



**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  
 «17» февраля 2017г.



**ПРОМЫШЛЕННЫЕ ВЫБРОСЫ  
ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРУ**

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ  
СМОЛИСТЫХ ВЕЩЕСТВ В ГАЗАХ ОРГАНИЗОВАННЫХ ИЗА  
(гравиметрический метод)**

**МИ ПрВ-2017/1**

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

\_\_\_\_\_ В.С. Буркат

КОПИЯ ВЕРНА

И.И. ДВОПАЛОВА АГ

инженер ОП  
\_\_\_\_\_ 19.08.2017



Санкт-Петербург,  
Красноярск  
2017

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА Департаментом экологии общества с ограниченной ответственностью «Объединенная компания РУСАЛ ИТЦ», адрес: 199106, г. Санкт-Петербург, Средний проспект В.О., 86.

2 ВЗАМЕН МВИ № ПрВ 2000/9 «Методика выполнения измерений массовой концентрации смолистых веществ в промышленных выбросах при производстве алюминия и электродной продукции (гравиметрический метод)» (свидетельство об аттестации МВИ № 2420/02 - 2001 от 15.01.2001 г., выдано «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

3 АТТЕСТОВАНА Федеральным Государственным унитарным предприятием "Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева" (аттестат аккредитации № RA.RU.310494 от 17 октября 2016 г.), адрес: 190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19.

Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 835/242-(RA.RU.310494)-2017 от 21.02.2017

Регистрационный код методики измерений в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений \_\_\_\_\_

## 1 Назначение и область применения

1.1 Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации смолистых веществ в пробах промышленных выбросов гравиметрическим методом.

1.2 Методика предназначена для применения при контроле выбросов в атмосферу при производстве алюминия и вспомогательных производств.

1.3 Смолистые вещества – возгоны пеков, которые входят в состав электролизной пыли выбросов производства алюминия, а так же входят в состав выбросов производства анодной массы и анодов.

Гигиенические нормативы: ПДК<sub>м.р.</sub> = 0,1 мг/м<sup>3</sup>, ПДК<sub>с.с.</sub> = 0,03 мг/м<sup>3</sup>.

1.4 Диапазон измерений массовой концентрации смолистых веществ и относительная расширенная неопределенность измерений приведены в таблице 1.

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

ГОСТ 3399-76 Трубки медицинские резиновые. Технические условия.

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

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

ГОСТ 30102-93 Волокна химические. Термины и определения.

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия.

ГОСТ 8984-75 Силикагель - индикатор. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

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

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. 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 17.2.3.02-78. 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 смолистых веществ и относительная расширенная неопределенность приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации смолистых веществ, $C$ , мг/м <sup>3</sup>	Относительная расширенная неопределенность измерений при коэффициенте охвата $k=2$ $U^0$ , %
От 5,0 до $2,0 \cdot 10^3$ включ.	25

Примечание:

1 Относительная расширенная неопределенность измерений при коэффициенте охвата  $k=2$ .<sup>1</sup> соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений ( $\pm\delta$ , %) при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

2 Массовая концентрация смолистых веществ приведена к нормальным условиям:  $T_0=273$  К,  $P_0=760$  мм рт.ст. и сухой газ.

3 Результат измерений ( $C$ , мг/м<sup>3</sup>) формируется на основе анализа одной отобранной пробы.

4.2 Метрологические характеристики методики соответствуют обязательным метрологическим требованиям, указанным в Приказе Министерства природных ресурсов и экологии РФ № 425 от 07.12.2012 г.

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

#### 5.1 Средства измерений

5.1.1 Весы лабораторные с встроенной гирей для калибровки весов, с пределами допускаемой погрешности (при эксплуатации) не более  $\pm 0,5$  мг по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Гири по ГОСТ 7328.

5.1.3 Вакуумметр пружинный типа ВП2-У (номер в госреестре 10135-05) по ГОСТ 2405, диапазон от -1 до 0 кгс/см<sup>2</sup>, класс точности 1,5.

5.1.4 Термометр контактный цифровой типа ТК-5.11 (номер в госреестре 17192-05), диапазон измерений от -40 °С до 100 °С, с пределами допускаемой погрешности  $\pm 0,5$  °С, диапазон измерений свыше 100 °С, пределы допускаемой погрешности  $\pm(0,5+P^2)$ .

5.1.5 Ротаметр типа ЭМИС-МЕТА 210Р (номер в госреестре 48744-11), диапазон от 2 до 20 дм<sup>3</sup>/мин, пределы допускаемой погрешности  $\pm 4$  %.

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

<sup>2</sup> P – единица наименьшего разряда.

5.1.6 Метеомер типа МЭС-200А (номер в госреестре 17976-98), диапазон измерений от 80 до 110 кПа, с пределами допускаемой погрешности  $\pm 0,3$  кПа при температуре от 0 до 60 °С и  $\pm 1,0$  кПа при температуре от -20 до 0 °С.

5.1.7 Секундомер механический не ниже 3 класса точности, цена деления секундной шкалы 0,2 с, пределы допускаемой погрешности  $\pm 4,8$  с.

5.1.8 Аспирационное устройство для отбора проб воздуха типа АЦ-2С (номер в госреестре 56617-14) или аналогичное с пределом допускаемой погрешности не более  $\pm 5$  %.

5.1.9 Манометр дифференциальный цифровой типа ДМЦ-01О (номер в госреестре 15594-12) диапазон измерений от 0 до 10000 Па, с пределами допускаемой погрешностью  $\pm 3$  Па при давлении от 0 до 500 Па и  $\pm(1+0,005P^3)$  Па при давлении от 500,1 до 10000 Па.

5.1.10 Тарированная пневмометрическая трубка по приложению А.

5.1.11 Пипетки мерные градуированные 2-1-2-2, 2-1-2-5 см<sup>3</sup>, пределы допускаемой погрешности  $\pm 0,02$ ,  $\pm 0,05$  см<sup>3</sup> соответственно по ГОСТ 29227.

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  $(150\pm 10)$  °С типа LOIP LF по ТУ 4389-005-44330709-2009.

5.2.3 Волокно фторин по ГОСТ 30102.

5.2.4 Стружка фторопластовая шириной 0,5 мм, толщиной 0,1 мм, изготовленная из фторопласта-4.

5.2.5 Латунная сетка, диаметр проволоки 0,4 мм, размер ячейки 1 мм по ГОСТ 6613.

5.2.6 Пробоотборная трубка по приложению Б.

5.2.7 Стаканчики для взвешивания СВ-14/8, СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

5.2.8 Патрон фильтровальный по приложению В.

5.2.9 Сорбционные трубки, изготовленные из полимерного материала или стекла, длиной 150 мм и диаметром 30 мм.

Примечание – Допускается использовать в качестве сорбционной трубки CO<sub>2</sub> фильтр Testo, кат. номер 0554.3612.

5.2.10 Ватные фильтры диаметром 55 мм, в качестве фильтров можно использовать ватные диски, например ватные диски «Я самая».

5.2.11 Ротационный испаритель, например ИКА RV 10, в комплекте с водяной баней и вакуумным насосом кат. номер 0008037700.

5.2.12 Установка для выпаривания проб в токе воздуха типа Supelco.

5.2.13 Колба испарительная объемом 100 см<sup>3</sup>.

5.2.14 Ванна ультразвуковая, например Bandelin Sonorex RK 100 Н, кат. номер 312, в комплекте с подвесной корзиной.ё

5.2.15 Стаканы В-1-50 ХС по ГОСТ 25336

5.2.16 Воронка лабораторная В-56-80 ХС, В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

5.2.17 Фильтры обеззоленные («синяя лента») диаметром не более 11 см.

5.2.18 Эксикатор по ГОСТ 25336.

## 5.3 Реактивы

5.3.1 Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

5.3.2 Силикагель по ГОСТ 8984.

<sup>3</sup> Р – единица наименьшего разряда.

5.3.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.3.4 Алюминия оксид для хроматографии по ТУ 6-09-3916-75.

