЛ6201, ФЛ6602, ФЛ5501М.

Газоанализаторы типа ФЛ являются стационарными автоматическими показывающими и самопишущими приборами и предназначены для непрерывного циклического измерения микроконцентраций различных газов в воздухе производственных помещений.

Действие газоанализаторов основано на фотометрировании окрашенного пятна, образовавшегося на индикаторной ленте при взаимодействии анализируемого компонента с индикаторным составом ленты.

Газоанализаторы ФЛ4504, ФЛ6201 и ФЛ6602 являются многоблочными приборами, работают на сухой индикаторной ленте, пропитанной индикаторным раствором. Все блоки и узлы, входящие в комплект газоанализатора ФЛ5501М, смонтированы на об-

©Издательство стандартов, 1978

щем металлическом каркасе, выполненном в виде панельного щита. Прибор ФЛ5501М работает на индикаторной ленте, которая смачивается индикаторным раствором с помощью дозирующего устройства перед определением микропримеси анализируемого компонента.

Приборы ФЛ выполнены с унифицированным выходным сигналом, в пылебрызгозащищенном исполнении и предназначены для установки во взрывобезопасном помещении.

Основные технические характеристики различных модификаций газоанализатора ФЛ приведены в табл. 1.

1.2. Газоанализаторы автоматические типа ФГЦ

Газоанализаторы ФГЦ являются стационарными автоматическими показывающими и самопишущими приборами и предназначены для непрерывного циклического определения и сигнализации предельных значений микроконцентраций различных газов (сероводорода, фосгена, аммиака и пр.) в воздухе производственных помещений.

Действие прибора основано на цветной реакции анализируемого компонента с индикаторным составом ленты и последующем измерении светоотражения от полученного пятна дифференциальной мостовой измерительной схемой.

Газоанализатор ФГЦ состоит из отдельных блоков.

Таблица 1

| Модификация прибора | Анализируемый компонент | Пределы измерения, мг/м³ | Основная приведенная погрешность, % | Время прогрева, мин | Время установления показаний, мин | Цикл работы, мин | Расход газовой смеси, л/мин |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ФЛ4504 | Двуокись азота | 0—2<br>0—3<br>0—5<br>0—6<br>0—12 | ±20 | 180 | 60<br>30<br>30<br>15<br>15 | 10,0<br>5,0<br>5,0<br>2,5<br>2,5 | 1,0 |
| ФЛ6201 | Хлор | 0—0,3<br>0—0,4<br>0—0,5<br>0—0,7 | ±20 | 180 | 60 | 5,0<br>5,0<br>2,5<br>2,5 | 1,0 |
| ФЛ6602 | Сероводород | 0—1,25<br>0—2,0<br>0—5,0 | ±20 | 180 | 90<br>40<br>40 | 10,0<br>2,5<br>2,5 | 0,5 |
| ФЛ5501М | Сероводород | 0—1<br>0—10 | ±15 | 180 | 40 | 0,5<br>2,5 | 0,5 |
| | Сернистый ангидрид | 0—20 | ±15 | 180 | 30 | 5,0 | 2,5 |
| | Хлор | 0—5 | ±15 | 180 | 30 | 5,0 | 0,50 |
| | Двуокись азота | 0—5 | ±15 | 180 | 30 | 2,5 | 0,15 |

Датчик газоанализатора предназначен для работы во взрывоопасном помещении всех классов. Остальные блоки газоанализатора устанавливаются во взрывобезопасном помещении.

Прибор имеет два варианта исполнения. Один предназначен для анализа газовоздушной смеси при прососе ее через датчик с помощью эжектора, другой — для анализа газовых смесей, находящихся под давлением в технологических линиях.

Основные технические характеристики газоанализатора ФГЦ приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Модификация прибора | Анализируемый компонент | Пределы измерения прибора, мг/м³ | Основная приведенная погрешность, % | Расход газовой смеси, л/ч | Время цикла, мин | Время установления показаний |
|---|---|---|---|---|---|---|
| ФГЦ-1А | $H_2S$ | 0—1 | ±20 | 60 | 5 | |
| ФГЦ-1Б | $H_2S$ | 0—3 | ±20 | 20 | 5 | |
| ФГЦ-1В | $H_2S$ | 0—10 | ±20 | 6 | 5 | |
| ФГЦ-1Г | $H_2S$ | 0—0,3 | ±20 | 60 | 20 | В течение двух циклов |
| ФГЦ-1Е | $H_2S$ | 0—20 | ±20 | 2 | 5 | |
| ФГЦ-2 | $COCl_2$ | 0—0,5 | ±20 | 120 | 4 | |
| ФГЦ-3 | HCN | 0—0,5 | ±20 | 90 | 4 | |
| ФГЦ-4 | $NH_3$ | 0—20 | ±20 | 2 | 5 | |

1.3. Газоанализаторы фотоколориметрические ФКГ-3

Газоанализаторы типа ФКГ-3 являются стационарными автоматическими регистрирующими и показывающими непрерывно действующими приборами, предназначенными для определения содержания хлора в воздухе производственных помещений в пределах 0—2 мг/м³.

Действие прибора основано на фотометрировании индикаторной ленты, изменяющей окраску при взаимодействии хлора с индикаторным составом ленты.

Прибор предназначен для работы во взрывобезопасном помещении.

Основные технические характеристики газоанализатора ФГК-3:

Основная приведенная погрешность, % . . . . . ±20,
Время прогрева, мин, не более . . . . . 180
Время установления показаний, мин, не более . . . . 15
Расход анализируемого воздуха через прибор, л/ч . . . 60+1

1.4. Кулоно-полярографические газоанализаторы типа ГКП-1

Кулоно-полярографические газоанализаторы являются автоматическими стационарными непрерывно действующими приборами,

предназначенными для определения содержания сернистого ангидрида в атмосферном воздухе.

Прибор имеет ручной переключатель диапазонов измерений сернистого ангидрида.

Газоанализатор имеет следующие диапазоны измерения содержания сернистого ангидрида:

0 — 1 мг/м$^3$
0 — 2 мг/м$^3$
0 — 5 мг/м$^3$
0 — 10 мг/м$^3$

Действие газоанализатора основано на измерении предельного электрического тока, который возникает при электролизе раствора, содержащего определяемое вещество, являющееся электрохимическим деполяризатором.

Основные технические характеристики газоанализатора ГКП-1:

| | |
|---|---|
| Основная приведенная погрешность, % . . . . | ±20 |
| Время прогрева, мин, не более . . . . . | 120 |
| Время начала реагирования, с, не более . . . | 10 |
| Расход анализируемого воздуха, л/ч . . . . . | 50 |

Эксплуатационные условия работы прибора газоанализаторов ФЛ4504, ФЛ6201, ФЛ6602, ФЛ5501М, ФГЦ, ФКГ-3 и ГКП-1 — в соответствии с требованиями ГОСТ 13320—69.

