



**УДК 681.12.08:628.5**

**В.Д. МАНТУЛА**, заместитель генерального директора, **С.В. СПИРИНА**, канд. хим. наук, заведующий отделом, **В.Ю. СПИРИН**, старший научный сотрудник, **Н.М. ИВАНОВ**, старший научный сотрудник, **Т.Б. СОРОКИНА**, старший научный сотрудник, **Е.А. СНЕЖКО**, научный сотрудник  
Государственное предприятие «Украинский научно-технический центр металлургической промышленности «Энергосталь» (ГП «УкрНТЦ «Энергосталь»), г. Харьков

## МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВЕЩЕСТВ В ВИДЕ СУСПЕНДИРОВАННЫХ ТВЕРДЫХ ЧАСТИЦ В ОРГАНИЗОВАННЫХ ВЫБРОСАХ ПРОМЫШЛЕННЫХ СТАЦИОНАРНЫХ ИСТОЧНИКОВ ЗАГРЯЗНЕНИЯ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

Разработана и аттестована методика выполнения измерений массовой концентрации веществ в виде суспендированных твердых частиц, не дифференцированных по составу (пыли), в организованных выбросах промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха гравиметрическим методом в диапазоне от 1 до 100 000 мг/м<sup>3</sup> включительно при скорости газопылевого потока не менее 4 м/с и температуре не более 600 °С. Методика выполнения измерений предназначена для применения в аналитических подразделениях служб охраны окружающей среды предприятий, учреждений и организаций Украины в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора с целью получения информации о состоянии окружающей природной среды. Рассчитаны характеристики погрешности и нормативы контроля погрешности результатов измерений.

**Ключевые слова:** методика выполнения измерений, метод измерения, диапазон измерений, погрешность измерений, массовая концентрация, стационарный источник, организованные выбросы, суспендированные твердые частицы, не дифференцированные по составу, пыль.

По мере развития процесса интеграции Украины в Европейское сообщество и в связи со вступлением во Всемирную торговую организацию (ВТО) все более стро-

гие требования предъявляются к мониторингу окружающей природной среды. Общей практикой является ужесточение нормативов предельно допустимых выбросов.

В соответствии с законодательными документами в области защиты окружающей природной среды (в частности, приказом Минприроды Украины от 27.06.2006 г. № 309 [1]) были снижены нормативы предельно допустимых массовых концентраций веществ в виде не дифференцированных по составу суспендированных твердых частиц (далее – пыли) в организованных выбросах промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха.

Ввиду того что наличие пыли в организованных выбросах характерно для различных отраслей промышленности, с необходимостью разработки мероприятий по снижению выбросов пыли столкнулись большинство предприятий и организаций в Украине. Особенно остро этот вопрос встал перед предприятиями горно-металлургического комплекса и энергетики, для которых характерны наибольшие объемы пылегазовых выбросов.

Задача снижения организованных выбросов промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха неразрывно связана с разработкой и апробацией современных методик выполнения измерений (далее – МВИ), необходимых для получения надежных и точных результатов, которые используются на стадиях проектирования, изготовления, наладки и эксплуатации газоочистного оборудования.

Соответствующие МВИ должны обладать необходимой точностью, широким диапазоном измерений, охватывающим значения концентрации пыли, характерные для широкого спектра технологических процессов, предусматривать требуемые условия проведения измерений, использование различных типов средств измерительной техники, вспомогательного оборудования, материалов и т.п.

В связи с отсутствием в Украине методик, удовлетворяющих всем перечисленным требованиям, ГП «УкрНТЦ «Энергосталь» разработана МВИ массовой концентрации веществ в виде суспендированных твердых частиц, не дифференцированных по составу, в организованных выбросах промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха с использованием гравиметрического метода.

На данный момент в перечень МВИ, утвержденных Министерством природы Украины, включена одна методика с аналогичной областью применения [2], которая устанавливает метод измерения массовой концентрации пыли в организованных выбросах промышленных стационарных источников при температуре газопылевого потока до 600 °С в диапазоне от 1 до 10 000 мг/м<sup>3</sup>.