5.3.5 Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

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, содержащего взвешенные и смолистые вещества (возгоны пека) с использованием фильтровального патрона с фильтрующим материалом из фторопластовой стружки и сорбционной трубкой, заполненной ватными фильтрами и оксидом алюминия, используемым для сорбции смолистых веществ, при этом определяются параметры объекта анализа и отобранной пробы и регистрируется объемный расход воздуха при отборе пробы;
- экстракция смолистых веществ этиловым спиртом в ультразвуковой ванне;
- упаривание экстракта с помощью роторного испарителя до небольшого объема, перевод упаренного экстракта в чистый стаканчик с установленной массой для упаривания экстракта до суха;
- доведение стаканчика со смолистыми веществами до постоянного веса, с помощью эксикатора, заполненного силикагелем;
- вычисление массы смолистых веществ в отобранной пробе;
- вычисление отобранного объема газовой пробы и приведение его к нормальным условиям;
- вычисление массовой концентрации смолистых веществ в анализируемом объекте, как отношение массы смолистых веществ в пробе, к объему пробы, приведенному к нормальным условиям (результат измерений).

## 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.

## 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 смолистых веществ 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 газовой смеси в газоходе

9.2.1 Температура газопылевой смеси не выше 200 °С.

9.2.2 Присутствие капельной влаги недопустимо.

9.2.3 Линейная скорость газопылевого потока от 4 до 25 м/с.

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

Примечание- При наличие в газоходе капельной влаги отбор проб газа проводят по приложению Г.

9.3 Условия и параметры отбора проб

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

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

9.3.3 Внутренний диаметр (d, мм) носика пробоотборной трубки от 4 до 6 мм.

9.3.4 Разряжение (давление) газа у аспиратора от 10 кПа до 30 кПа.

9.3.5 Объёмный расход от 3 до 20 дм<sup>3</sup>/мин.

## 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 (110±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 Подготовка эксикатора

Эксикатор на одну треть его конической части заполняют силикагелем. Безводный силикагель окрашен в синий цвет, а при поглощении влаги приобретает розовую окраску. Насыщенный силикагель регенерируют нагреванием при температуре не выше 200 °С.

### 10.4 Подготовка фторопластовой стружки

10.4.1 Фторопластовую стружку помещают в стакан объемом 1000 см<sup>3</sup> в объеме равном половине объема стакана и промывают 10 % растворе углекислого натрия, для этого содержимое стакана заливают раствором углекислого натрия, стакан ставят на плитку и нагревают в течении часа не доводя до кипения, периодически перемешивая. Затем содержимое стакана промывают 5 раз водопроводной водой и заливают хромовой смесью на час. После стружку промывают водопроводной водой 5 раз и споласкивают дистиллированной водой, высушивают в сушильном шкафу при температуре (110±5) °С.

10.4.2 После использования фильтровальной стружки её снова промывают и сушат по п. 10.4.1.

## 10.5 Подготовка фильтровального патрона

При отборе проб сухих газов, содержащих взвешенные и смолистые вещества, методом внутренней фильтрации (при температуре до 80 °С), возможно использование фильтровального патрона, изготовленного из полиэтилена, а при температуре газа св. 80 °С до 200 °С используются фильтровальные патроны, изготовленные из фторопласта.

Фильтровальный патрон набивают фторопластовой стружкой таким образом, чтобы при пропускании воздуха с объёмным расходом от 12,0 до 16 дм<sup>3</sup>/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 Подготовка фильтродержателей с фильтром

10.6.1 Берут упаковочный лист с фильтрами АФА-ВП, надрезают ножницами верхнюю плёнку на ячейках с фильтрующими элементами и защитными кольцами.

10.6.2 Вынимают из ячейки необходимое количество фильтрующих элементов.

10.6.3 Отделяют с помощью пинцета фильтрующий элемент от бумажной прокладки, вынимают из ячейки упаковочного листа один комплект защитных колец, раскрывают и вкладывают внутрь фильтрующий элемент так, чтобы его края не выступали за пределы колец. Кольца закрывают. На кольца пишут номер фильтра.

10.6.4 Собирают таким же образом остальные аналитические фильтры, повторяя при этом операции по 10.6.2, 10.6.3.

10.6.5 Подготовленные фильтры помещают в закрытый фильтродержатель, который тщательно герметизируют. На фильтродержателе стрелкой помечают направление потока газа.

10.6.6 Подготовленные фильтродержатели помещают в ящик для транспортировки к месту отбора.

## 10.7 Подготовка оксида алюминия

Оксид алюминия, используемый для сорбции смолистых веществ из газовой фазы, прокаливают в кварцевой или фарфоровой чашке в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 4 часов. Помещают в эксикатор с силикагелем и охлаждают до комнатной температуры. Оксид алюминия переносят в стаканчик для взвешивания СВ-24/10, предварительно взвешенный, закрывают крышкой и взвешивают. Добавляют дистиллированную воду в количестве 3 % от массы оксида алюминия, тщательно перемешивают, встряхивая, и выдерживают в течение суток.

## 10.8 Подготовка сорбционных трубок

Перед использованием трубки споласкивают этиловым спиртом, высушивают. Ватные диски разделяют на два. Трубку заполняют поочередно: сначала ватный диск, затем навеску оксида алюминия массой примерно 0,5 г, ватный диск, навеску оксида алюминия массой примерно 0,5 г, ватный диск. Трубку заглушают с двух сторон.

## 10.9 Подготовка стаканчиков для взвешивания

Стаканчики для взвешивания, предварительно подготовленные по 10.1, выдерживают в эксикаторе до постоянного веса. Результатом взвешивания является последний результат, при условии, если разность взвешиваний не превышает 0,2 мг.

### 10.10 Подготовка места отбора

Выбирают прямолинейный (при отборе проб влажных газов - лучше вертикальный) участок газохода, удалённый от вентилятора и регулирующих устройств. Длина участка должна быть не менее восьми диаметров, из них до сечения, где проводятся замеры, не менее пяти диаметров и после него не менее трех диаметров. При отсутствии прямолинейных участков необходимой длины допускается расположение мерного сечения в месте, делящем выбранный для измерения участок в отношении 3:1 в направлении движения воздуха. 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 прутки 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 (в случае использования аспиратора или вакуумного насоса), электроосвещение. При наличии постоянного места отбора проб оно должно быть оборудовано будкой или навесом. При отборе проб в зимнее время будка должна быть обогреваемой.

При определении массовой концентрации смолистых веществ в газе после газоочистных установок и равномерном распределении скоростей газа по измерительному сечению (неравномерность скоростей не превышает 15 %), а также при отборе проб неочищенных газов, не содержащих крупной пыли (с диаметром частиц более 10 мкм) отбор проб производят в центре измерительного сечения. В остальных случаях отбор проб производят в центрах равновеликих колец по двум взаимно перпендикулярным диаметрам (в газоходах круглого сечения) или в центрах равновеликих участков (в газоходах прямоугольного сечения). Для этого площадь поперечного сечения круглых газоходов условно делят на равновеликие участки (кольца). Точки измерения находятся на двух взаимно перпендикулярных диаметрах, пересекающихся в центре измерительного сечения. Схема распределения точек замеров приведена в приложении Д.

Количество участков и точек измерения в зависимости от диаметра газохода приведено в таблице 2.

Таблица 2 – Количество участков и точек измерения

Диаметр газохода D, м	Количество равновеликих участков	Количество точек измерения по одному диа- метру
до 0,5	1	1
от 0,5 до 1 включ.	2	3
>1	3	5

Расстояние точки измерения от наружного края штуцера в мм определяют по формуле:

$$L = K \cdot D + h + \delta, \quad (1)$$

где K – коэффициент, определяемый по таблице 3;

D – внутренний диаметр газохода, мм;

h – высота штуцера, мм;

$\delta$  – толщина стенки газохода, мм.

Таблица 3 - Значения коэффициента К

Количество равновеликих участков		
1	2	3
0,5	0,147	0,067
	0,50	0,25
	0,854	0,50
		0,75
		0,933

Соответствующим образом размечают пробоотборную трубку.

Для прямоугольного сечения площадь поперечного сечения разбивают на ряд равновеликих участков. Точки измерений находятся на пересечении диагоналей равновеликих участков. Схема распределения точек замеров приведена в приложении Е.

Количество участков и точек измерений в зависимости от размеров газохода приводится в таблице 4.