## 2. ОПЕРАЦИИ, ПРОВОДИМЫЕ ПРИ ПОВЕРКЕ И ПРИМЕНЯЕМЫЕ СРЕДСТВА

2.1. При поверке газоаналитических приборов должны выполняться операции, указанные в табл. 3.

Таблица 3

| Наименование операций | Обязательность проведения операций при: | | |
|---|---|---|---|
| | выпуске из производства | выпуске из ремонта | эксплуатации и хранении* |
| 1. Внешний осмотр приборов, проверка комплектности, маркировки, правильности монтажа и работоспособности газоанализатора | Да | Да | Да |
| 2. Проверка герметичности газовых линий газоанализатора | Да | Да | Да |
| 3. Определение расхода анализируемого газа через датчик | Да | Да | Да |
| 4. Проверка сопротивления изоляции электрических цепей при температуре окружающего воздуха +20 ±5°С и относительной влажности 80±3% | Да | Да | Нет |
| 5. Проверка прочности изоляции электрических цепей газоанализатора | Да | Да | Нет |
| 6. Определение основной приведенной погрешности газоанализатора | Да | Да | Да |

*Продолжение табл. 3*

| Наименование операций | Обязательность проведения операций | | |
|---|---|---|---|
| | выпуске из производства | выпуске из ремонта | эксплуатации и хранении* |
| 7. Проверка времени прогрева прибора | Да | Да | Да |
| 8. Проверка времени установления показаний прибора | Да | Да | Да |

* Для обеспечения техники безопасности сроки периодической поверки газоанализаторов устанавливаются местными органами Госстандарта СССР.

2.2. Поверку приборов можно проводить в лабораторных условиях на специальном поверочном стенде или на месте установки приборов.

2.3. Для поверки газоанализаторов необходимо иметь следующие приборы и оборудование:

2.3.1. Стенд для поверки газоанализаторов в лабораторных условиях, на котором могут быть смонтированы в нормальном положении все блоки прибора. К стенду должен быть подведен переменный ток промышленной частоты напряжением 127—220 В. К стенду необходимо подвести водопроводный трубопровод от водопроводной сети, а также трубопроводы для подвода и распределения сжатого воздуха, технического азота или другого газа-разбавителя (в случае необходимости).

2.3.2. Баллоны емкостью 8—12 л по ГОСТ 949—73 для хранения аттестованных исходных газовых смесей, подлежащих разбавлению.

2.3.3. Баллоны емкостью 40 л для хранения газа-разбавителя

2.3.4. Регуляторы расхода потока газа или вентили тонкой регулировки.

2.3.5. Аттестованная динамическая газосмесительная установка или другое дозирующее устройство для приготовления поверочных газовых смесей.

2.3.6. Мегомметр на 500 В типа М1101М по ГОСТ 8038—60*.

2.3.7. Вольтметр Э59 по ГОСТ 8711—60*.

2.3.8. Универсальная пробойная установка УПУ-1М мощностью 0,25 кВ·А.

2.3.9. Лабораторный автотрансформатор

2.3.10. Манометр образцовый типа МО на 1 кгс/см$^2$ по ГОСТ 6521—72 или U-образный водяной манометр для измерения давления (разрежения) до 11770 Па (1200 мм вод. ст.).

2.3.11. Термометр ртутный с ценой деления 0,5°С по ГОСТ 2823—73.

2.3.12. Секундомер С-1—2а по ГОСТ 5072—72*.

2.3.13. Психрометр аспирационный МВ-4М по ГОСТ 6353—52.

2.3.14. Барометр-анероид.

2.3.15. Тройник стеклянный по ГОСТ 9964—71.

* Действует до 01.01. 1979 г.

2.3.16. Зажим винтовой, зажимы медицинские по ГОСТ 5496—67.

2.3.17. Приборы, реактивы и оборудование, необходимые для аттестации исходных и поверочных газовых смесей химическим методом.

## 3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. Условия поверки

Рабочие условия на месте установки должны быть в соответствии с требованиями ГОСТ 12997—76, ГОСТ 13320—69 и ГОСТ 22261—76.

Температура воздуха в помещении, где проводится поверка, а также температура газовых смесей в баллонах должна быть в пределах 20±5°С. Баллоны с газовыми смесями должны быть выдержаны при температуре помещения, где проводится поверка. Длительность выдержки 40-литровых баллонов — не менее 16 ч, 10-литровых — не менее 10 ч.

Газоанализатор и баллоны должны быть защищены от перегревов потоков холодного воздуха, воздействие электромагнитных полей и вибраций.

3.2. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

3.2.1. При поверке приборов в лабораторных условиях необходимо смонтировать газоанализатор на стенде в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

3.2.2. Проверить состояние газоподводящей линии и блоков подготовки газа к анализу.

3.2.3. Обеспечить подачу на прибор напряжения и, если необходимо, подачу сжатого воздуха, азота или иного газа в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации прибора.

3.2.4. Подготовить к работе установку и материалы для приготовления поверочных газовых смесей в нужном диапазоне концентраций, предварительно проверив содержание дозирующего компонента в исходной газовой смеси.

3.2.5. Для каждого диапазона измерения прибора необходимо подготовить не менее 3 образцов состава поверочных газовых смесей с концентрациями измеряемых компонентов, соответствующими началу шкалы плюс 20%, середине шкалы и конечному значению шкалы минус 20% от диапазона измерения.

3.2.6. Проверить и установить требуемый расход анализируемой газовой смеси по ротаметру путем регулировки расхода запорно-регулирующим вентилем или иным регулирующим устройством в соответствии с инструкцией по эксплуатации газоанализатора.

3.2.7. Для газоанализаторов циклического действия необходимо проверить по секундомеру цикл работы прибора в минутах, который должен точно соответствовать значению, указанному в паспорте газоанализатора.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр прибора, проверка комплектности, правильности монтажа и работоспособности газоанализатора

Внешний осмотр, проверка комплектности, маркировки, правильности монтажа и работоспособности газоанализаторов проводятся в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации.

Приборы не должны иметь коррозии, загрязнений или внешних повреждений и дефектов, влияющих на работу прибора.

Шкала прибора должна быть градуирована в единицах концентрации анализируемого компонента.

Показания, нанесенные на шкалу показывающего прибора, должны быть четкими: стекло, закрывающее вторичный прибор, должно быть чистым, прозрачным, без дефектов, препятствующих отсчету показаний.

Комплектующие изделия, входящие в комплект газоанализатора, должны соответствовать паспорту изделия.

Блоки газоанализатора должны иметь на видном месте фирменную табличку, на которой должны быть указаны:

товарный знак предприятия-изготовителя;

обозначение прибора;

заводской порядковый номер;

года изготовления (выпуска) прибора;

обозначение измеряемого компонента газовой смеси;

род тока, напряжение и частота (номинальные значения);

класс точности;

обозначения стандарта, требованиям которого удовлетворяет газоанализатор.

