

ПНД Ф 12.1.1-99

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ**  
**по отбору проб при определении концентраций вредных веществ (газов и паров) в выбросах**  
**промышленных предприятий**

УТВЕРЖДЕНЫ Заместителем Председателя Государственного комитета РФ по охране окружающей среды А.А.Соловьяновым 24 марта 1999 г.

Методические рекомендации рассмотрены и одобрены Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Госкомэкологии России.

Главный метролог Госкомэкологии России К.И.Машкович

Начальник ГУАК Г.М.Цветков

Разработчики:

ЗАО "ХИМКО" АООТ НПО "Химавтоматика",

Научный Центр социально-производственных проблем охраны труда

В Методических рекомендациях изложены правила отбора проб выбросов из газоходов и проведения измерений объема отобранной пробы (приведенного к нормальным условиям), как одного из процессов в методиках выполнения измерений концентраций вредных веществ (газов и паров) в пробе.

Для отбора проб рекомендованы аспирационные устройства типа ПУ (зарегистрированные в Государственном реестре средств измерений за N 14531-97) или другие с аналогичными или улучшенными техническими и метрологическими характеристиками.

Применение Рекомендаций обеспечит возможность отбора представительной пробы и выполнения необходимых измерений в большинстве практических случаев, встречающихся в различных отраслях промышленности, в том числе при температуре в газоходах до 600 °С.

## **1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**

1.1 Отбор проб и измерение параметров потока выбросов проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563, МИ 1967, РД 52.04.59 и настоящими Методическими рекомендациями.

1.2 Место для отбора проб и проведения измерений параметров потока выбросов выбирают с таким расчетом, чтобы эти измерения обеспечивали получение достоверных результатов.

1.3 Измерительное сечение должно располагаться на прямолинейном участке газохода с установившимся газовым потоком, где отсутствуют возвратные или вращательные движения газа и пыли, и находиться как можно дальше от вентиляторов, циклонов, задвижек и т.д.

1.4 При отсутствии достаточно длинных прямолинейных участков в газоходе оптимальным местом выбора измерительного сечения является расстояние, определяемое 5-6 диаметрами газохода перед местом проведения измерений и 3-4 диаметрами - после него.

1.5 Для отбора проб и измерения параметров потока выбросов в газоходе на уровне измерительного сечения должны быть размещены патрубки диаметром до 40 мм.

1.6 На площадке должно быть предусмотрено место для крепления и размещения измерительной аппаратуры, смонтированы розетки для подачи напряжения электрического тока, при необходимости подведена линия сжатого воздуха.

1.7 Отбор проб следует производить при установившемся технологическом режиме работы обследуемого оборудования.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ПОТОКА ВЫБРОСОВ, НЕОБХОДИМЫХ ДЛЯ РАСЧЕТА ОБЪЕМА ПРОБЫ

При расчете объема газовых выбросов, отобранного для анализа, необходимо знать температуру и давление газа в линии отбора проб, а также атмосферное давление.

2.1 Измерение температуры газа проводят с помощью термометра, помещенного в линию отбора проб перед аспирационным устройством.

2.2 Измерение давления проводят U-образным манометром, помещенным в линию отбора проб перед аспирационным устройством.

При использовании аспирационных устройств типа ПУ измерение давления в линии отбора проб не проводят в связи с наличием в устройстве системы компенсации давления.

2.3 Атмосферное давление измеряют барометром-анероидом в момент отбора пробы.

## 3. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

3.1. Метод заключается в измерении расхода (объема) газа из газохода при помощи аспирационных устройств типа ПУ: ПУ-1П, ПУ-2П, ПУ-1Эпм, ПУ-2Э, ПУ-4Эп, ПУ-4Э или других устройств с аналогичными (улучшенными) техническими и метрологическими характеристиками, включенных в Государственный реестр средств измерений.

3.2. Схема отбора проб из газохода представлена на рис.1.