Таблица 4 - Количество участков и точек измерения

Геометрический размер (А или В), м	Количество равновеликих участков
<0,5	1
от 0,5 до 1 включ.	2
>1	3

## 11 Отбор пробы

### 11.1 Расчет объемного расхода газа

Перед отбором пробы определяют динамический напор газа в заданной точке газохода, температуру и давление (разряжение) газа по ГОСТ 17.2.4.06-90 и ГОСТ 17.2.4.07-90.

Проводят предварительный расчёт объёмного расхода газа ( $Q_r$ , дм<sup>3</sup>/мин) при отборе пробы по формуле:

$$Q_r = \frac{3,14 \cdot d^2 \cdot 10^{-4} \cdot w_r \cdot 10 \cdot 60}{4} = 4,71 \cdot 10^{-2} \cdot d^2 \cdot w_r, \quad (2)$$

где  $d$  - диаметр носика пробоотборной трубки (от 4 до 6 мм);

$w_r$  - линейная скорость газа в газоходе, м/с.

После прохождения газопылевой смеси через всю пробоотборную систему ее объем изменяется за счёт изменения температуры и сопротивления у ротаметра. Объемный расход газа, проходящий через ротаметр, и выставляемый на ротаметре, рассчитывают по формуле:

$$Q_p = \frac{Q_r \cdot (273 + t_p) \cdot (P \pm \Delta P_r)}{(273 + t_r) \cdot (P - \Delta P_p)}, \quad (3)$$

где  $Q_p$  - объёмный расход газа, выставляемый на ротаметре, дм<sup>3</sup>/мин;

$t_p$  - температура газа у ротаметра, °С;

$t_r$  - температура газа в газоходе, °С;

$P$  - атмосферное давление, кПа;

$\Delta P_r$  - избыточное давление (+), разрежение (-) в газоходе, кПа;

$\Delta P_p$  - разрежение у ротаметра, кПа.

Объёмный расход должен быть не выше 20 дм<sup>3</sup>/мин (при использовании аспиратора не выше 15 дм<sup>3</sup>/мин).

При отборе проб по сечению газохода измеряют динамический напор в каждой точке измерения и вычисляют соответствующие значения объёмного расхода  $Q_p$ .

При отборе пробы в центре газохода измеряют динамический напор в центре газохода и вычисляют соответствующее значение объёмного расхода  $Q_p$ .

## 11.2 Отбор проб внутренней фильтрацией

Собирают схему пробоотбора в соответствии с приложением Ж.

Фильтровальный патрон соединяют с пробоотборной трубкой, подсоединяют сорбционную трубку, сосуд с силикагелем. Далее подсоединяют к отдельному ротаметру.

Собранную схему отбора проверяют на герметичность.

Для этого до ввода пробоотборной трубки в газоход устанавливают расход газа около 5 дм<sup>3</sup>/мин по ротаметру и закрывают носик фильтровального патрона. При соблюдении герметичности поплавков по шкале ротаметра должен опуститься до нуля. Если этого не происходит, ищут причину не герметичности и устраняют ее.

При открытом кране перед вакууметром с помощью второго крана на ротаметре выставляют расчетное значение  $Q_p$ .

В связи с тем, что сопротивление фильтровального патрона по мере забивания его пылью растёт, краном, установленным перед вакууметром, в начале отбора создают дополнительное сопротивление 20 кПа, уменьшением которого в процессе отбора компенсируют рост сопротивления системы. Регулируя положения кранов, поддерживают постоянными объёмный расход  $Q_p$  и показания вакуумметра.

Для массовой концентрации смолистых веществ от 5 до 20 мг/м<sup>3</sup>, продолжительность отбора пробы 60 минут, для массовой концентрации смолистых веществ св. 20 мг/м<sup>3</sup>, продолжительность отбора пробы 20 минут.

Во время отбора фиксируют атмосферное давление, температуру газа в газоходе, температуру газа около ротаметра и разрежение (давление) в системе. Также фиксируют номер фильтровального патрона и номер сорбционной трубки.

При отборе пробы в центре газохода вводят пробоотборную трубку в центр газохода таким образом, чтобы наконечник трубки был расположен по ходу газового потока. Выдерживают в течение 10 минут, после чего поворачивают трубку таким образом, чтобы наконечник был направлен навстречу газовому потоку (допустимое отклонение от соосности 5°).

При необходимости отбора проб по сечению газохода (отсутствие прямого участка, большом сечении газохода) определяют время отбора в каждой точке, деля общее время отбора пробы на количество точек измерения по данному диаметру. Количество точек определяется по 10.9. Затем вводят пробоотборную трубку с фильтровальным патроном в газоход, устанавливают носик патрона в первую точку измерения. Выдерживают трубку в газоходе при направлении носика по ходу газа от 10 до 15 минут. Затем поворачивают носик навстречу потоку газа (допустимое отклонение от соосности 5°), включают побудитель расхода и устанавливают по ротаметру заданную величину расхода газа и разрежение. По истечении времени пробоотборную трубку быстро передвигают в следующую точку и корректируют объёмный расход и показания вакуумметра, проходят таким образом все точки в измеряемом направлении. Аналогично проводят отбор проб по второму диаметру (направлению).

После окончания отбора пробы отключают побудитель расхода, вынимают пробоотборную трубку и патрон, отсоединяют патрон и сорбционную трубку. Патроны, закрытые с обеих сторон ватными тампонами, протирают спиртом и складывают в пакет. Сорбционные трубки также закрывают с двух сторон и упаковывают в пакет. Пакеты с пробами маркируют и передают в лабораторию на анализ. Срок хранения проб тридцать дней (в тёмном прохладном месте).

Примечание - Отбор проб с использованием метода внутренней фильтрации рекомендуется использовать при температуре газопылевого потока в газоходе выше 80 °С, а так же при ожидаемой массовой концентрации пыли выше  $1,0 \cdot 10^3$  мг/м<sup>3</sup>. Продолжительность отбора пробы допускается увеличить до 60 мин., если за 20-ти минутный интервал времени (при соблюдении условия изокINETИЧНОГО отбора пробы) невозможно накопить достаточное для взвешивания количество определяемого компонента. В актах отбора проб указывают время отбора пробы.

### 11.3 Отбор проб внешней фильтрацией

При использовании метода внешней фильтрации собирают схему пробоотбора в соответствии с приложением К (при использовании аспиратора) или Л. Пробоотборную трубку соединяют с фильтродержателем, в который помещён фильтр АФА-ВП. Далее подсоединяют сорбционную трубку и отдельный ротаметр или аспиратор. Проверяют герметичность собранной схемы. Для этого до ввода пробоотборной трубки в газоход устанавливают расход газа ~ 5 дм<sup>3</sup>/мин по ротаметру и закрывают наконечник трубки. При соблюдении герметичности поплавков ротаметра должен опуститься до нуля. Если этого не происходит, ищут причину негерметичности и устраняют ее.

При открытом кране перед вакууметром с помощью второго крана (регулятора расхода на аспираторе) на ротаметре выставляют расчетное значение  $Q_p$ .

Краном, установленным перед вакууметром, в начале отбора создают дополнительное сопротивление 10 кПа уменьшением которого в процессе отбора компенсируют рост сопротивления системы. Регулируя положения кранов, поддерживают постоянными объемный расход  $Q_p$  и показания вакуумметра.

При использовании аспиратора типа АЦ-2С задают значения объемного расхода  $Q_p$  и требуемый общий объем пробы. Время отбора пробы будет отображаться на дисплее.

При использовании аспираторов другого типа устанавливают расчетное значение объемного расхода газа  $Q_p$  и фиксируют продолжительность отбора пробы.

Продолжительность отбора пробы 20 минут. Во время отбора фиксируют атмосферное давление, температуру газа в газоходе, температуру газа около ротаметра и разрежение (давление) в системе. Также фиксируют номер фильтра и номер сорбционной трубки.

После окончания отбора пробы отключают побудитель расхода, вынимают пробоотборную трубку. Приведя трубку в вертикальное положение, лёгким постукиванием по трубке отряхивают осевшую в трубке пыль на фильтр. Отсоединяют фильтродержатель и сорбционную трубку, заглушают их с двух сторон, помещают в ящик для транспортировки. Фильтродержатель должен находиться в вертикальном положении запыленной стороной вверх.