4.2. Проверка герметичности газовых линий газоанализатора

Проверку герметичности проводят в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации прибора. На прибор подают сухой воздух или азот с температурой, равной температуре блоков прибора. Колебания температуры окружающего воздуха во время проверки не должны превышать $\pm 0{,}5$°С.

Выходной штуцер датчика заглушают, а к входному штуцеру присоединяют тройник. Один из отводов тройника соединяют с вентилем тонкой регулировки баллона, содержащего сжатый воздух (или азот), а другой — с U-образным водяным манометром (или пружинным образцовым манометром типа МО). В системе создают избыточное давление, превышающее рабочее давление газоанализатора не менее чем в 1,5 раза, и наблюдают за спадом давления по манометру.

Изменение давления в системе за 30 мин не должно превышать $\pm 1\%$ от испытуемого объема газовой системы.

4.3. Определение расхода анализируемого газа через датчик

Проверку расхода газовой смеси проводят непосредственно перед определением основной погрешности. К входному штуцеру датчика присоединяют газовые часы и подают газовую смесь. Значение расхода не должно отличаться от величины, указанной в инструкции по эксплуатации. Если в приборе предусмотрена регулировка расхода анализируемого газа, в случае несовпадения фактического расхода с номинальным его необходимо подрегулировать в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

4.4. Проверка сопротивления изоляции электрических цепей при температуре окружающего воздуха +20±5°С и относительной влажности не более 80±3%

Проверку сопротивления изоляции между электрическими цепями и корпусами блоков газоанализатора проводят мегомметром на 500 В, к одному из зажимов которого присоединяют замкнутые накоротко контакты питания датчика, а к другому — корпуса блоков прибора.

При температуре окружающего воздуха +20±5°С и относительной влажности 80±3% сопротивление изоляции электрических цепей относительно корпуса и между собой должно быть не менее 40 МОм.

Проверку сопротивления изоляции между контактами каждой проверяемой электрической цепи проводят в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации данного газоанализатора.

4.5. Проверка прочности изоляции электрических цепей газоанализатора

Электрическую прочность изоляции электрических цепей газоанализатора проверяют на универсальной пробойной установке типа УПУ-1М мощностью 0,25 кВ·А. Напряжение 1500 В переменного тока частоты 50 Гц подключают к замкнутым накоротко контактам питания датчика газоанализатора и к корпусам блоков прибора.

Прибор должен выдержать испытательное напряжение 1500 В в течение 1 мин при температуре окружающего воздуха +20±5°С и относительной влажности не более 80±3%.

4.6. Определение основной приведенной погрешности газоанализатора

Поверяемый газоанализатор монтируют в соответствии с инструкцией по монтажу и эксплуатации. Вторичный прибор (если все узлы прибора не смонтированы на одном щите) помещают вблизи датчика на расстоянии, удобном для наблюдения.

При определении основной погрешности соблюдают следующие условия испытаний:

а) температура окружающего воздуха должна быть +20±2°С;

б) относительная влажность окружающего воздуха от 30 до 80%;

в) атмосферное давление не должно отличаться более чем на $\pm 33{,}25 \cdot 10^2$ Па ($\pm 25$ мм рт. ст.) от значения, принятого при градуировке прибора;

г) отклонения напряжения питания от сети переменного тока не должны превышать $\pm 2\%$ от номинального значения напряжения;

д) частота питания 50 Гц $\pm 1\%$.

4.6.1. Перед определением основной погрешности прибора необходимо:

а) подготовить прибор к работе согласно инструкции по монтажу и эксплуатации, проверить правильность монтажа внешних электрических линий между отдельными узлами и блоками прибора;

б) для проверки нулевого показания прибора к входному штуцеру газоанализатора подвести газ-разбавитель — воздух, азот или другой газ, не содержащий примесей анализируемого и мешающих компонентов;

в) подать напряжение на датчик газоанализатора и прогреть прибор в течение времени, указанного в инструкции по монтажу и эксплуатации;

г) подготовить к работе вторичный прибор согласно инструкции по монтажу и эксплуатации. С помощью корректора установить стрелку прибора на нулевую отметку шкалы при выключенном питании; проверить работу вторичного прибора и в случае необходимости подкорректировать чувствительность прибора;

д) продуть датчик газоанализатора газом-разбавителем и проверить нулевое показание прибора. С помощью соответствующего реостата установить стрелку вторичного прибора на нулевую отметку шкалы. Нулевое показание газоанализатора должно быть отрегулировано очень тщательно, так как это предопределяет правильность всей поверки.

4.6.2. В ходе поверки операции по настройке и регулировке газоанализаторов или его отдельных узлов не допускаются.

4.6.3. Для определения основной приведенной погрешности газоанализатора используют поверочные газовые смеси. Способы приготовления поверочных газовых смесей приведены в приложении 2.

4.6.4. Основную погрешность прибора определяют в трех точках шкалы путем сравнения показаний газоанализатора с содержанием анализируемого компонента в поверочных газовых смесях. Каждую точку шкалы проверяют не менее 2—3 раз, пропуская газовые смеси через датчик прибора сначала в порядке возрастания концентрации измеряемого компонента, а затем в порядке ее уменьшения и наоборот. Через 10—15 мин после установления постоянных значений показания прибора в каждой поверяемой точке шкалы заносят в протокол.

Допускается проверка каждой точки шкалы подряд три раза, но при этом каждый раз между измерениями газоанализатор сле-

дует продувать газом, не содержащим измеряемого компонента.

4.6.5. Величину основной приведенной погрешности прибора рассчитывают как наибольшую разность между показаниями прибора и содержанием анализируемого компонента в поверочной газовой смеси, отнесенную к диапазону измерения (а для нулевых шкал — к верхнему пределу измерения), выраженную в процентах, в соответствии с формулой

$$\sigma_{\text{п}} = \frac{C_{\text{п}} - C_{\text{г}}}{C_{\text{к}} - C_{\text{н}}} \cdot 100\%,$$

где $\sigma_{\text{п}}$ — основная приведенная погрешность (в % от диапазона измерения);

$C_{\text{п}}$ — показание прибора, соответствующее величине $C_{\text{г}}$;

$C_{\text{г}}$ — содержание определяемого компонента в поверочной газовой смеси;

$C_{\text{н}}$ — содержание определяемого компонента, соответствующее начальной отметке шкалы прибора;

$C_{\text{к}}$ — содержание определяемого компонента, соответствующее конечной отметке шкалы прибора.

Газоанализаторы признаются годными, если их основная погрешность не превышает допустимую погрешность данного прибора.

4.7. Проверка времени прогрева прибора

Проверку времени прогрева прибора проводят в условиях определения основной приведенной погрешности при пропускании через датчик газоанализатора поверочной газовой смеси, соответствующей середине шкалы прибора, путем отсчета времени с момента включения электрического питания прибора до момента установления показаний с точностью основной приведенной погрешности.