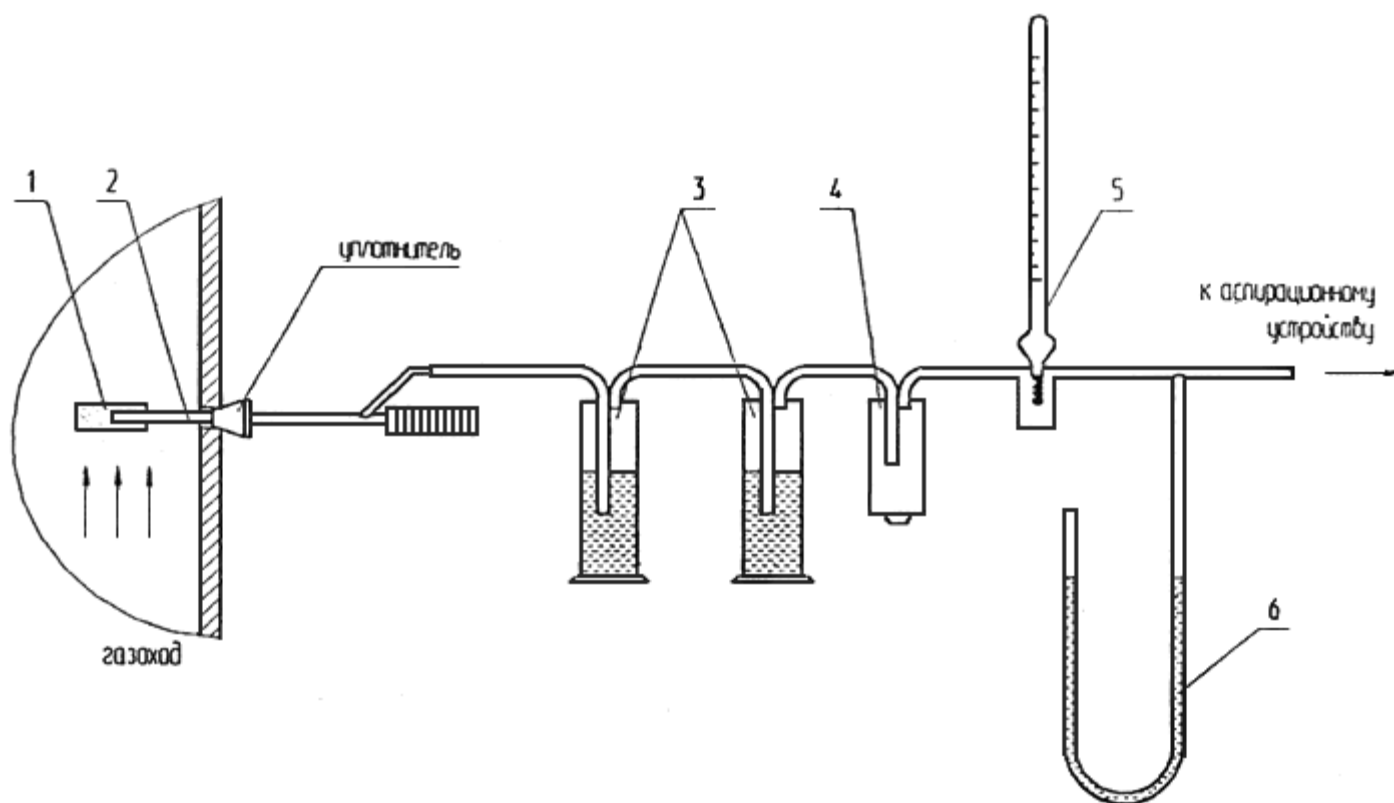


Рис.1 Схема отбора проб из газохода

1 - фильтр грубой очистки; 2 - зонд ЗГ; 3 - поглотители; 4 - сборник конденсата; 5 - термометр; 6 - U-образный манометр

\* - при применении аспирационных устройств типа ПУ U-образный манометр в схему отбора не включают.

Газ из газохода с помощью аспирационного устройства протягивают через зонд ЗГ (2) с фильтром грубой очистки ФГО (1) или без него и поглотители (3) (фильтр, поглотительные сосуды с жидкостью, концентрационные трубки с сорбентом). Перед аспирационным устройством находится сборник конденсата (4) для поглощения сконденсированной влаги (в случае применения поглотительных сосудов с жидкими средами) и предотвращения переброса содержимого поглотительных сосудов, термометр (5) для измерения температуры, манометр (6) для измерения давления в линии отбора проб.

3.3 Отбор пробы проводят с расходом и в течение времени, нормируемым соответствующей методикой. При этом измеряют атмосферное давление.

3.4 Объем отобранной пробы, рассчитанный исходя из объема и времени протягивания газа, приводят к нормальным условиям - температуре 0 °С и давлению 101,3 кПа - с учетом измеренных температуры и атмосферного давления на входе аспирационного устройства.