Примечание - Отбор проб с использованием метода внешней фильтрации рекомендуется использовать при температуре газопылевого потока в газоходе до 80 °С, а так же при ожидаемой массовой концентрации пыли до  $1,0 \cdot 10^3$  мг/м<sup>3</sup>. Продолжительность отбора пробы допускается увеличить до 60 мин., если за 20-ти минутный интервал времени (при соблюдении условия изокINETИЧНОГО отбора пробы) невозможно накопить достаточное для взвешивания количество определяемого компонента. В актах отбора проб указывают время отбора пробы.

## 12 Порядок выполнения измерений

12.1 Приготовление фильтровальных патронов, по 10.5.

12.2 Приготовление сорбционных трубок по 10.8.

12.3 Приготовление стаканчиков для взвешивания по 10.9.

12.4 Отбор проб по пункту 11.

12.5 В лаборатории фторопластовую стружку и фторин извлекают из фильтровального патрона и помещают в стакан объемом 50 см<sup>3</sup>. При отборе методом внешней фильтрации фильтр извлекают из фильтродержателя и помещают в стакан объемом 50 см<sup>3</sup>. Содержимое сорбционной трубки извлекают и помещают в тот же стакан. Пробоотборную трубку трижды промывают этиловым спиртом порциями от 5 до 7 см<sup>3</sup> каждая, собирая смыв в тот же стакан.

12.6 Содержимое стакана заливают этиловым спиртом в объёме, необходимом для того, чтобы содержимое стакана было полностью покрыто растворителем. Извлечение смолистых веществ проводят в ультразвуковой бане трижды в течение 15 минут, каждый раз заливая фильтры новой порцией этилового спирта. Экстракты сливают в одну коническую колбу, фильтруя через обеззоленный фильтр «синяя лента». В случае, если третья порция экстракта имеет ярко выраженный желтый цвет, то количество экстракций увеличивают до исчезновения желтого окраса экстракта.

12.7 Полученный раствор количественно переводят в испарительную колбу. Раствор упаривают на ротационном испарителе под вакуумом при температуре не выше 40 °С до объёма от 2 до 3 см<sup>3</sup>. Смолистые вещества количественно переносят в стаканчик для взвешивания, подготовленный по 10.9, промывая стенки колбы этиловым спиртом и продолжают упаривание в стаканчике для взвешивания при комнатной температуре. Для ускорения процесса возможно использовать установку для упаривания проб в токе воздуха.

12.8 Открытый бюкс с сухим остатком переносят в эксикатор, заполненный силикагелем, и выдерживают его там до постоянного веса. Взвешивание бюкса проводят с закрытой крышкой. Процедуру взвешивания повторяют до тех пор, пока разница между взвешиваниями не перестанет превышать 0,5 мг. За результат измерения массы бюкса со смолистыми веществами принимают наименьший из двух последних результатов. Масса привеса не должна быть меньше 10 мг.

12.9 Одновременно анализируют холостую пробу. Для этого берут три комплекта содержимого сорбционной трубки, помещают в стакан объём 100 см<sup>3</sup>, заливают этиловым спиртом и проводят процедуры по п. 12.6, 12.7, 12.8.

### 13 Вычисление и обработка результатов измерений

13.1 Массовую концентрацию смолистых веществ в пробе промышленных выбросах в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m}{K_u \cdot V_0}, \quad (4)$$

где  $m$  - масса смолистых веществ в отобранной пробе газа, вычисленная по формуле (5), мг;

$V_0$  - объём отобранной пробы газа, приведенный к нормальным условиям, вычисленный по формуле (7), м<sup>3</sup>;

$K_u$  - степень извлечения смолистых веществ, уловленных при отборе пробы;

$K_u = 0,90$  - значение установлено при разработке методики.

13.2 Массу смолистых веществ в отобранной пробе в мг вычисляют по формуле:

$$m = m_{см} - m_0 - m_{х.п.}, \quad (5)$$

где  $m_{см}$  - масса бюкса со смолистыми веществами, мг;

$m_0$  - масса пустого бюкса, мг;

$m_{х.п.}$  - масса смолистых в холостой пробе, мг.

13.3 Массу смолистых веществ в холостой пробе вычисляют по формуле:

$$m_{х.п.} = \frac{m_{3х.п.} - m_{0х.п.}}{3}, \quad (6)$$

где  $m_{3х.п.}$  - масса бюкса со смолистыми веществами, мг;

$m_{0х.п.}$  - масса пустого бюкса, мг.

13.4 Объём отобранной пробы газа ( $V_0$ , м<sup>3</sup>), приведённый к нормальным условиям ( $T_0=273$  К,  $P_0=760$  мм рт.ст., сухой газ), рассчитывают по формуле:

$$V_0 = Q_p \cdot \tau \cdot \frac{T_0 \cdot (P \pm \Delta P_p)}{P_0 \cdot (273 + t_p) \cdot 1000}, \quad (7)$$

где  $Q_p$  – объёмный расход воздуха, выставленный на ротаметре, при отборе пробы,  $\text{дм}^3/\text{мин}$ ;

$\tau$  – продолжительность отбора, мин;

$t_p$  – температура газа у ротаметра,  $^{\circ}\text{C}$ ;

$P$  – атмосферное давление, кПа;

$\Delta P_p$  – разрежение у ротаметра, кПа;

1000 – коэффициент пересчета  $\text{дм}^3$  в  $\text{м}^3$

#### 14 Оформление результатов измерений

14.1 Полученное значение массовой концентрации смолистых веществ 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 смолистых веществ в пробе анализируемого объекта в полном формате записывают как:

$$(C \pm 0,01 \times U^0 \times C) \text{ мг/м}^3 \text{ при } P=0,95 \text{ или } C \text{ мг/м}^3, U^0 \% \text{ при } k = 2, \quad (8)$$

где  $C$  – массовая концентрация смолистых веществ, вычисленная по формуле (4),  $\text{мг/м}^3$  при н.у.;

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

*Примеры записи:*

$(4,5 \pm 1,1); (10,3 \pm 2,6); (2,0 \pm 0,5) \cdot 10^3 \text{ мг/м}^3$

*допускается запись, например:*

$2,0 \cdot 10^3 \text{ мг/м}^3, U^0 = 25 \% \text{ (при } k=2)$

*или*

$2,0 \cdot 10^3 \text{ мг/м}^3, \delta = \pm 25 \% \text{ (при } P = 0,95)$

#### 15 Контроль качества результатов измерений

##### 15.1 Контроль степени извлечения смолистых веществ

Обязательный контроль степени извлечения смолистых веществ из сорбционных трубок выполняют при освоении методики, а также может выполняться по решению руководства лаборатории.

Для контроля используют две чистые сорбционные трубки, подготовленные по 10.8 методики, и раствор, приготовленный в соответствии с приложением М.

В каждую сорбционную трубку вносят по  $5,0 \text{ см}^3$  раствора, приготовленного по приложению М. Устанавливают заданное значение массы смолистых веществ, содержащихся в  $5 \text{ см}^3$  раствора следующим образом:

- в три бюкса, с установленной массой, приливают по  $5,0 \text{ см}^3$  приготовленного раствора;

- раствор упаривают на ротационном испарителе под вакуумом при температуре не выше  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  до объёма, примерно  $2 \text{ см}^3$ , затем используют установку для упаривания проб в токе воздуха, затем бюксы с сухим остатком переносят в эксикатор, заполненный силикагелем, и выдерживают его там до постоянного веса.

Массу смолистых веществ в каждом бюксе вычисляют как разность результатов взвешивания бюкса со смолистыми веществами и пустого бюкса. Значение массы смолистых веществ в  $5 \text{ см}^3$  раствора вычисляется как среднее арифметическое значение при выполнении условия (9).

$$\frac{m^{\max} - m^{\min}}{m_s} \cdot 100 \leq 3, \quad (9)$$

где  $m^{\max}$ ,  $m^{\min}$  - масса смолистых веществ в  $5 \text{ см}^3$  раствора, максимальное и минимальное значение, мг;

$m_s$  - масса смолистых веществ в  $5 \text{ см}^3$  раствора, среднее арифметическое значение (заданное значение), мг;

3 – норматив (при  $P = 0,95$ ,  $n = 3$ ), %.

При невыполнении условия (9) процедуру повторяют. При выполнении условия (9) значение массы записывают с указанием одного знака после запятой, в мг.