Время прогрева прибора не должно превышать значения, указанного в паспорте газоанализатора.

4.8. Проверка времени установления показаний прибора

Проверку времени установления показаний прибора проводят в условиях определения основной приведенной погрешности при переходе с одной поверочной газовой смеси на другую путем отсчета по секундомеру времени с момента изменения концентрации на входном штуцере газоанализатора до момента установления постоянных (неизменных) показаний.

## 5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. При поверке газоанализаторов составляют протокол, в конце которого указывается соответствие газоанализаторов предъявляемым требованиям. Рекомендуемая форма протокола поверки дана в приложении 1.

5.2. Приборы, признанные в результате поверки годными, клеймятся и на них выдается свидетельство о поверке установленной формы.

5.3. Приборы, не удовлетворяющие требованиям данной методики поверки, к применению не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Помещение, где устанавливается газоанализатор, должно иметь достаточное освещение и приточно-вытяжную вентиляцию.

6.2. При поверке газоанализатора по газовым смесям сброс газа должен осуществляться в вытяжной шкаф или в атмосферу (вне помещения) через фильтры, обеспечивающие поглощение продуктов реакции на индикаторной ленте.

В качестве наполнителя фильтров применяется активированный уголь АГ-3, СКТ-6 или иной наполнитель, полностью поглощающий продукты взаимодействия анализируемого тока с индикаторным составом ленты.

6.3. Баллоны с газами нельзя помещать вблизи отопительных батарей или нагревательных приборов.

6.4. Запорный вентиль баллона не должен пропускать газ.

При неисправности запорного вентиля баллон должен быть возвращен заводу-изготовителю; самостоятельное исправление вентиля запрещается.

6.5. Баллон с газом открывают в следующем порядке:

а) при закрытом вентиле тонкой регулировки открыть запорный вентиль баллона;

б) плавно открывая вентиль тонкой регулировки, доводят расход анализируемого газа до необходимой величины.

Закрытие баллона проводят в обратном порядке, затем, открыв вентиль тонкой регулировки, сбрасывают остатки газа и вновь закрывают вентиль тонкой регулировки.

6.6. Газ из баллона нельзя выпускать полностью.

6.7. После контакта с индикаторной лентой необходимо тщательно вымыть руки.

## 7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ И ОБОРУДОВАНИЮ ПОМЕЩЕНИЯ

7.1. Метрологические службы, занимающиеся поверкой автоматических газоанализаторов на агрессивные газы, должны быть укомплектованы высококвалифицированными работниками.

7.2. Аттестация газосмесительных установок и поверочных газовых смесей, содержащих микроконцентрации агрессивных газов, а также анализ исходных газовых смесей должны проводиться квалифицированными химиками-аналитиками.

7.3. Для хранения и анализа баллонов с исходными газовыми смесями, аттестации газосмесительных установок и получаемых на них газовых смесей необходимо иметь специально оборудованное отдельное помещение с приточно-вытяжной вентиляцией.

---

*ПРИЛОЖЕНИЕ 1*

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

автоматического газоанализатора с заводским обозначением . . . . . .

Заводской № . . . . . .

Завод-изготовитель . . . . . .

Год выпуска . . . . . .

Измеряемый компонент . . . . . .

Пределы измерения . . . . . .

Основная погрешность . . . . . .

Комплектность прибора . . . . . .

Датчик . . . . . .

Вторичный прибор . . . . . .

Техническое описание . . . . . .

Дата представления на поверку . . . . . .

## РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Комплектность, маркировка, монтаж прибора

_____ технической документации
(соответствует, не соответствует)

на газоанализатор типа _____
(тип прибора)

Прибор _____ технической
(соответствует, не соответствует)

документации

2. Герметичность газоанализатора:

а) давление, подаваемое на прибор _____

б) спад давления за 30 мин составил _____

Прибор _____
(герметичен, не герметичен)

3. Сопротивление изоляции электрических цепей прибора при температуре _____ °С и относительной влажности воздуха _____ % составляет _____ МОм.

Сопротивление изоляции электрических цепей прибора _____

_____ технической
(удовлетворяет, не удовлетворяет)

документации.

4. Прочность изоляции электрических цепей:

а) испытательное напряжение, подаваемое на приборе, — 1500 В;

б) время выдержки — 1 мин.

Прибор _____ испытательное
(выдержал, не выдержал)

напряжение 1500 В в течение 1 мин.

5. Основная погрешность газоанализатора.

Проверка произведена сличением с данными

_____

_____

Таблица поверки

| Поверяемая точка шкалы прибора | Содержание анализируемого компонента в поверочной смеси, мг/л (мг/м³) | Показания прибора, мг/л (мг/м³) | Основная приведенная погрешность прибора, % | Условия проведения поверки |
|---|---|---|---|---|
| | | | | 1. Температура . . °С<br>2. Относительная влажность . . . . . %<br>3. Атмосферное давление . . . . . мм рт. ст.<br>4. Напряжение питания . . . . . В |

Основная погрешность прибора не превышает . . . . . %

Прибор _____ требованиям
(соответствует, не соответствует)

технической документации.

6. Время прогрева прибора составляет _____

7. Время установления показаний составляет _____

8. Цикл прибора (для приборов циклического действия) равен

_____

Заключение: _____

_____

Подпись государственного поверителя _____

Дата поверки _____

## УКАЗАНИЯ ПО ПРИГОТОВЛЕНИЮ И АТТЕСТАЦИИ ПОВЕРОЧНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

1. Выбор способа приготовления поверочной газовой смеси зависит от природы дозируемого компонента и наличия аттестованных средств: газосмесительных установок, электролизера и химических методов определения дозируемого компонента.

2. Допускается использование газосмесительных установок, принадлежащих предприятию-изготовителю или потребителю приборов. В этом случае поверочное средство должно быть метрологически аттестовано компетентной организацией Госстандарта с выдачей документа, подтверждающего аттестацию.

3. В случае отсутствия аттестованной газосмесительной установки, позволяющей рассчитать концентрацию смеси в процессе приготовления, допускается приготовление поверочной газовой смеси любым способом, обеспечивающим стабильный поток ее.

Показания газоанализаторов в этом случае сравнивают с результатами анализа смеси химическим методом, прошедшим метрологическую аттестацию.

4. Относительная погрешность приготовления или анализа поверочных газовых смесей не должна превышать 1/3 от основной приведенной погрешности поверяемого газоанализатора. При сопоставлении класса прибора и погрешности метода приготовления смеси последняя должна быть выражена в % по отношению к диапазону измерения конкретного поверяемого прибора.

5. Для приготовления поверочных газовых смесей, содержащих микроконцентрации хлора, рекомендуется электролитическое дозирование хлора в поток газа-разбавителя или воздуха.

5.1. Применяемые оборудование и материалы:

источник постоянного напряжения типа Б1—21.