#### 4. СРЕДСТВА ОТБОРА ПРОБ И ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ\*

4.1 Для измерения расхода (объема) отбираемого газа из газохода применяют аспирационные устройства, например, автоматические переносные аспирационные устройства типа ПУ по ТУ 4215-000-11696625.

Технические и метрологические характеристики аспирационных устройств типа ПУ приведены в таблице.

Таблица

| N<br>п/п | Наименование устройств,<br>питание      | Число<br>каналов | Диапазон расходов по<br>каждому каналу,<br>дм <sup>3</sup> /мин | Масса, кг | Пределы допускаемой<br>основной относительной<br>погрешности, % |
|----------|-----------------------------------------|------------------|-----------------------------------------------------------------|-----------|-----------------------------------------------------------------|
| 1.       | ПУ-1П**<br>пневматический               | 1                | 0,5-6                                                           | 3         | ±5                                                              |
| 2.       | ПУ-2П**<br>пневматический               | 2                | 0,2-5,0<br>2,0-20,0                                             | 5,5       | рассчитываются по<br>формулам****                               |
| 3.       | ПУ-1Эпм<br>электрический (220 В, 12 В)  | 1                | 0,1-4,0 (дискретные<br>значения)                                | 4,0       | ±5                                                              |
| 4.       | ПУ-2Э<br>электрический<br>(220 В, 12 В) | 2                | 0,2-5,0<br>2,0-20,0                                             | 7,0       | рассчитываются по<br>формулам****                               |
| 5.       | ПУ-4Эп<br>электрический (220 В, 12 В)   | 4                | 0,1-2,5***                                                      | 4,5       | ±5                                                              |
| 6.       | ПУ-4Э<br>электрический (220 В, 12 В)    | 4                | 2 канала 0,2-2,0<br>2 канала 2,0-20,0                           | 5,5       | рассчитываются по<br>формулам****                               |

\* Допускается замена указанных ниже средств отбора проб и вспомогательного оборудования на аналогичные, не уступающие по техническим и метрологическим характеристикам.

\*\* Для работы с аспирационными устройствами ПУ-1П и ПУ-2П необходима линия сжатого воздуха или баллон с воздухом под давлением.

\*\*\* Одно любое фиксированное значение из указанного диапазона по каждому каналу.

\*\*\*\* Пределы допускаемой основной относительной погрешности задания расхода

рассчитываются по формулам:

$$\delta_0^Q = \pm \left[ 3 + 0,5 \cdot \frac{Q(\text{ВП})}{Q(\text{НОМ})} \right], \%$$

- для 1-ых каналов ПУ-2Э и ПУ-2П,

- для 1-го и 2-го каналов ПУ-4Э,

$$\delta_0^Q = \pm \left[ 5 + 0,5 \cdot \frac{Q(\text{ВП})}{Q(\text{НОМ})} \right], \%$$

- для 2-ых каналов ПУ-2Э и ПУ-2П,

- для 3-го и 4-го каналов ПУ-4Э,

где  $Q(\text{ВП})$  - значение расхода, соответствующее верхнему пределу задания расхода устройства,  $\text{дм}^3/\text{мин}$ ;

$Q(\text{НОМ})$  - значение расхода, выставленное по ротаметру,  $\text{дм}^3/\text{мин}$ .

#### 4.2 Вспомогательное оборудование

Для отбора проб газа из газохода используют газозаборный зонд ЗГ и его модификации: ЗГ-Ф; ЗГ-ТХ (рис.2).