Раствор с установленной массой смолистых веществ, вносят в каждую сорбционную трубку порциями по  $2,0$  и  $3,0 \text{ см}^3$ . После внесения каждой порции сорбционную трубку оставляют открытой и высушивают на воздухе в течении 2 часов.

Содержимое каждой трубки помещают в стакан объёмом  $100 \text{ см}^3$ , проводят экстракцию смолистых веществ этиловым спиртом, в соответствии с 12.6. Далее по п. 12.7, 12.8.

Вычисляют значение степени извлечения ( $K_{u_1}$ ,  $K_{u_2}$ ) смолистых веществ из первой (второй) сорбционной трубки по формулам (10)

$$K_{u_{1(2)}} = \frac{m_u}{m_s} \quad (10)$$

где  $m_u$  - масса смолистых веществ, внесенная в каждую сорбционную трубку, найденная при контроле, мг;

$m_s$  - масса смолистых веществ, внесенная в каждую сорбционную трубку (заданное значение), мг.

Степень извлечения смолистых веществ ( $K_u$ ) является среднее арифметическое значение, при выполнении условия (11).

$$\frac{|K_{u_1} - K_{u_2}|}{K_u} \cdot 100 \leq 12, \quad (11)$$

где 12 – норматив (при  $P = 0,95$ ,  $n = 2$ ), %.

Результаты контроля признают удовлетворительными, если установленное значение степени извлечения находится в диапазоне от  $0,80$  до  $1,00$ . Если это условие выполняется, то при расчетах массовой концентрации смолистых веществ  $K_u = 0,9$ .

При невыполнении условия, выясняют причины невыполнения условия, устраняют их и процедуру контроля повторяют.

## 15.2 Контроль сходимости результатов измерений

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

Образцами для контроля являются две пробы газа, отбираемые одновременно в одной точке (зоне) с использованием двух наборов оборудования и анализируемые с точной прописью методики. Получают два результата измерения ( $C_1$  и  $C_2$ ), которые могут отличаться друг от друга на величину, не большую величины допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$\frac{|C_1 - C_2| \cdot 2}{C_1 + C_2} \cdot 100 \leq K_{\alpha}, \quad (12)$$

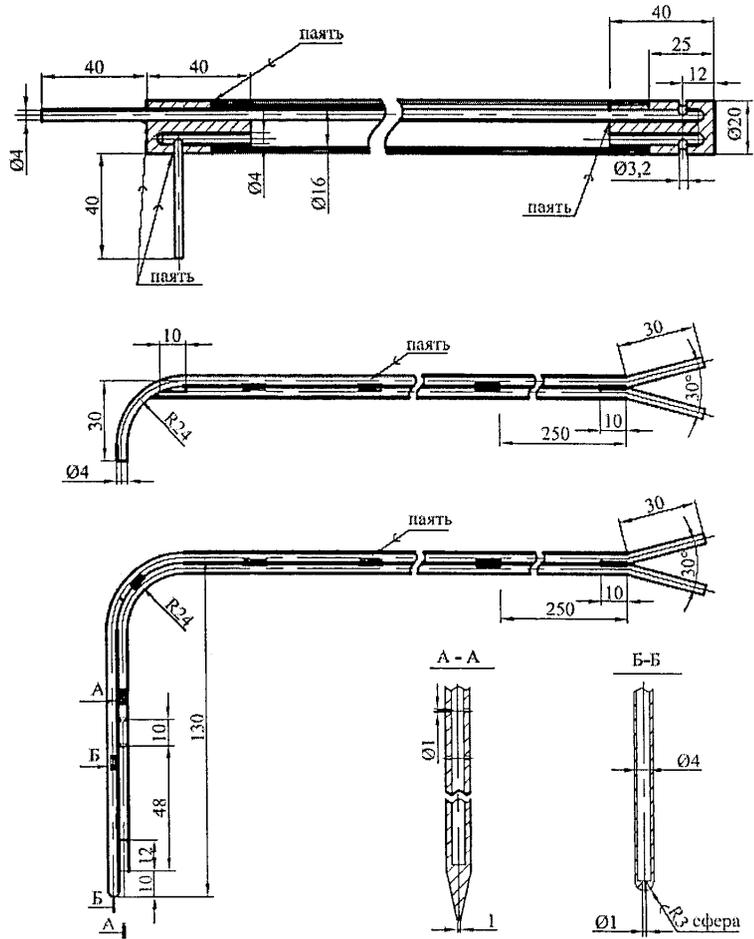
где  $C_1$  и  $C_2$  – массовая концентрация смолистых веществ в пробе анализируемого объекта, результаты измерений одновременно отобранных проб газа, мг/м<sup>3</sup>;

$K_{\alpha}$  – норматив контроля, %.

$K_{\alpha} = 25$  %.

## Приложение А «справочное»

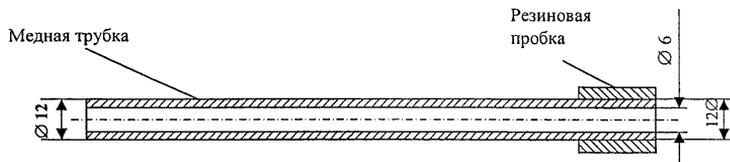
### Схема пневмометрической трубки



Температура среды	Материал трубки	Пайка (припой)
до 100 С	латунь	ПОС
свыше 100 С	латунь	серебряный

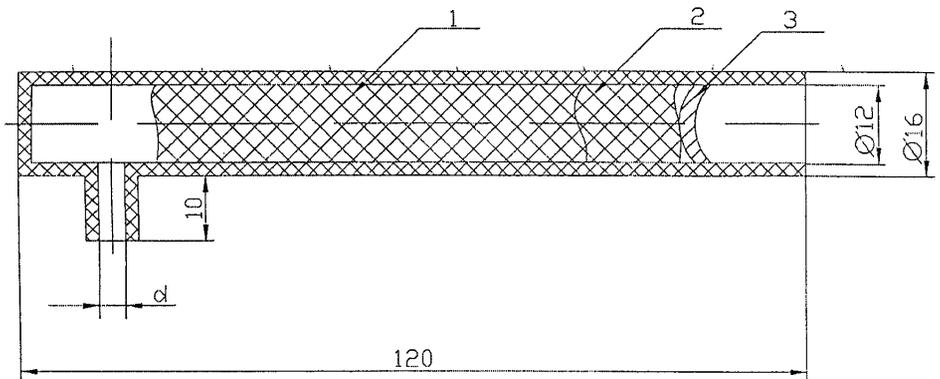
Приложение Б  
«справочное»

Эскиз пробоотборной трубки



Приложение В  
«справочное»

Эскиз фильтровального патрона



- 1 - фторопластовая стружка;
- 2 - фториновое волокно;
- 3 - лотунная сетка;
- $d$  - внутренний диаметр носика от 4 до 6 мм.

**Приложение Г**  
**Методика выполнения измерений массовой**  
**концентрации смолистых веществ в промышленных**  
**выбросах после аппаратов мокрой очистки при**  
**наличии в газах капельной влаги**

Метод основан на изокINETическом отводе из газохода представительной части газового потока (не менее 500 м<sup>3</sup>/час), сепарации из неё капельной влаги с помощью циклона-каплесепаратора и определении в ней массовой концентрации смолистых веществ соответствии с методикой выполнения измерений массовой концентрации смолистых веществ в промышленных выбросах организованного отсоса.

С этой целью точка отбора проб оборудуется установкой включающей трубу-зонд для изокINETического отвода части газа из газохода, циклон-каплесепаратор, вентилятор, выбросную трубу со штуцером для отбора проб газа. Схема установки приведена ниже.