Примечание. Может быть использован любой другой источник постоянного стабилизированного напряжения с пределами изменения напряжения 0—30 В;

микроамперметр класса 0,2 или 0,5;

реометр, ротаметр или другой расходомер, позволяющий измерить расход газа-разбавителя или газовой смеси с относительной погрешностью, не превышающей ±1%;

электролизер;

трубка резиновая соединительная;

трубка из фторопласта 4Д.5МРТУ 6—05—822—64;

барботер для увлажнения газа-разбавителя, поступающего в электролизер;

баллон с газом-разбавителем или побудитель расхода для протягивания воздуха через систему;

вентиль точной регулировки;

натрий хлористый, х. ч., по ГОСТ 4233—77: кристаллы для заполнения электродного пространства в качестве диафрагмы;

20%-ный водный раствор, подкисленный соляной кислотой (электролит);

кислота соляная, х. ч., по ГОСТ 3118—77;

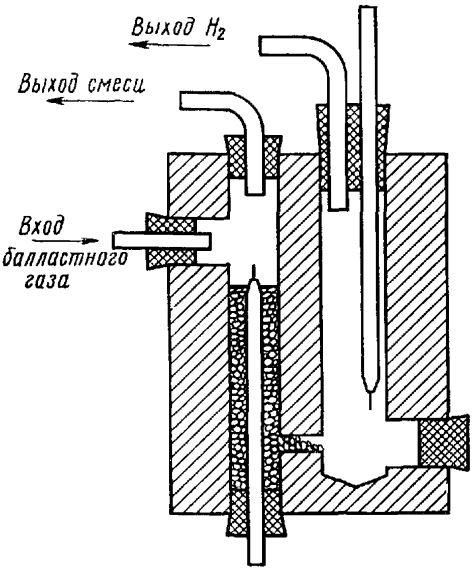
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

5.2. Описание электролизера (черт. 1).

Корпус электролизера изготовлен из органического стекла. В корпусе просверлены два вертикальных канала, в которые вмонтированы электроды и стеклянные трубки для ввода газа-разбавителя и вывода газовой смеси и водорода. Эти каналы соединены в нижней части поперечным каналом меньшего диаметра.

Электроды изготовлены из платиновой проволоки диаметром не более 0,3—0,5 мм, впаянной в стеклянные трубки. Длина рабочей части анода 1—2 мм. Анод должен быть введен в электродное пространство снизу вверх. Расположение анода очень важно, так как от него зависит выход хлора по току, т. е. концентрация хлора в газовой смеси.

В качестве диафрагмы в анодное пространство вокруг анода насыпают кристаллы хлористого натрия.




Черт. 1

5.3. Подготовка установки

5.3.1. Заполняют электролизер электролитом. Анод устанавливают таким образом, чтобы верхний конец его был расположен у самой поверхности электролита. Вокруг анода засыпают кристаллы хлористого натрия. Следует обращать внимание на то, чтобы поверхность анода была абсолютно чистой и ровной (выделение хлора идет на «гладкой» платине). Конец анода должен быть заостренным.

Рекомендуется через 5—6 дней заменять электролит новой порцией.

5.3.2. В барботер, расположенный перед электролизером, заливают дистиллированную воду.

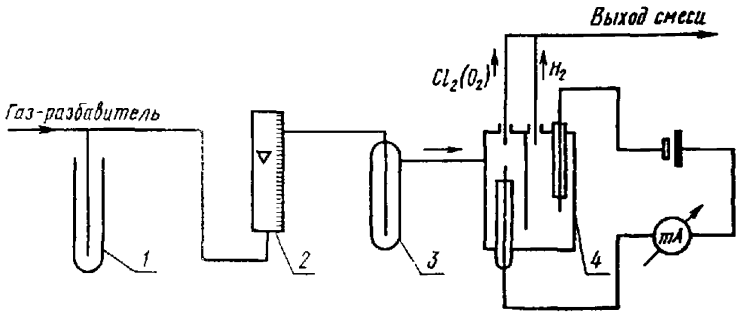
5.3.3. Монтируют установку в соответствии со схемой (черт. 2). Все соединительные линии, по которым проходит газовая смесь, содержащая хлор, должны быть выполнены из стеклянных и фторопластовых трубок.

Включают источник напряжения и устанавливают по шкале микроамперметра необходимую силу тока, значение которой следует рассчитать в соответствии с приведенной ниже формулой (1) в зависимости от требуемого расхода.

Подают газ-разбавитель из баллона или включают побудитель расхода. Устанавливают необходимый расход. Величина расхода должна быть равной или несколько превышать номинальное значение расхода, предусмотренное для поверяемого газоанализатора. В последнем случае часть смеси сбрасывается в вентиляцию через соответствующий фильтр.

5.3.4. В выбранном режиме установку продувают в течение 1 ч и затем газовую смесь подают на входной штуцер поверяемого прибора.

**Схема электролитического дозирования**




*1*—маностат; *2*—измеритель расхода; *3*—увлажнитель; *4*—электролизер.

**Черт. 2**

5.3.5. Содержание хлора в приготовленной газовой смеси рассчитывают по формуле

$$C = \frac{22,0}{V} \cdot I, \qquad (1)$$

где $C$ — концентрация хлора в мг/л или мг/м³;
$I$ — сила тока в А;
$V$ — расход газовой смеси в л/мин или м³/мин;
22,0 — электрохимический коэффициент хлора в мг/А · мин.

5.3.6. Вновь собранная установка должна быть аттестована. При аттестации установки проверяют герметичность газовых линий, проводят анализ приготовленной газовой смеси в соответствии с приложением 3. Результаты анализа сравнивают с значением концентрации хлора, рассчитанным по силе тока. Расхождение результатов не должно превышать 2—3% от определяемой величины.

5.3.7. В дальнейшем при проведении поверки анализа газовой смеси не требуется. Показания газоанализатора сравнивают с результатами расчета концентрации хлора в соответствии с формулой (1) настоящего приложения.

6. Газовые смеси, содержащие микроконцентрации окислов азота, сероводорода и сернистого ангидрида, рекомендуется готовить разбавлением исходной газовой смеси с известной концентрацией дозируемого компонента на динамической газосмесительной установке.

6.1. Исходные газовые смеси готовят в стальных баллонах под давлением. Концентрацию дозируемого компонента устанавливают аттестованным химическим методом.

6.2. Допускается приготовление смесей из 100% газа путем двуступенчатого разбавления.

6.3. Применяемые оборудование и материалы:

установка динамическая газосмесительная, состоящая из градуированных реометров с капиллярами;

баллоны по ГОСТ 949—73 с исходной газовой смесью и газом-разбавителем;

вентиль тонкой регулировки;

приборы и оборудование, необходимые для градуировки реометров с капиллярами.