Представляет интерес нормативная база, регламентирующая проведение контроля рассматриваемых объектов в России. Прежде всего, на территории России

действуют государственный стандарт [3], устанавливающий методы определения запыленности газовых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения при скорости газов не менее 4 м/с и температуре не более 400 °С, а также две МВИ [4, 5], разработанные соответственно Федеральным государственным унитарным предприятием «Межотраслевой научно-исследовательский институт экологии топливно-энергетического комплекса» (ФГУП МНИИЭКО ТЭК), г. Пермь, и ОАО «Всероссийский алюминиево-магниевый институт», г. Санкт-Петербург. Первая методика регламентирует метод измерения запыленности газов при скорости потока не менее 4 м/с и температуре не более 400 °С в диапазоне от 10 до 15 000 мг/м<sup>3</sup>, вторая распространяется на измерения массовой концентрации пыли в промышленных выбросах алюминиевых производств при температуре газа не более 200 °С в диапазоне от 8 до 5000 мг/м<sup>3</sup>.

Положения всех существующих МВИ были учтены авторами при создании рассматриваемой методики.

Разработанная ГП «УкрНТЦ «Энергосталь» методика распространяется на измерения массовой концентрации пыли в организованных выбросах промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха гравиметрическим методом при скорости газопылевого потока не менее 4 м/с и температуре не более 600 °С в диапазоне от 1 до 100 000 мг/м<sup>3</sup>. Столь широкий диапазон, превышающий пределы измерений во всех действующих МВИ Украины и России, позволяет применять методику для большинства существующих режимов работы технологического оборудования и пылеулавливающих установок, используемых в различных отраслях промышленности.

Метод измерения массовой концентрации пыли основывается на гравиметрическом измерении массы пыли, накопленной пылеуловителем при отборе проб в условиях изокINETИЧНОСТИ, – соблюдении равенства скоростей газопылевого потока в точке отбора пробы и заборном отверстии сменного наконечника зонда. Условие изокINETИЧНОСТИ реализуется применением зонда с соответствующим диаметром наконечника и отбором проб с рассчитанным объемным расходом газа.

Расположение мест для измерения параметров газопылевого потока и отбора проб пыли должно отвечать требованиям [6], [7], [8], согласно которым такое место определяют на прямолинейном, преимущественно вертикальном участке газохода, чтобы не допустить оседания крупных фракций пыли на стенках газохода под действием силы тяжести. В этом месте непосредственно перед началом отбора проб пыли измеряют:

- скорость газопылевого потока согласно [6];



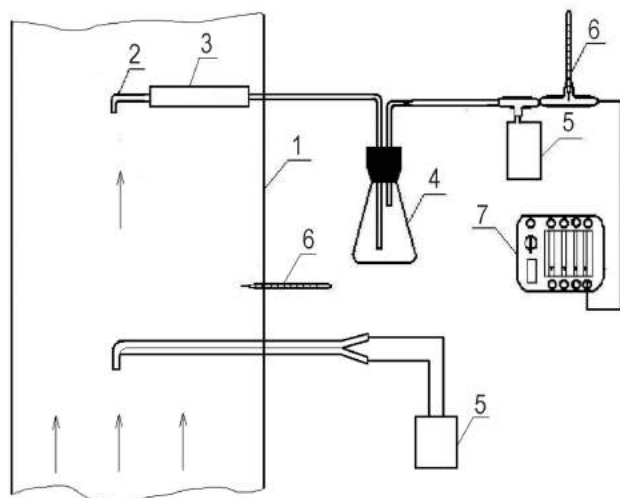
- статическое давление и температуру газопылевого потока согласно [7];
- влажность газопылевого потока согласно [9].

Для отбора проб пыли пробу газа пропускают через пылеуловитель. В зависимости от расположения пылеуловителя различают два метода отбора проб пыли:

- метод внутренней фильтрации – пылеуловитель расположен внутри газохода (схема установки приведена на рис. 1);
- метод внешней фильтрации – пылеуловитель расположен вне газохода (рис. 2).

Метод внутренней фильтрации применяют в тех случаях, если температура точки росы газа превышает температуру окружающей среды; в газопылевом потоке присутствуют агрессивные компоненты и смолы; пыль обладает высокой адгезионной способностью.

В других случаях применяют метод внутренней либо внешней фильтрации.