Труба-зонд обращена открытым отверстием навстречу потоку газа в основном газоходе. Диаметр трубы-зонда ( $d_3$ ) определяют исходя из условий изокINETичности (равенства скоростей газа в основном газоходе и в трубе-зонде) и производительности вентилятора:

$$d_3 = \sqrt{\frac{Q}{3600 \cdot W_3 \cdot 0.785}}$$

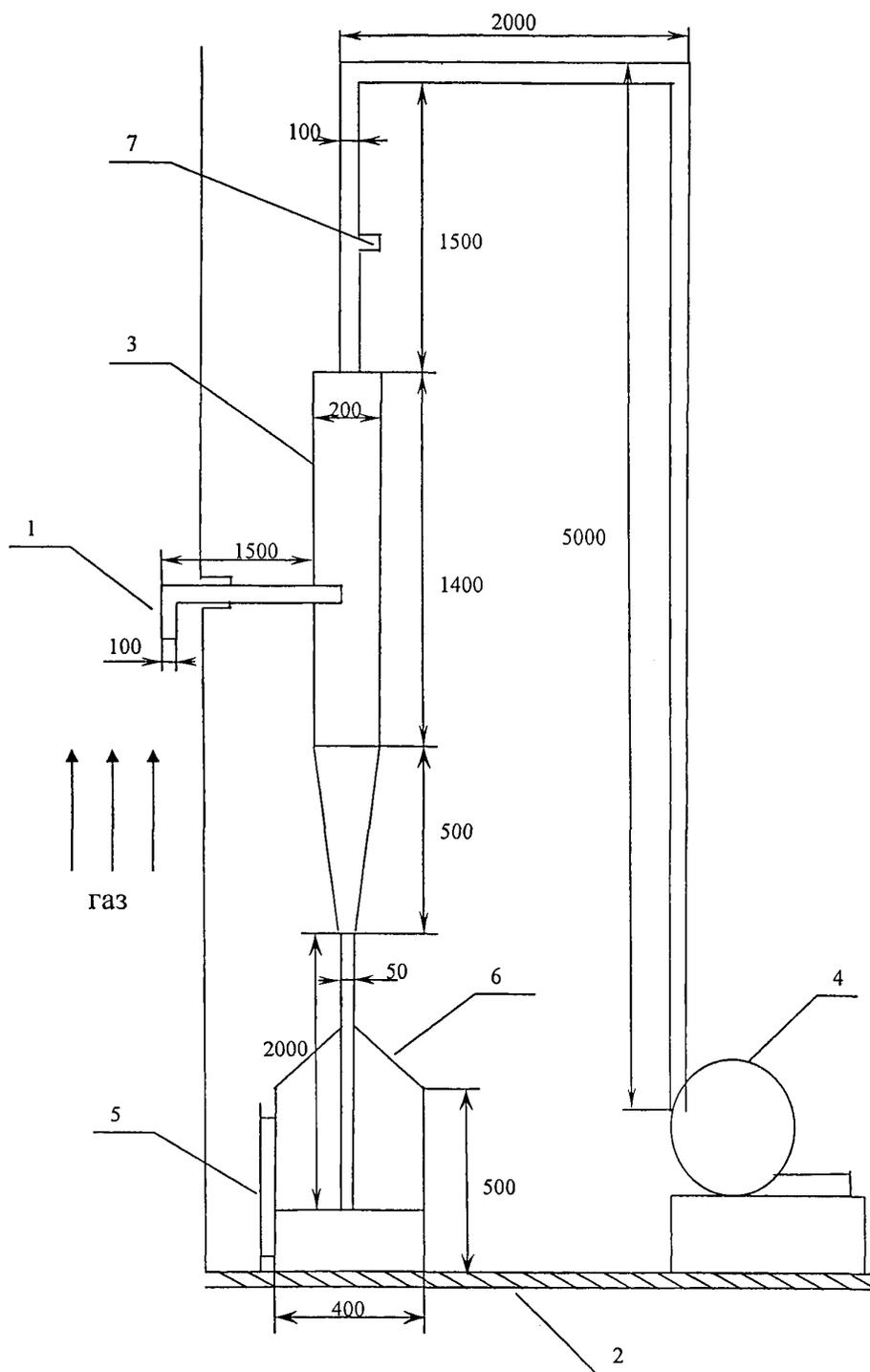
где Q – производительность вентилятора, м<sup>3</sup>/час;

$W_3$  – скорость газа в трубе-зонде.

Q больше или равно 500 м<sup>3</sup>/час.

Штуцер для отбора проб располагается на прямом вертикальном участке выбросной трубы при соблюдении условий: длина прямого участка до штуцера – не менее пяти диаметров, после – не менее трёх диаметров.

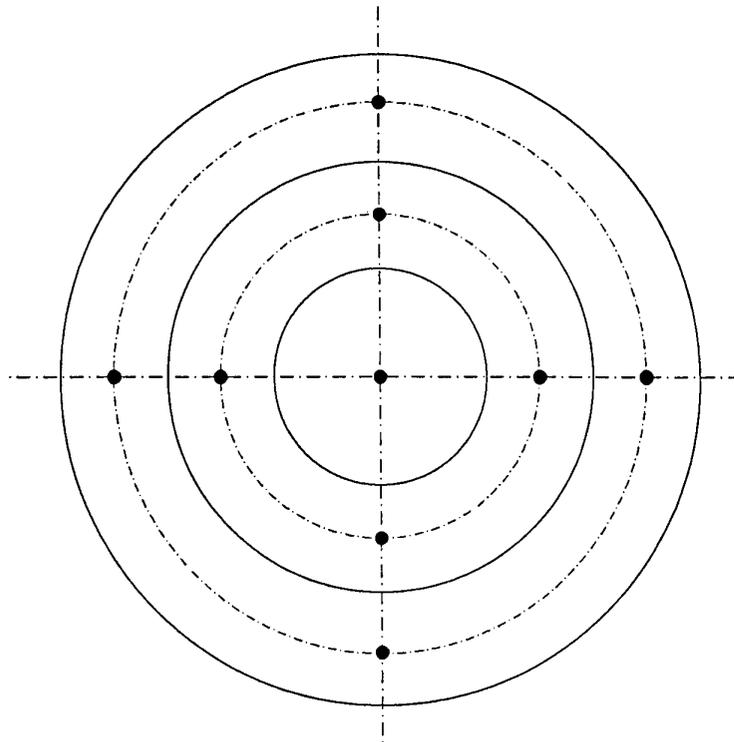
Отбор проб и проведение измерений осуществляются в соответствии с методикой выполнения измерений массовой концентрации смолистых веществ в промышленных выбросах организованного отсоса (МИ ПрВ-2016/6).



1-труба изокINETического отвода части газа; 2 – площадка (выполнена из нержавеющей стали толщиной 3 мм); 3 – циклон для сепарации капельной жидкости; 4 – вентилятор производительностью 600 м<sup>3</sup>/ч; 5 – уровнемер; 6 – сборник; 7 – штуцер для отбора проб.