6.4. Подготовка установки к работе

6.4.1. Подбирают баллон с исходной газовой смесью или со 100%-ным газом. Определяют содержание дозируемого компонента в исходной газовой смеси. Для определения окислов азота рекомендуется перекисный титрометрический ме-

тод, для определения сернистого ангидрида и сероводорода—иодометрический титрометрический метод, рекомендованные в литературе. Для каждой газовой смеси проводят не менее 10 определений. Рассчитывают относительную погрешность определения по формуле

$$\sigma = \frac{1}{\bar{x}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \cdot \tau_\alpha \cdot 100\%, \qquad (2)$$

где $\sigma$ — погрешность определения дозируемого компонента при доверительной вероятности $\alpha = 0{,}95$;

$x_i$ — результаты отдельных определений, мг/л (мг/м³);

$\bar{x}$ — среднее значение концентрации дозируемого компонента в исходной газовой смеси, мг/л (мг/м³);

$n$ — число определений;

$\tau_\alpha$ — коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности $\alpha$ и числе определений $n$.

Величина $\sigma$ не должна превышать $\pm 1$—2%.

6.4.2. Заполняют реометры и маностаты установки жидкостью, не реагирующей с дозируемым компонентом:

для сероводорода рекомендуется силиконовое масло (кремнийорганическая жидкость 132—24 по ГОСТ 10957—74);

для сернистого ангидрида — трансформаторное масло;

для окислов азота — насыщенный раствор нитрата натрия;

для газа-разбавителя — дистиллированная вода, подкисленная и покрашенная индикатором

6.4.3. Градуируют реометры с капиллярами в соответствии с инструкцией по эксплуатации установки.

6.4.4. Монтируют установку, проверяют ее герметичность в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.4.5. Газовые смеси, предназначенные для проверки некоторых модификаций газоанализаторов типа ФЛ, показания которых зависят от изменения влажности анализируемого воздуха, должны иметь влажность $70 \pm 5\%$.

6.5. На входные штуцеры реометров подают смешиваемые газы и газовые смеси и устанавливают значения расходов по градуировочным характеристикам реометров. Величину расхода для каждого газа рассчитывают исходя из формулы (3).

Продувают установку в течение времени, необходимого для получения стабильного потока газовой смеси с установившейся концентрацией, соответствующей расчетному значению. Время предварительной продувки зависит от природы дозируемого компонента, величины расхода исходной газовой смеси и других факторов.

6.6. При переходе на другую концентрацию необходимо изменить расход исходной газовой смеси, для этого изменяют уровень жидкости в реометре.

В новом режиме установку необходимо продуть в течение 30— 60 мин и затем подать на прибор для проверки основной погрешности в следующей точке шкалы.

6.7. Содержание дозируемого компонента в газовой смеси при одноступенчатом разбавлении рассчитывают по формуле

$$C = \frac{a \cdot V_1}{V_1 + V_2}, \qquad (3)$$

где $C$ — содержание дозируемого компонента в приготовленной газовой смеси, мг/л (мг/м³);

$a$ — содержание дозируемого компонента в исходной газовой смеси, мг/л (мг/м³);

$V_1$ — расход исходной газовой смеси, л/мин (м³/мин);

$V_2$ — расход газа-разбавителя, л/мин (м³/мин).

$V_1$ и $V_2$ находят по градуировочным характеристикам реометров.

7. Вновь собранную установку необходимо аттестовать. В процессе аттестации устанавливают время предварительной продувки для каждого газа и проверяют погрешность приготовления газовой смеси.

Содержание дозируемого компонента в газовой смеси определяют химико-аналитическим методом в соответствии с приложением 3.

Различают время предварительной продувки установки:

вновь собранной или после длительного перерыва в работе (после смены дозируемого компонента);

при ежедневной работе на одном и том же газе.

Погрешность приготовления газовой смеси определяют как разность расчетной концентрации дозируемого компонента и результата химического анализа смеси. За результат анализа берут среднее значение из нескольких определений.

8. В дальнейшем при проведении поверки химического анализа приготовляемой на установке газовой смеси не требуется. Показания газоанализатора сравнивают с результатом расчета концентрации дозируемого компонента в соответствии с формулой 3.

9. При проведении поверки необходимо обращать внимание на соблюдение времени предварительной продувки, установленного при аттестации установки в соответствии с п. 7 настоящего приложения.

## УКАЗАНИЯ ПО АТТЕСТАЦИИ ПОВЕРОЧНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ, СОДЕРЖАНИЯ МИКРОКОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРА, СЕРОВОДОРОДА, СЕРНИСТОГО АНГИДРИДА И ОКИСЛОВ АЗОТА

1. Для определения микроконцентраций окислов азота рекомендуется фотометрический метод по ГОСТ 17577—72.

2. Для определения микроконцентраций хлора, сероводорода и сернистого ангидрида рекомендуются фотометрические методы с использованием взаимодействия иода с *N*-диметил-*п*-фенилендиамином. В качестве стандартного раствора применяют раствор иода известной концентрации.

3. Необходимые реактивы и растворы

Калий йодистый, х. ч., по ГОСТ 4232—74, 5%-ный водный раствор.

Тиосульфат натрия, фиксанал по МРТУ 6—09 № 1678—64, 0,01 н водный раствор.

Бихромат калия, фиксанал по МРТУ 6—09 № 1678—64, 0,01 н водный раствор.

Иод, фиксанал по МРТУ 6—09 № 1678—64, 0,01 н водный раствор, 0,0001 н водный раствор, 0,00005 н водный раствор.

Поглотительный раствор для определения хлора — водный раствор, содержащий в 1 л 10 г иодистого калия и 3,5 г уксуснокислого натрия.

Стандартные растворы для определения хлора: 0,0001 н раствор иода в поглотительном растворе по п. 3,5, 0,00005 н раствор иода в поглотительном растворе.

Натрий уксуснокислый, ч. д. а., по ГОСТ 199—78, 0,25 н водный раствор.

Цинк уксуснокислый, ч. д. а., по ГОСТ 5823—78, 0,5%-ный водный раствор.

Кислота уксусная, х. ч., по ГОСТ 61—75.

Кислота серная, ч. д. а., по ГОСТ 4204—77, водный раствор, разбавленный в отношении 1 : 10.

*N*-диметил-*п*-фенилендиамин солянокислый, ч. д. а., по ТУ 6—09—1903—72. 0,5%-ный раствор в 0,5 н серной кислоте.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,2%-ный водный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4. Приготовление растворов

4.1. 0,1 н водные растворы иода, тиосульфата натрия и бихромата калия готовят из фиксаналов. При приготовлении 0,1 н раствора иода следует добавлять 35—40 г иодистого калия на 1 л раствора.

4.2. 0,01 н растворы иода, бихромата калия и тиосульфата натрия готовят разбавлением в воде соответствующих 0,1 н растворов.

4.3. Нормальность раствора иода устанавливают непосредственно перед использованием по раствору тиосульфата натрия.