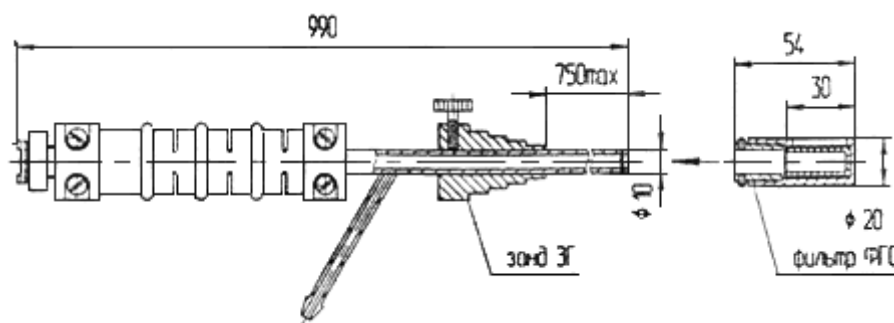


Рис.2А

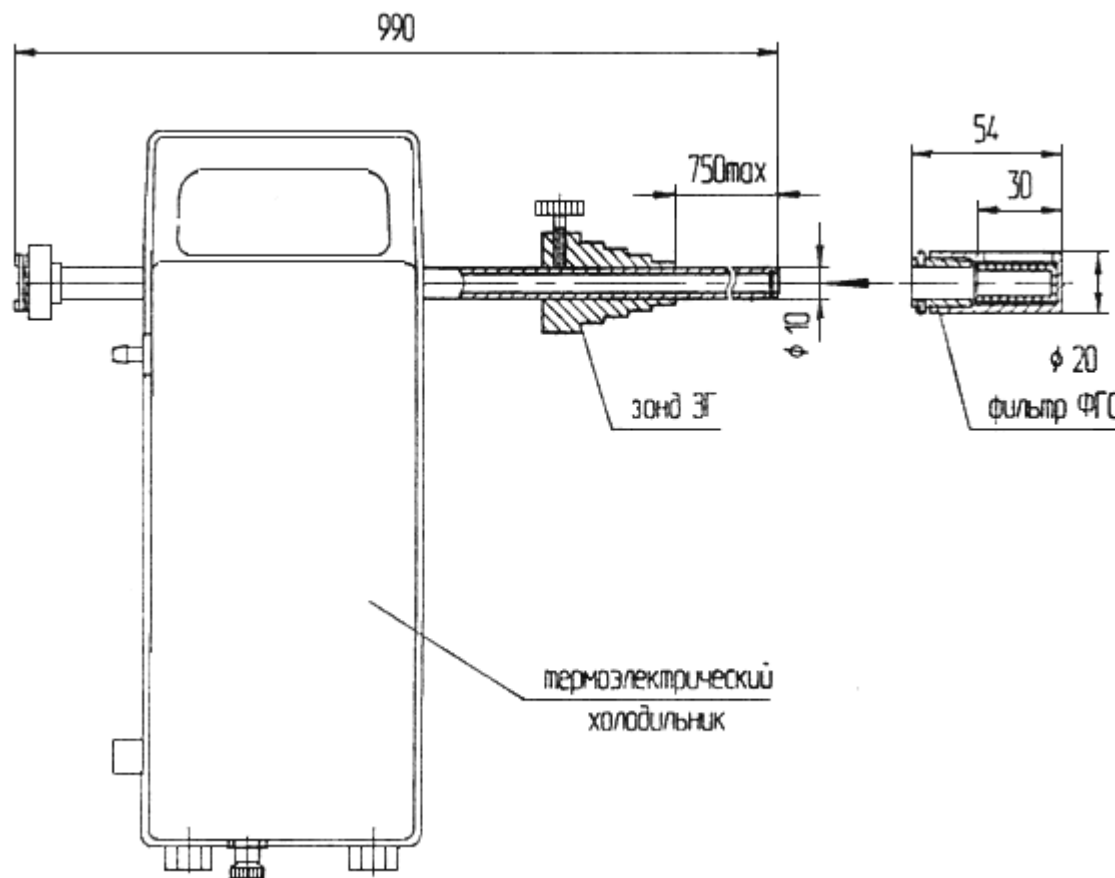


Рис.2Б

Рис.2 Газозаборный зонд ЗГ и его модификации

2А - зонд ЗГ-Ф

2Б - зонд ЗГ-ТХ

4.2.1 Зонд ЗГ изготовлен из коррозионностойкой стали марки 12Х18Н10Т (ГОСТ 5632) и снабжен перемещающимся по корпусу коническим уплотнителем, предназначенным для герметизации и крепления зонда в газоходе.

|           |                      |
|-----------|----------------------|
| - Длина   | - от 1000 до 1500 мм |
| - Диаметр | - 10 мм              |
| - Масса   | - 5 кг.              |

В особых случаях при высоких концентрациях агрессивных газов и паров для предотвращения коррозии применяют зонд ЗГ с герметично закрепленной внутри него фторопластовой трубкой (ГОСТ 22056).

4.2.2 Зонд ЗГ-Ф со съёмным фильтром грубой очистки ФГО предназначен для отбора и очистки отбираемого газа от взвешенных частиц (рис.2А).