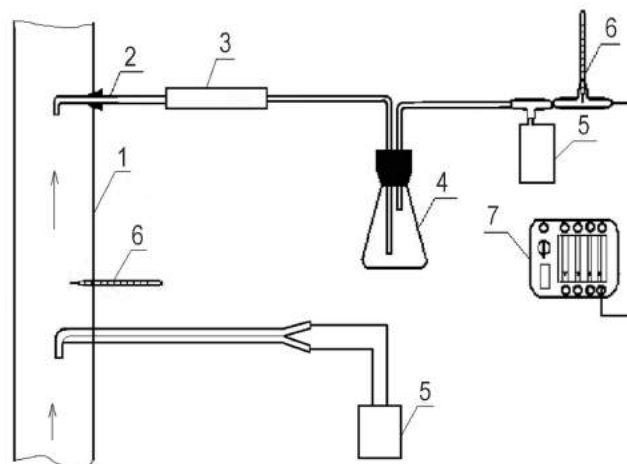
**Рисунок 1 – Схема установки для отбора проб пыли методом внутренней фильтрации:**

- 1 – газоход; 2 – сменный наконечник; 3 – фильтродержатель для бумажных или тканевых фильтров либо зонд для отбора проб методом внутренней фильтрации;  
4 – конденсатосборник; 5 – манометр; 6 – измеритель температуры; 7 – устройство аспирационное

В разработанной МВИ предусмотрено применение самого широкого спектра пылеуловителей для различных условий выполнения измерений. В табл. 1 перечислены пылеуловители и фильтры различных типов, используемые в зависимости от метода отбора проб и варьирующихся параметров газопылевого потока.

Следует обратить особое внимание на применение бумажных фильтров с большой пылеемкостью, использование которых позволило значительно расширить диапазон измерения методики. Разработанный авторами метод закаливания таких фильтров при температуре около 200 °С в сушильном шкафу позволил вдвое повысить максимально возможную для них температуру газопылевого потока и сделать возможным их применение для отбора пыли методом внутренней фильтрации.

В разработанной методике приведен расчет диаметра сменного наконечника для отбора проб при использовании зондов различного диаметра для соблюдения условий изокинетичности. Рассмотрен также наиболее часто встречающийся случай использования зонда с внутренним диаметром 6 мм.



**Рисунок 2 – Схема установки для отбора проб пыли методом внешней фильтрации:**

- 1 – газоход; 2 – зонд для отбора проб методом внешней фильтрации; 3 – пылеуловитель; 4 – конденсатосборник; 5 – манометр; 6 – измеритель температуры; 7 – устройство аспирационное

**Таблица 1 – Пылеуловители и фильтры**

Тип пылеуловителя или фильтра	Метод отбора проб (фильтрация)	Температура газопылевого потока, °С	Массовая концентрация пыли, мг/м <sup>3</sup>	Максимальная пылеемкость пылеуловителя, г
Фильтр типа АФА	внешняя	≤ 60	1–5000	≤ 0,1
Бумажные фильтры	внешняя и внутренняя	≤ 180	1–100000	≤ 2,0
Фильтры из ткани	внешняя и внутренняя	≤ 350	1–100000	≤ 20,0
Гильзы со стекловолокном	внутренняя	≤ 600	1–5000	≤ 0,2
Гильзы с базальтовой ватой	внутренняя	≤ 600	1–5000	≤ 0,2
Аллонжи со стекловолокном	внешняя	≤ 400	1–100000	≤ 2,0



Объем отобранной пробы газа вычисляют на основании его расхода, рассчитанного с учетом времени отбора пробы и разницы между параметрами газа в условиях ротаметра и газохода. Массу отобранной пробы пыли определяют по разности масс пылеуловителя или фильтра с отобранной пробой пыли и исходного пылеуловителя или фильтра. Использование контрольных пылеуловителей или фильтров позволяет в значительной степени устранить влияние условий окружающей среды и тем самым повысить точность определения массы пробы пыли. Результат измерения массовой концентрации пыли в пробе газа вычисляют как частное от деления массы пробы пыли на объем отобранного газа, приведенного к нормальным условиям.

В разработанной ГП «УкрНТЦ «Энергосталь» МВИ предусмотрена возможность расчета объема отобранной пробы для влажных газов, что особенно актуально при проведении измерений концентрации пыли после мокрых систем очистки отходящих газов. Эта возможность реализована только в одной российской МВИ [4].

В приложениях к методике приведен обширный справочный материал, в частности: схемы различных видов оборудования для отбора проб пыли, данные по молярной массе и плотности некоторых газов, плотности сухих дымовых газов при нормальных условиях при сжигании некоторых видов топлива, влагосодержание газов при насыщении в зависимости от температуры.

Оценивание характеристик погрешности измерений проведено согласно нормативным документам [10–14]. Границы погрешности вычисляли как на основании экспериментальных данных, так и с применением расчетного способа, что позволило охватить все возможные источники погрешности, присущие данным измерениям.