Нормальность раствора тиосульфата натрия устанавливают по бихромату калия. Для этого в коническую колбу емкостью 250 мл вносят точной пипеткой с одной меткой 20 мл раствора бихромата калия, 10 мл серной кислоты, разбавленной в отношении 1 : 10, и примерно 1 г иодистого калия. Колбу закрывают часовым стеклом и ставят в темное место. Через 5 мин титруют выделившийся иод тиосульфатом натрия в присутствии крахмала.

4.4. Стандартные растворы иода для построения градуировочного графика на определение хлора готовят точным разбавлением 0,01 н водного раствора иода поглотительным раствором по п. 3.5.

4.5. Стандартные и поглотительные растворы для определения сернистого ангидрида и сероводорода готовят точным разбавлением 0,01 н водного раствора иода дистиллированной водой.

4.6. Для приготовления 0,5% раствора *N*-диметил-*n*-фенилендиамина (ДФД) 0,5 г реактива переносят в мерную колбу емкостью 100 мл, добавляют 1,4 мл концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до 100 мл дистиллированной водой.

Раствор ДФД может быть окрашен, но это не мешает анализу.

4.7. 0,5%-ный водный раствор уксуснокислого цинка готовят растворением 5 г реактива в 1 л дистиллированной воды с добавлением 5 капель уксусной кислоты.

4.8. Растворы иода, иодистого калия, тиосульфата натрия и ДФД хранят в темных плотно закрытых склянках.

5. Аппаратура и химическая посуда

Фотоэлектроколориметр, удовлетворяющий требованиям ГОСТ 12083—66.

Мерные колбы по ГОСТ 1770—74 емкостью:

1000 мл — 1 шт.;
100 мл — 1 шт.;
50 мл — 10 шт.

Пипетки с одной меткой емкостью 1; 2; 5; 10; 20 мл по ГОСТ 20292—74.

Пипетки с делениями емкостью 5 и 10 мл по ГОСТ 20292—74.

Бюретка емкостью 25 или 50 мл по ГОСТ 20292—74.

Колбы конические для титрования по ГОСТ 10394—72.

Склянки из темного стекла с притертой пробкой емкостью 2000; 1000; 100 мл по СТУ 14/13—766—64.

Склянка с тубусом (аспиратор), исполнение 1 (под пробирку) емкостью 2 или 5 л по ГОСТ 10238—74.

Краны соединительные стеклянные по ГОСТ 7995—68:

двухходовой — 1 шт.;
трехходовой — 1 шт.

Секундомер по ГОСТ 5072—72*.

Мановакуумметр U-образный по ГОСТ 9933—75.

Поглотительные сосуды типа Петри, 4—6 шт.

Счетчик газовый по ГОСТ 6363—67.

Трубки резиновые с внутренним диаметром 6,0 мм по ГОСТ 5496—67.

Медицинский зажим (одношарнирный зажимный инструмент) по ГОСТ 15587—70.

6. Определение хлора в поверочных газовых смесях

6.1. Принцип метода

Метод определения хлора основан на взаимодействии хлора с иодистым калием с выделением иода, который определяют фотометрически по реакции с ДФД. Фотометрирование проводят при длине волны 536 нм.

6.2. Построение градуировочного графика

Стандартный раствор иода готовят непосредственно перед использованием. Концентрацию его в зависимости от содержания хлора в анализируемой газовой смеси выбирают в соответствии с табл. 1.

Градуировочный график строят по серии градуировочных растворов.

В мерные колбы емкостью 50 мл вводят пипетками с одной меткой необходимое количество стандартного раствора иода (1; 2; 5; 10; 20; 25 мл), приливают основную часть поглотительного раствора, добавляют 1 мл раствора ДФД и доводят объем раствора до 50 мл поглотительным раствором. Основную часть поглотительного раствора следует вводить в колбу до приливания раствора ДФД, так как в противном случае при большом содержании иода может наблюдаться исчезновение окраски раствора.

Рекомендуется готовить по 2—3 градуировочных раствора, соответствующих каждой точке градуировочного графика.

Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют через 10 мин после приливания раствора ДФД. В качестве раствора сравнения применяют «холостой» раствор, в который входят все реактивы, кроме иода. «Холостой» раствор готовят одновременно с рабочим.

---

* Действует до 01.01. 1979 г.

Градуировочный график строят в координатах масса хлора в мг (ось абсцисс) — оптическая плотность градуировочных растворов (ось ординат).

Содержание хлора, эквивалентное взятому количеству иода, для каждого калибровочного раствора рассчитывают по формуле

$$a=35{,}46 \cdot N \cdot V,$$

где $a$ — масса хлора, мг;
$N$ — нормальность стандартного раствора иода;
$V$ — объем стандартного раствора иода, мл;
35,46 — масса хлора в мг, эквивалентная 1 мл 1 н раствора иода.

6.3. Ход анализа

Анализируемую газовую смесь пропускают через поглотители, заполненные поглотительным раствором. Объем пробы газа зависит от концентрации хлора в газовой смеси и может быть принят по данным таблицы. Замеряют объем пропущенной пробы газа с помощью газового счетчика или по объему вытекшей из аспиратора воды. Для приведения объема пробы газа к нормальным условиям (0°С, 760 мм рт. ст.) используется коэффициент пересчета $F$ (Справочник химика, 1965, т. IV, стр. 583).

| Концентрация анализируемого компонента, мг/л | Условия построения градуировочного графика | | | Оптимальный объем пробы газа, л | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | Стандартный раствор, $NJ_2$ | Длина кюветы, мм | Объем колбы, мл | для $Cl_2$ | для $SO_2$ | для $H_2S$ |
| 0,0001 | 0,00005 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| 0,0003 | | | | 15 | 15 | 15 |
| 0,0005 | | | | 10 | 10 | 10 |
| 0,001 | | | | 5 | 5 | 5 |
| 0,003 | | | | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| 0,005 | | | | 1 | 1 | — |
| 0,01 | 0,0001 | 20 | | 1 | — | 1 |
| 0,02 | | | | 1 | — | 1 |
| 0,03 | | | | 1 | — | 1 |
| 0,15 | | | | 0,25 | — | — |
| 0,30 | | | | 0,25 | — | — |

В случае отбора пробы газа с помощью аспиратора следует учесть упругость водяных паров и разрежение в аспираторе.

По окончании отбора пробы содержимое поглотителей количественно переносят в мерную колбу объемом 50 мл. Тщательно промывают их небольшим количеством поглотительного раствора, который сливают в ту же колбу. Затем приливают 1 мл раствора ДФД и доводят объем раствора до 50 мл поглотительным раствором.

Во избежание пропускания больших объемов проб газа рекомендуется использовать мерные колбы емкостью по 25 мл. Количество реактивов при этом следует соответственно уменьшить в 2 раза и градуировочный график построить по серии градуировочных растворов объемом по 25 мл.

Измеряют оптическую плотность рабочего раствора по отношению к «холостому» раствору через 10 мин после приливания раствора ДФД.

6.4. Расчет концентрации хлора

По градуировочному графику находят количество хлора, соответствующее оптической плотности рабочего раствора.