Фильтр ФГО (диаметр 20 мм, масса - не более 0,5 кг) изготовлен из порошка коррозионностойкой стали марки ПРОХ18Н10 (по ГОСТ 14086) и обеспечивает степень очистки газа от аэрозолей и пыли с диаметром частиц не менее 5 мкм до 95%.

4.2.3 Зонд с термоэлектрическим холодильником ЗГ-ТХ и фильтром ФГО (или без него) предназначен для отбора, очистки, осушки, охлаждения проб газа из газохода и сбора конденсата

(рис.2Б).

Параметры газа на входе зонда:

|                                  |                             |
|----------------------------------|-----------------------------|
| - температура воздуха в газоходе | - до 600 °С;                |
| - давление                       | - от минус 5 до плюс 5 кПа; |
| - запыленность                   | - до 10 г/м <sup>3</sup> ;  |
| - влажность, не более            | - 250 г/м <sup>3</sup> ;    |
| - объемный расход газа, не более | - 50 дм <sup>3</sup> /ч     |

Параметры газа на выходе зонда:

|                                               |                                  |
|-----------------------------------------------|----------------------------------|
| - температура                                 | - температура окружающей среды;  |
| - влажность                                   | - 20 г/м <sup>3</sup> при 25 °С; |
| - запыленность, не более                      | - 0,1 г/м <sup>3</sup> .         |
| Время непрерывной работы без слива конденсата | - 3 часа;                        |
| Масса, не более                               | - 2,0 кг.                        |

Питание от источника постоянного тока напряжением 12 В или от аккумуляторного блока БА-1.

4.2.4 Сборник конденсата предназначен для сбора сконденсированной влаги и предотвращения переброса содержимого поглотительных сосудов в случае использования жидких поглотительных сред. Объем сборника конденсата 250 см<sup>3</sup> , масса 0,1 кг.

4.3 Аккумуляторный блок БА-1 (номинальное напряжение 12 В, время непрерывной работы от 4 до 8 часов, масса - 3,5 кг).

4.4 Термометр по ГОСТ 28498.

4.5 Манометр U-образный по ГОСТ 2405.

4.6 Поглотители (фильтры, поглотительные сосуды, концентрационные трубки с сорбентом, газовые пипетки и другие устройства) в соответствии с методиками выполнения измерений, разрешенными к применению.

4.7 Барометр-анероид, ТУ 25-11.1513.

4.8 Психрометр аспирационный электрический М-34 ТУ 25-1607.054.

4.9 Трубки электроизоляционные из фторопласта по ГОСТ 22056, трубки резиновые по ГОСТ 3399, трубки поливинилхлоридные по ТУ 6-01-1196.

ПРИМЕЧАНИЕ: Аспирационные устройства типа ПУ, вспомогательное оборудование: газозаборный зонд ЗГ и его модификации, сборник конденсата, аккумуляторный блок БА-1, изготавливает ЗАО "Химко", АООТ "НПО Химавтоматика", 129226, г.Москва, Сельскохозяйственная ул., д.12а.

## 5. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ РАСХОДА (ОБЪЕМА) ОТБИРАЕМЫХ ПРОБ

5.1 При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- проверку соответствия параметров окружающей среды требованиям п.6.1.
- подготовку и проверку режимов работы аспирационного устройства в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации;
- сборку линии для отбора проб в соответствии с рис.1.

5.2 Соединения в линии отбора проб проводят встык с помощью трубок.

5.3 Проверка герметичности линии отбора проб.

Проверку герметичности проводят следующим образом: до ввода зонда в газоход включить аспирационное устройство с заданным расходом, убедиться в прохождении воздуха через поглотитель, после чего заглушить вход зонда. Линия отбора пробы считается герметичной, если через 5 минут после этого прохождение воздуха через поглотитель прекратится.

При отсутствии герметичности необходимо выявить и устранить причину негерметичности.

## 6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия:

6.1 Параметры окружающей среды:

|                         |                            |
|-------------------------|----------------------------|
| температура             | от минус 10 до плюс 40 °С; |
| относительная влажность | не более 80% при 25 °С;    |
| атмосферное давление    | от 84 до 106,7 кПа.        |

6.2 Зонд для отбора пробы должен плотно фиксироваться в газоходе коническим уплотнителем, обеспечивая снижение утечек газов и подсоса воздуха, приводящих к изменению параметров газовых потоков.