Результаты экспериментальных исследований получены на основе проведения измерений массовой концентрации пыли в пробах, отобранных на источниках выбросов Луганской и Кураховской ТЭС, аглофабрики ПАО «АрселорМиттал Кривой Рог», цехов концентрированной серной кислоты, сернокислого аммония и жидкого стекла ЧАО «Крымский титан» в 2011–2012 гг. Исследования проведены в полном соответствии с условиями разработанной МВИ.

Характеристики погрешности измерений определяли во всем диапазоне варьирования массовой концентрации пыли. Всего проведено 37 серий по три определения массовой концентрации пыли в пробах от вышеперечисленных источников выбросов.

На основании полученных результатов после проверки их на соответствие с помощью критерия Кохрена рассчитано среднеквадратическое отклонение (СКО)

случайной погрешности  $\sigma_r$ , характеризующее сходимость измерений.

Используя относительное СКО случайной погрешности  $\sigma_{r\text{отн}}$  с помощью квантиля распределения Стьюдента при доверительной вероятности  $P = 0,95$  и числе степеней свободы, зависящем от количества серий измерений и параллельных определений, вычислена относительная случайная погрешность результатов измерений  $\delta_x$ .

Суммарная систематическая погрешность измерений определена как функция следующих относительных погрешностей:

- при измерении динамического давления газопылевого потока;
- при измерении статического давления газопылевого потока;
- при измерении атмосферного давления;
- при измерении температуры в газоходе;
- при определении коэффициента преобразования напорной трубки;
- при измерении скорости потока газа в  $i$ -й точке отбора пробы;
- при усреднении скорости потока газа по точкам отбора;
- при измерении средней скорости потока газа в измерительном сечении;
- при определении объемного расхода газа ротаметром;
- при измерении разрежения перед аспирационным устройством;
- при измерении температуры перед аспирационным устройством;
- при измерении объемного расхода газа;
- при измерении длительности отбора проб;
- вследствие неизокинетичности отбора;
- от неполного улавливания пыли пылеуловителем;
- при измерении масс рабочих и контрольных пылеуловителей или фильтров.

Границы относительной погрешности измерений массовой концентрации загрязняющих веществ получены путем построения композиции распределений случайных и систематических погрешностей в соответствии с [11] и составили:  $\delta = \pm 16 \%$ ,  $P = 0,95$ . Таким образом, границы погрешности измерения массовой концентрации пыли в организованных выбросах промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха не превышают  $\pm 25 \%$  во всем диапазоне измеряемых концентраций, что соответствует требованиям [15].

На основании СКО случайной погрешности  $\sigma_r$ , характеризующего сходимость измерений, в соответствии с [16] и [17] установлен норматив контроля характери-



стик погрешности (сходимости) результатов измерений  $d_{п.отн}$  – допускаемое относительное расхождение между результатами определений  $n$  точечных проб (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) для контроля сходимости измерений

$$d_{п.отн} = Q(n) \sigma_{гопн}$$

где  $Q(n)$  – квантили распределения размахов выборки размером  $n$  из нормального распределения при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Следует отметить, что процедуры контроля, описанные в методиках с аналогичной областью применения, либо носят формальный характер [2, 4], либо не полностью соответствуют условиям измерений, обеспечивающим сходимость [5], либо вообще отсутствуют [3].

Методика выполнения измерений массовой концентрации пыли в организованных выбросах промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха аттестована и внесена в Государственный реестр МВИ в сфере распространения Государственного метрологического надзора и контроля. Получено положительное заключение Государственной экологической инспекции Украины о применении данной МВИ на предприятиях Украины.

## ВЫВОДЫ

Разработанная ГП «УкрНТЦ «Энергосталь» методика выполнения измерений массовой концентрации веществ в виде суспендированных твердых частиц, не дифференцированных по составу (пыли), в организованных выбросах промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха имеет следующие основные преимущества:

- широкий диапазон измерений (от 1 до 100 000 мг/м<sup>3</sup>), который позволяет охватить большинство существующих режимов работы технологического оборудования и пылеулавливающих установок, используемых в различных отраслях промышленности;
- возможность применения самого широкого спектра пылеуловителей для различных параметров газо-пылевого потока;
- увеличение температуры эксплуатации бумажных фильтров с большой пылеемкостью до 180 °С;
- возможность расчета объема отобранной пробы влажного газа, что особенно актуально при проведении измерений концентрации пыли после мокрых систем очистки отходящих газов;
- вычисление границ погрешности как на основании экспериментальных данных, так и с применением

расчетного способа, что позволило учесть все возможные источники погрешности, присущие данным измерениям;

- наличие разработанной процедуры контроля характеристик погрешности (сходимости) результатов измерений для любого числа точечных проб.