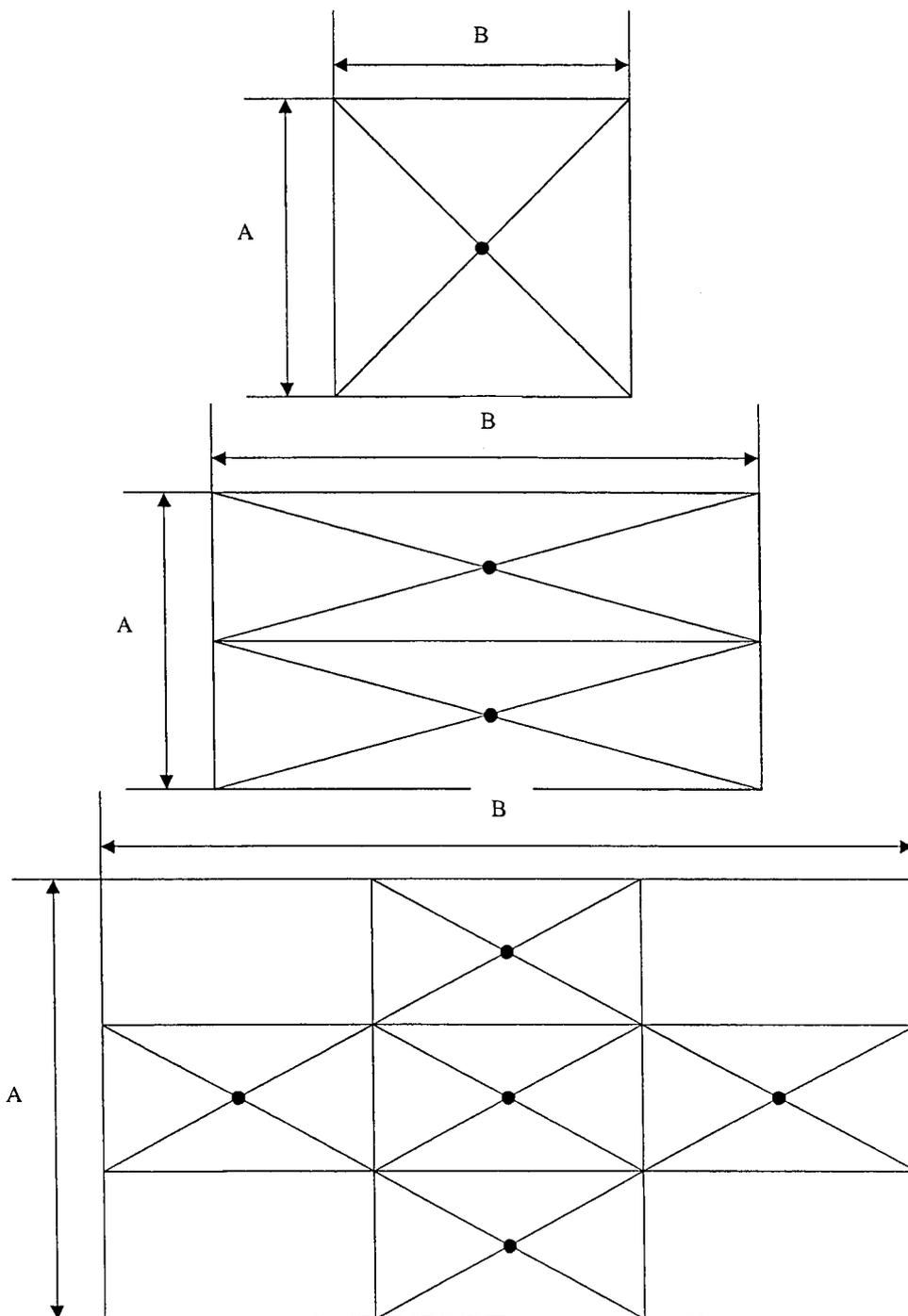
Приложение Д  
«рекомендуемое»

Схема распределения точек замеров в круглом газоходе



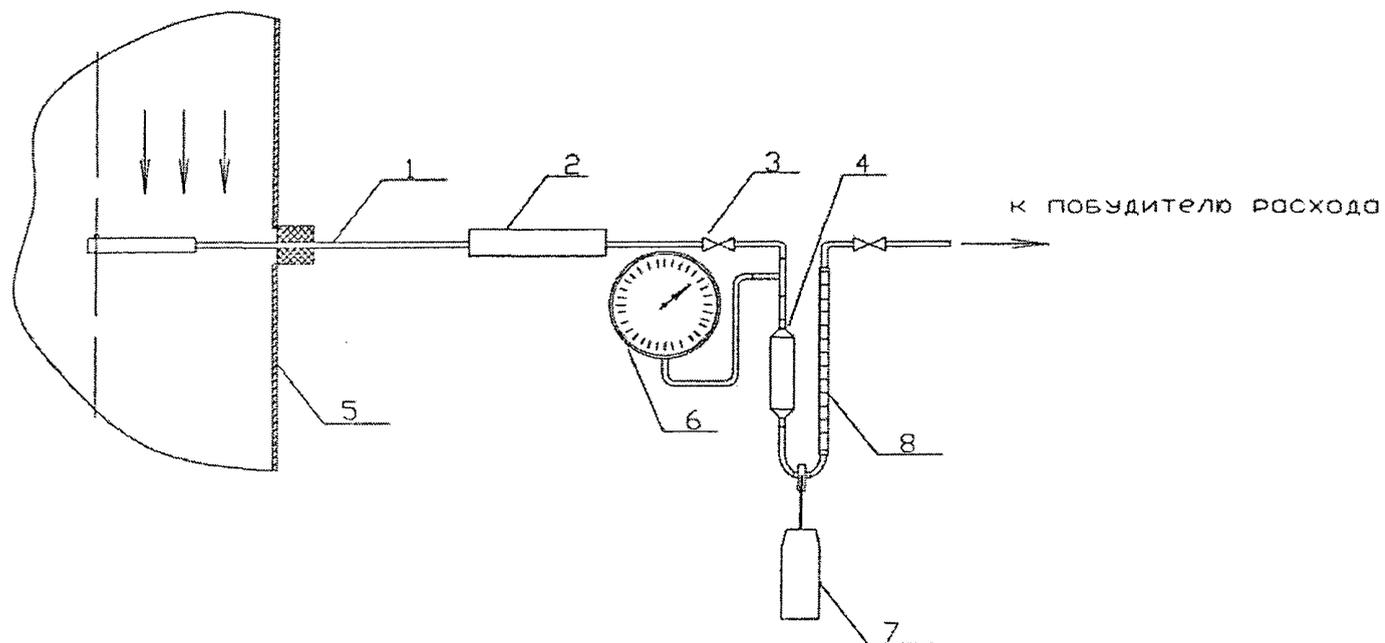
Приложение Е  
«рекомендуемое»

Схема распределения точек замеров в прямоугольном газохозе



Приложение Ж  
«справочное»

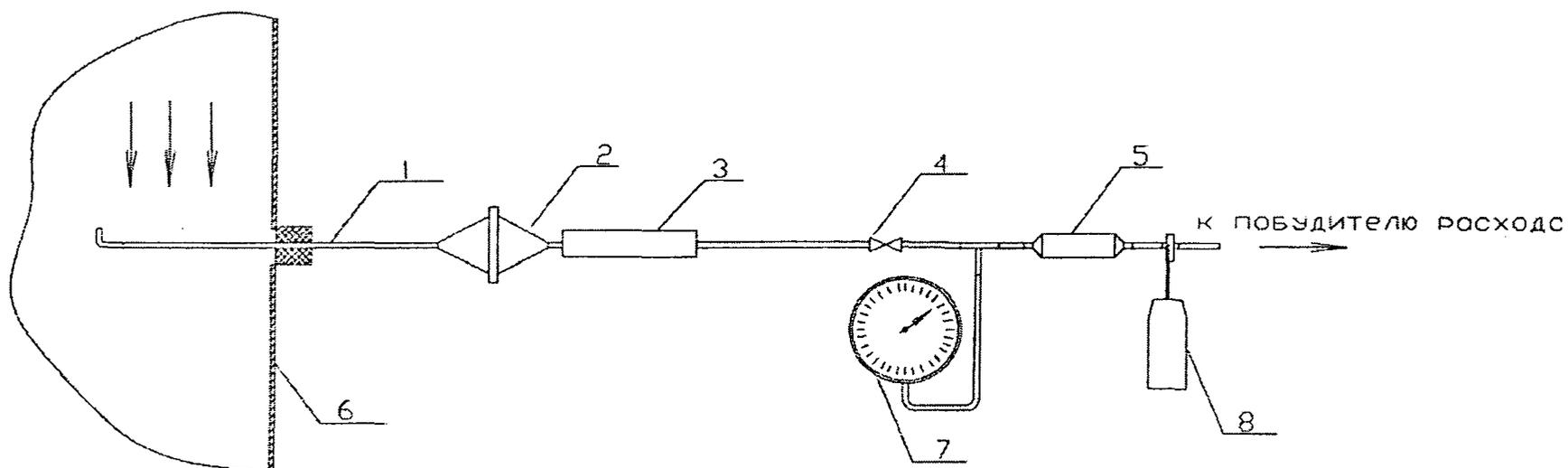
Схема отбора проб внутренней фильтрацией



- 1 - газозаборная трубка с фильтровальным патроном;
- 2 - сорбционная трубка;
- 3 - кран;
- 4 - сосуд с силикагелем;
- 5 - газозвод;
- 6 - вакуумметр;
- 7 - термометр;
- 8 - ротаметр.