## 7. ИЗМЕРЕНИЕ РАСХОДА (ОБЪЕМА) ОТБИРАЕМЫХ ПРОБ

7.1 Отбор проб с помощью зонда.

При отборе проб зонд вводят в газоход так, чтобы входное отверстие наконечника находилось в заданной точке сечения газохода и было направлено по потоку газа. После прогрева в течение 5-10 минут зонд поворачивают так, чтобы входное отверстие было расположено навстречу газовому потоку.

Ввиду большого объема линии отбора проб в целях снижения влияния сорбции и конденсации на измерение концентраций газов и паров перед отбором следует в течение 5 минут проводить промывание линии отбираемым газом из газохода (при наличии в линии поглотителя, аналогичного используемому в МВИ).

При возможной конденсации газов и паров внутренней поверхностью зонда последний располагают в патрубке под небольшим углом (с помощью конического уплотнителя), обеспечивая сток конденсата из зонда в поглотительный сосуд (или в сборник конденсата) для последующего анализа в лаборатории.

По окончании отбора проб для устранения последствий возможной сорбции и конденсации газов и паров линию отбора до поглотителя (зонд, холодильник, соединительные трубки) промывают жидкостью, аналогичной находящейся в поглотительном сосуде, с целью ее последующего анализа в лаборатории. При отборе проб в концентрационные трубки линию после отбора проб продувают чистым воздухом, не отсоединяя концентрационной трубки.

Погрешность возможной сорбции и конденсации газов и паров линией отбора проб определяют при аттестации методики выполнения измерений (МВИ) и вводят в качестве составляющей систематической погрешности МВИ.

7.2 Отбор проб с заданным расходом и временем отбора (с заданным объемом) проводят электрическим аспирационным устройством типа ПУ в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации (ТО и ИЭ) на выбранное устройство следующим образом:

7.2.1 Подготовить к работе аспирационное устройство типа ПУ, подключив его к сети 220 В, либо к аккумулятору 12 В, соединить гибкими трубками зонд, поглотитель, сборник конденсата и аспирационное устройство. Включить питание аспирационного устройства (нажать кнопку СЕТЬ устройства, при этом загорается светодиод).

7.2.2 Установить заданный расход отбираемой пробы. (Включить сочетание тумблеров (ПУ-1Эпм; ПУ-4Эп), реализующих заданный расход отбираемого газа через поглотитель, или задать его при помощи ручек регулировочных дросселей соответствующих ротаметров (ПУ-2Э; ПУ-4Э).

7.2.3 Установить на встроенном программном переключателе время, необходимое для отбора заданного объема пробы.

7.2.4 Начать отбор пробы (для этого нажать кнопку ПУСК устройства, при этом заработает побудитель и начнется отбор пробы, по истечении заданного времени побудитель автоматически отключится).

7.3 Отбор проб с заданным расходом и временем отбора (с заданным объемом) пневматическими аспирационными устройствами ПУ-1П и ПУ-2П проводят в соответствии с Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации следующим образом:

7.3.1 Подать на штуцер ПИТАНИЕ пробоотборного устройства воздух с избыточным давлением  $(200 \pm 25)$  кПа  $(2,00 \pm 0,25)$  кгс/см<sup>2</sup>.

7.3.2 Включить необходимое сочетание тумблеров (ПУ-1П), реализующих заданный расход отбираемого газа через поглотитель, или задать его при помощи регулировочных дросселей соответствующих ротаметров (ПУ-2П).

7.3.3 Включить одновременно тумблер ПИТАНИЕ (ПУ-1П, ПУ-2П) и секундомер. При этом начинается отбор проб.

7.3.4 По окончании заданного времени отбора проб выключить тумблер ПИТАНИЕ.

7.4 В процессе отбора пробы измерить температуру газа на входе аспирационного устройства и атмосферное давление.

## 8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Объем пробы  $V$ , отобранный для анализа, рассчитывается по формуле:

$$V = Q \cdot t, [\text{дм}^3], \quad (1)$$

где  $Q$  - расход газа, дм<sup>3</sup>/мин;

$t$  - время отбора пробы, мин.