Таким образом, данная МВИ может быть рекомендована для применения в аналитических подразделениях служб охраны окружающей среды предприятий, учреждений и организаций Украины с целью выполнения измерений в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, а именно контроля состояния окружающей природной среды. Внедрение разработанной методики будет способствовать улучшению качества контроля выбросов промышленных стационарных источников загрязнения атмосферного воздуха.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Наказ Мінприроди України від 27.06.2006 г. № 309 «Про затвердження нормативів гранично допустимих викидів забруднюючих речовин із стаціонарних джерел» [Електронний ресурс]. – Режим доступу : <http://zakon2.rada.gov.ua/laws/show/z0912-06>.
2. **МВВ 081/12-0161-05**. Методика виконання вимірювань масової концентрації речовини у вигляді суспендованих твердих частинок (пилу) в організованих викидах стаціонарних джерел.
3. **ГОСТ Р 50820-95**. Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков.
4. Руководство по измерению основных параметров и определению запыленности пылегазовых потоков на источниках выбросов загрязняющих веществ в атмосферу. – Пермь : ФГУП МНИИЭКО ТЭК, 2002.
5. **МВИ № ПрВ 2004/4**. Методика выполнения измерений массовой концентрации пыли в промышленных выбросах организованного отсоса (гравиметрический метод). – СПб. : ОАО «Всероссийский алюминиево-магниевый институт».
6. **ГОСТ 17.2.4.06-90**. Охрана природы. Атмосфера. Методы определения скорости и расхода газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения.
7. **ГОСТ 17.2.4.07-90**. Охрана природы. Атмосфера. Методы определения давления и температуры газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения.
8. **КНД 211.2.3.063-98**. Охорона навколишнього природного середовища та раціональне використання природних ресурсів. Метрологічне забезпечення. Відбір проб про-

- мислових викидів. Інструкція. (Зі змінами згідно Наказу Мінприроди України від 09.03.2004 р. № 93).
9. ГОСТ 17.2.4.08-90. Охрана природы. Атмосфера. Методы определения влажности газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения.
  10. ГОСТ 8.010-99. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения.
  11. ГОСТ 8.207-76. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения.
  12. ДСТУ-Н РМГ 61:2006. Метрологія. Показники точності, правильності, прецизійності методик кількісного хімічного аналізу. Методи оцінення.
  13. ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-2:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Ч. 2.
- Основні методи визначення повторюваності і відтворності стандартного методу вимірювання.
14. МИ 1317-85. Методические указания. Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроля их параметров.
  15. РД 52.04.59-85. Охрана природы. Атмосфера. Требования к точности контроля промышленных выбросов. Методические указания.
  16. ДСТУ ГОСТ ІСО 5725-6:2005. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Ч. 6. Використання значень точності на практиці.
  17. ДСТУ-Н РМГ 76:2008. Метрологія. Внутрішній контроль якості результатів кількісного хімічного аналізу.

*Поступила в редакцію 15.04.2013*

Розроблено і атестовано методику виконання вимірювань масової концентрації речовин у вигляді суспендованих твердих частинок, не диференційованих за складом (пилу), в організованих викидах промислових стаціонарних джерел забруднення атмосферного повітря гравіметричним методом в діапазоні від 1 до 100000 мг/м<sup>3</sup> включно при швидкості газопилового потоку не менше 4 м/с і температурі не більше 600 °С. Методика виконання вимірювань призначена для застосування в аналітичних підрозділах служб охорони навколишнього середовища підприємств, установ та організацій України у сфері поширення державного метрологічного контролю та нагляду з метою отримання інформації про стан навколишнього природного середовища. Розраховано характеристики похибки і нормативи контролю похибки результатів вимірювань.

Developed and certified the technique for measuring mass concentration of non-differentiated an composition substances as suspended solids (dust) emissions in organized industrial emissions from stationary sources of air pollution by gravimetric method in the range of 1.0 to 100,000 mg/m<sup>3</sup> inclusively at gas-dust flow rate not less than 4 m/s and temperature not more than 600°C. The technique aimed at using at the analytical divisions of environment protection departments of enterprises, institutions and organizations of Ukraine in the sphere of the state metrological control and supervision in order to obtain information about environment condition. Characteristics of inaccuracy and inaccuracy control standards of measurement results were determined.