Приложение К  
«справочное»

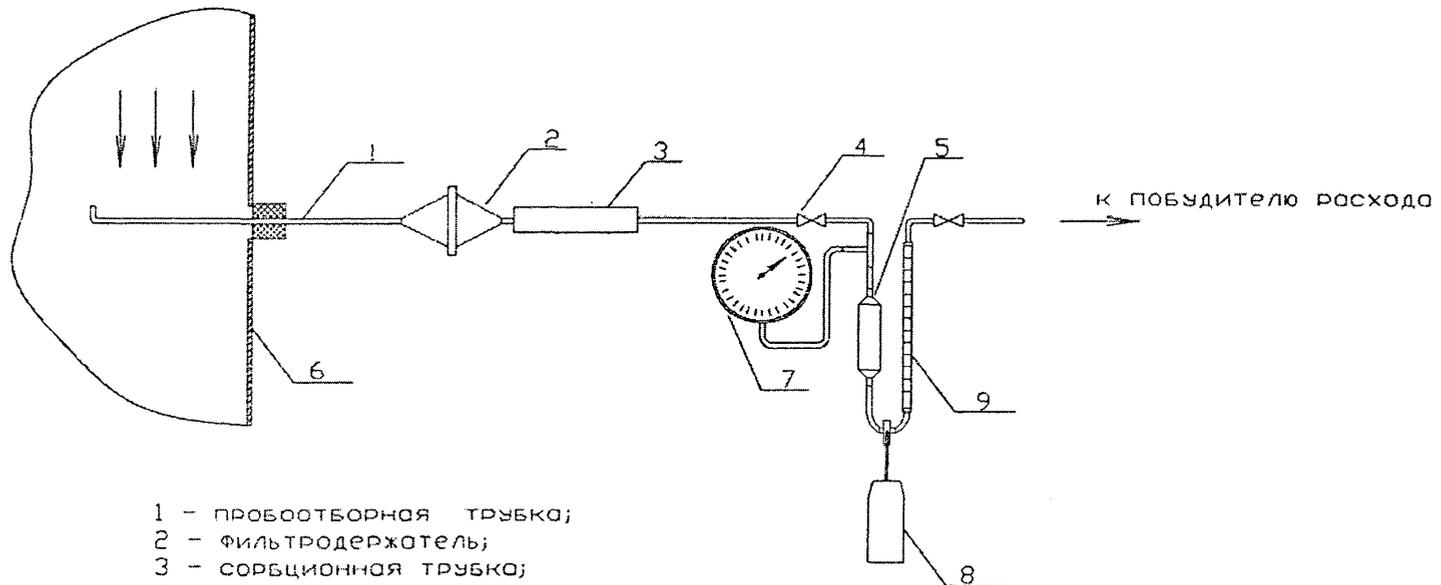
Схема отбора проб внешней фильтрацией



- 1 - пробоотборная трубка;
- 2 - фильтродержатель;
- 3 - сорбционная трубка;
- 4 - кран;
- 5 - сосуд с силикагелем;
- 6 - газоход;
- 7 - вакуумметр;
- 8 - термометр.

Приложение Л  
«справочное»

Схема отбора проб внешней фильтрацией



- 1 - пробоотборная трубка;
- 2 - фильтродержатель;
- 3 - сорбционная трубка;
- 4 - кран;
- 5 - сосуд с силикагелем;
- 6 - газоход;
- 7 - вакуумметр;
- 8 - термометр;
- 9 - ротометр.

## Приложение М «справочное»

### Приготовление раствора для контроля степени извлечения смолистых веществ

Раствор, используемый для контроля степени извлечения смолистых веществ из сорбционных трубок, готовят из возгонов пеков, отобранных из источников загрязнения атмосферы (ИЗА) соответствующих производств. Для приготовления раствора, из ИЗА отбирают пробу, согласно п.11 методики, так долго, как это возможно (для накопления массы смолистых веществ). Если на предприятии таких ИЗА много, то для усреднения (корректного приготовления раствора) отбирают несколько проб.

Далее проводят процедуры по п. 12.5, 12.6 методики. Все экстракты сливают вместе и количественно переводят в испарительную колбу. Раствор упаривают на ротационном испарителе под вакуумом при температуре не выше 40 °С до объема около 30 см<sup>3</sup>. Отбирают 2 см<sup>3</sup> раствора смолистых веществ, количественно переносят в стаканчик для взвешивания (бюкс), подготовленный по 10.9, и упаривают в стаканчике для взвешивания при комнатной температуре. Для ускорения процесса возможно использовать установку для упаривания проб в токе воздуха.

Стаканчик закрывают и взвешивают. Вычисляют массу смолистых веществ в отобранной аликвоте в мг по формуле:

$$m = m_{\text{см}} - m_0, \quad (\text{М.1})$$

где  $m_{\text{см}}$  – масса стаканчика со смолистыми веществами, мг;

$m_0$  – масса пустого стаканчика, мг.

Вычисляют приблизительную массовую концентрацию смолистых веществ в растворе ( $C_{\text{р-ра}}$ , мг/см<sup>3</sup>) по формуле:

$$C_{\text{р-ра}} = \frac{m_{\text{с.в.}}}{V_{\text{ал}}}, \quad (\text{М.2})$$

где  $m_{\text{с.в.}}$  - масса смолистых веществ, вычисленная по формуле (М.1), мг;

$V_{\text{ал}}$  - объем аликвоты раствора, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{ал}} = 2,0 \text{ см}^3$ .

Массовая концентрация смолистых веществ в растворе должна находиться в интервале от 3 до 4 мг/см<sup>3</sup>. При необходимости раствор упаривают далее на роторном испарителе или разбавляют этиловым спиртом.

Раствор хранят в стеклянной колбе с пришлифованной пробкой в холодильнике. Срок хранения раствора – 1 год.

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

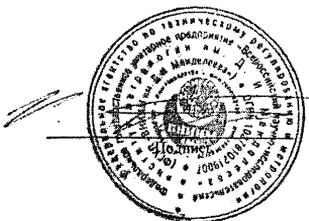
№ 835/242-(RA.RU.310494)-2017

Методика измерений массовой концентрации смолистых веществ в пробах промышленных выбросов гравиметрическим методом, разработанная ООО «Объединенная компания РУСАЛ ИТЦ» (660111, Российская Федерация, г. Красноярск, ул. Пограничников, д. 37, строение 1) и регламентированная в документе МИ ПрВ-2017/1 «Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу. Методика измерений массовой концентрации смолистых веществ в газах организованных ИЗА (гравиметрический метод)» (г. Санкт-Петербург, г. Красноярск, 2017 г., на 27 стр., взамен МВИ № ПрВ 2000/9), аттестована в соответствии с порядком, утвержденным Приказом Минпромторга РФ № 4091 от 15.12.2015 г., и ГОСТ Р 8.563-2009.

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

Метрологические характеристики приведены на оборотной стороне свидетельства.

Директор



К.В. Гоголинский

«21» февраля 2017

## МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1

Объект анализа	Диапазон измерений массовой концентрации смолистых веществ, $C$ , мг/м <sup>3</sup>	Относительная расширенная неопределенность измерений* при коэффициенте охвата $k=2$ $U^0$ , %
Промышленные выбросы загрязняющих веществ в атмосферу	От 5,0 до $2,0 \cdot 10^3$ включ.	25

Примечания:

- 1) Результат измерений ( $C$ , мг/м<sup>3</sup>) формируется на основе анализа одной отобранной пробы
- 2) \* - соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений ( $\pm \delta$ , %) при  $P = 0,95$ .
- 3) Массовая концентрация смолистых веществ приведена к нормальным условиям:  $T_0=273$  К,  $P_0=760$  мм рт.ст. и сухой газ.
- 4) 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 постоянства массы бюкса со смолистыми веществами	12.8	Модуль разности результатов двух взвешиваний	( $P = 0,95$ ) 0,5 мг
Контроль степени извлечения смолистых веществ	15.1	Модуль разности двух значений степени извлечения, отнесенный к среднему арифметическому	( $P = 0,95$ ) 12 %
		Значение степени извлечения	0,80 – 1,00
Контроль сходимости результатов измерений массовой концентрации смолистых веществ	15.2	Модуль разности результатов двух параллельных измерений, отнесенный к среднему арифметическому	( $P = 0,95$ ) $K_{cr} = 25$ %

Методика соответствует обязательным метрологическим требованиям к измерениям, установленным в приказе Министерства природных ресурсов и экологии РФ № 425 от 07.12.2012 г.

Зам. руководителя НИО государственных эталонов  
в области физико-химических измерений



А.В. Колобова

Руководитель лаборатории исследований  
физико-химических измерительных процедур



Г.Р. Нежиховский

Ведущий инженер



Н.Н. Звягина