8.2 Объем пробы  $V$  привести к нормальным условиям - температуре 273,2 К и давлению 101,3 кПа (0 °С и 760 мм рт.ст.) - по формуле:

$$V_0 = \frac{V \cdot (P \pm \Delta P) \cdot 273,2}{101,3 \cdot (273,2 + t)}, [\text{дм}^3], \quad (2)$$

где  $V_0$  - объем пробы, приведенный к нормальным условиям,  $\text{дм}^3$ ;

$V$  - объем пробы, рассчитанный по формуле (1),  $\text{дм}^3$ ;

$P$  - атмосферное давление,  $\text{кПа}$ ;

$\Delta P$  - избыточное давление (или разрежение) в линии отбора проб,  $\text{кПа}^*$ ;

$t$  - температура газа на входе в аспирационное устройство,  $^{\circ}\text{C}$ .

ПРИМЕЧАНИЕ: \* При использовании аспирационных устройств типа ПУ ( $\Delta P = 0$ ) необходимо использовать уже рассчитанные поправочные коэффициенты из приложения к Техническому описанию и инструкции по эксплуатации.

8.3. Результаты измерений должны быть оформлены следующим образом:

$$V_0 \pm \Delta, \quad (3)$$

где  $\Delta$  - абсолютная погрешность результата измерений объема,  $\text{дм}^3$ , рассчитанная по формуле:

$$\Delta = \frac{V_0 \cdot \delta_0}{100}, \quad (4)$$

где  $\delta_0$  - предел допускаемой относительной погрешности измерения объема (погрешность аспирационного устройства).

Значение результатов измерений должно выражаться двумя значащими цифрами.

## 9. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При отборе проб газовых выбросов должны выполняться следующие требования безопасности.

9.1 Требования безопасности в соответствии с Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации аспирационных устройств.

9.2 Перед началом работы персонал должен быть ознакомлен с действующими на производстве правилами техники безопасности.

9.3 Персонал должен быть обеспечен спецодеждой, необходимыми материалами и оборудованием в соответствии с требованиями безопасного проведения работ на данном предприятии.

9.4 Площадки для проведения замеров должны быть ограждены перилами и бортовыми листами согласно требованиям ГОСТ 12.2.062 и освещены.

9.5 Работы на высоте следует проводить в соответствии с требованиями СНиП III-4-80\* "Техника безопасности в строительстве".

---

\* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ Р 12.3.048-2002, СНиП 12-03-2001 и СНиП 12-04-2002. - Примечание изготовителя базы данных.

### Техническое обслуживание элементов пробоотбора

#### 1. Техническое обслуживание фильтра ФГО.

При засорении провести обратную продувку фильтра грубой очистки ФГО воздухом или горячим паром или провести промывку фильтра в растворителе, не взаимодействующим с материалом фильтра.

2. Техническое обслуживание аспирационных устройств проводить в соответствии с техническим описанием на каждую модификацию.

### Нормативные ссылки

|                                |                                                                                                           |
|--------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1. ГОСТ 12.2.062-81            | ССБТ. Оборудование производственное. Ограждения защитные.                                                 |
| 2. ГОСТ 2405-88                | Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры, тягонапоромеры. Общие технические условия. |
| 3. ГОСТ 3399-76                | Трубки медицинские резиновые. Технические условия.                                                        |
| 4. ГОСТ 5632-72                | Стали высоколегированные и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные.                         |
| 5. ГОСТ 14086-68               | Порошки распыленные из нержавеющей хромоникелевых сталей и никеля.                                        |
| 6. ГОСТ 22056-76               | Трубки электроизоляционные из фторопласта 4 Д и 4 ДМ. Технические условия.                                |
| 7. ГОСТ 28498-90               | Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.                         |
| 8. ГОСТ Р 8.563-96*            | ГСИ. Методики выполнения измерений.                                                                       |
| 9. МИ 1967-89                  | ГСИ. Выбор методов и средств измерений при разработке методик выполнения измерений. Общие положения.      |
| 10. РД 52.04.59-85             | Охрана природы. Атмосфера. Требования к точности контроля промышленных выбросов. Методические указания.   |
| 11. ТУ 6-01-1196-79            | Трубки поливинилхлоридные гибкие для пневматических приборов.                                             |
| 12. ТУ 25-11.1513-79           | Барометр-анероид метеорологический БАММ-1.                                                                |
| 13. ТУ 25-1607.054-85          | Психрометры аспирационные.                                                                                |
| 14. ТУ<br>4215-000-11696625-95 | Устройства пробоотборные ПУ. Технические условия.                                                         |