Концентрацию хлора в газовой смеси рассчитывают по формуле

$$C = \frac{a}{V_0}, \qquad (2)$$

где $C$ — концентрация хлора в анализируемой газовой смеси, мг/л (мг/м³);

$a$ — масса хлора в анализируемой пробе газа, мг;

$V_0$ — объем пробы газа, приведенный к нормальным условиям, л (м³).

7. Определение сернистого ангидрида и сероводорода в поверочных газовых смесях.

7.1. Принцип метода

Анализируемый компонент взаимодействует с молекулярным иодом, взятым для реакции в избытке. Непрореагировавший иод образует окрашенное соединение с ДФД. Содержание сернистого ангидрида или сероводорода определяют фотометрически по разности оптических плотностей раствора иода, взятого для реакции ($Д_{изб}$), и рабочего раствора, содержащего оставшийся после взаимодействия с анализируемым компонентом иод ($Д_{раб}$).

Для поглощения сернистого ангидрида используется раствор иода в избытке иодистого калия, для поглощения сероводорода — раствор уксуснокислого цинка.

7.2. Построение градуировочного графика

Стандартные растворы иода готовят непосредственно перед использованием. Концентрацию их в зависимости от содержания анализируемого компонента выбирают в соответствии с таблицей.

Градуировочные графики строят по серии градуировочных растворов, которые готовятся в мерных колбах емкостью 50 мл следующим образом:

для сероводорода в колбы вносят по 20 мл 0,5%-ного раствора уксуснокислого цинка;

для сернистого ангидрида по 2 мл 0,25 н раствора уксуснокислого натрия и 10 мл 10%-ного раствора иодистого калия. Затем в колбы в обоих случаях вносят необходимое количество стандартного раствора иода (1; 2; 5; 10; 15; 20 мл), добавляют по 1 мл раствора ДФД и доводят объем растворов до 50 мл дистиллированной водой. Рекомендуется готовить по 2—3 градуировочных раствора, соответствующих каждой точке градуировочного графика.

Измеряют оптическую плотность градуировочных растворов (Д) через 10 мин после приливания раствора ДФД. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

Содержание сернистого ангидрида, эквивалентное взятому количеству иода, для каждого градуировочного раствора рассчитывают по формуле

$$a = 32{,}0 \cdot N \cdot V, \qquad (3)$$

где $a$ — масса сернистого ангидрида, мг;

$N$ — нормальность стандартного раствора иода;

$V$ — объем стандартного раствора иода, мл;

32,0 — масса сернистого ангидрида в мг, эквивалентная 1 мл 1 н раствора иода.

Содержание сероводорода, эквивалентное взятому количеству иода, для каждого градуировочного раствора рассчитывают по формуле

$$a = 17{,}0 \cdot N \cdot V, \qquad (4)$$

где $a$ — масса сероводорода, мг;

$N$ и $V$ — см. формулу (3);

17,0 — масса сероводорода в мг, эквивалентная 1 мл 1 н раствора иода.

По полученным данным строят график в координатах: количество сернистого ангидрида или сероводорода (ось абсцисс) — оптическая плотность градуировочных растворов (ось ординат). График отсекает на оси ординат отрезок, соответствующий оптической плотности «холостого» раствора.

Оптическая плотность градуировочных растворов соответствует количеству иода, прореагировавшего с анализируемым компонентом, и может быть выражена как

$$Д = Д_{изб} - Д_{раб}. \quad (5)$$

Так как $Д$, $Д_{изб}$ и $Д_{раб}$ измеряют по отношению к дистиллированной воде, в величины всех измеренных оптических плотностей в качестве слагаемого входит величина $Д_х$, представляющая собой оптическую плотность свежеприготовленного «холостого» раствора.

$$Д - Д_х = (Д_{изб} - Д_х) - (Д_{раб} - Д_х) \quad (6)$$

следовательно,

$$Д - Д_х = Д_{изб} - Д_{раб}. \quad (7)$$

Поэтому ось ординат следует обозначать $(Д_{изб} - Д_{раб})$, и график, построенный по оптическим плотностям градуировочных растворов, параллельно сместить в начало координат (ординаты уменьшить на величину $Д_х$).

7.3. Ход анализа

Отбор пробы анализируемой газовой смеси проводят соответственно п. 6.3. Объем пробы газа зависит от концентрации анализируемого компонента в газовой смеси и может быть принят по данным таблицы.

Анализируемую газовую смесь пропускают:

в случае определения сероводорода через поглотитель с 20 мл 0,5% раствора уксуснокислого цинка;

в случае определения сернистого ангидрида через 2 поглотителя, в один из которых налито 15 мл рабочего раствора иода и 1 мл 5%-ного водного раствора иодистого калия, в другой — 9 мл раствора иодистого калия той же концентрации. Концентрация рабочего раствора иода примерно соответствует концентрации стандартного раствора.

По окончании отбора пробы содержимое поглотителей количественно переносят в мерную колбу объемом 50 мл. Тщательно промывают их небольшим количеством дистиллированной воды, которую сливают в ту же колбу. В случае определения сернистого ангидрида в колбу добавляют 2 мл 0,25 н раствора уксуснокислого натрия, в случае определения сероводорода — 15 мл рабочего раствора иода. В обоих случаях добавляют 1 мл раствора ДФД и доводят объем раствора до 50 мл дистиллированной водой.

Измеряют оптическую плотность рабочего раствора по отношению к дистиллированной воде через 10 мин после приливания раствора ДФД. Полученное значение оптической плотности соответствует $Д_{раб}$.

Для определения $Д_{изб}$ в мерной колбе объемом 50 мл готовят раствор, содержащий 15 мл рабочего раствора иода. Порядок и количество других реактивов те же, что и при построении градуировочного графика. Измеряют оптическую плотность раствора по отношению к дистиллированной воде через 10 мин после приливания раствора ДФД.

Определение $Д_{изб}$ рекомендуется производить дважды в день.

Примечание. Определение точной концентрации рабочего раствора иода необязательно, достаточно определить значение $Д_{изб}$.

7.4. Расчет концентрации анализируемого компонента

По градуировочному графику находят количество сернистого ангидрида или сероводорода, соответствующее разности оптических плотностей $(Д_{изб} - Д_{раб})$.

Концентрацию анализируемого компонента в газовой смеси рассчитывают по формуле

$$C = \frac{a}{V_0}, \quad (8)$$

где $C$ — концентрация анализируемого компонента в газовой смеси, мг/л (мг/м³);

$a$ — масса анализируемого компонента в пробе газа, мг;

$V_0$ — объем пробы газа, приведенный к нормальным условиям, л(м³)

Редактор *А. В. Цыганкова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. С. Черная*

**Сдано в наб. 29.07.78 Подп. в печ. 21.09.78 1,5 п. л. 1,23 уч.-изд. л. Тир. 2000 Цена 5 коп.**

**Орден «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3**
**Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 977**

gost.e-ecolog.ru