ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР

ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И КОНТРОЛЮ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

**СБОРНИК МЕТОДИК ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ**

**КОНЦЕНТРАЦИЙ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ**

**В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ**

ЛЕНИНГРАД. ГИДРОМЕТЕОИЗДАТ 1987

**МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ**

**АММИАКА ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**С РЕАКТИВОМ НЕССЛЕРА**

**1. Назначение методики.** Методика предназначена для измерения кон­центрации аммиака в технологических газах в диапазоне 0,2—5 мг/м3.

**2. Метод измерения**. Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет соединения при взаимодействии аммиака с реактивом Несслера и после­дующем измерении содержания аммиака фотоколориметрическим методом.

Определению мешают аммонийные соли, некоторые амины алифати­ческого ряда, формальдегид (свыше 0,2 мг/м3), сероводород (свыше 0,4 мг/м3), хлор (свыше 0,2 мг/м3), окислы азота не мешают. Погрешность не превышает 10 %.

**3. Средства измерений, реактивы, материалы:**

пробоотборная трубка из стекла, фторопласта или нержавеющей стали (рис. 18.1);

пробоотборная обогреваемая трубка для отбора проб газа с высоким исходным содержанием влаги (рис. 18.2) или обогреваемые трубки, приме­няемые для отбора проб газа на запыленность (при отборе пробы и улавливании аэрозолей методом внешней фильтрации можно применять обогреваемые трубки и фильтровальные патроны, разработанные институтами «Гинцвет- мет» и НИИОГаз);

поглотительные приборы с пористой пластинкой (рис. 18.3);

фильтродержатели, ТУ 95-72-05—78;

реометр, ГОСТ 9932—75Е;

термометры, шкала 0—100 °С, 0—250 °С, ГОСТ 315-73Е;

секундомеры ГОСТ 5072—79Е;

побудитель расхода газа любого типа (воздуходувка, аспиратор, эжек­тор, вакуумная линия), ГОСТ 13478—75;

регулятор напряжения с вольтметром типа ЛАТР;

аэрозольные фильтры (типа АФА, бумажные, из стекловолокна или фторопластового волокна), ТУ 95-743—80;

ловушка для капель типа К-29, ТУ 25-11-227—68;

фотоколориметр марки ФЭК-56М, ФЭК-Н-57, ФЭК-60 или аналогичный, ГОСТ 12083—78;

пипетки стеклянные емкостью 1 и 5 см3, класс 2, ГОСТ 20292—74;

колбы стеклянные конические, стаканы химические, ГОСТ 10394—72;

бюретка емкостью 50—100 см3, класс 2, ГОСТ 1770—74;

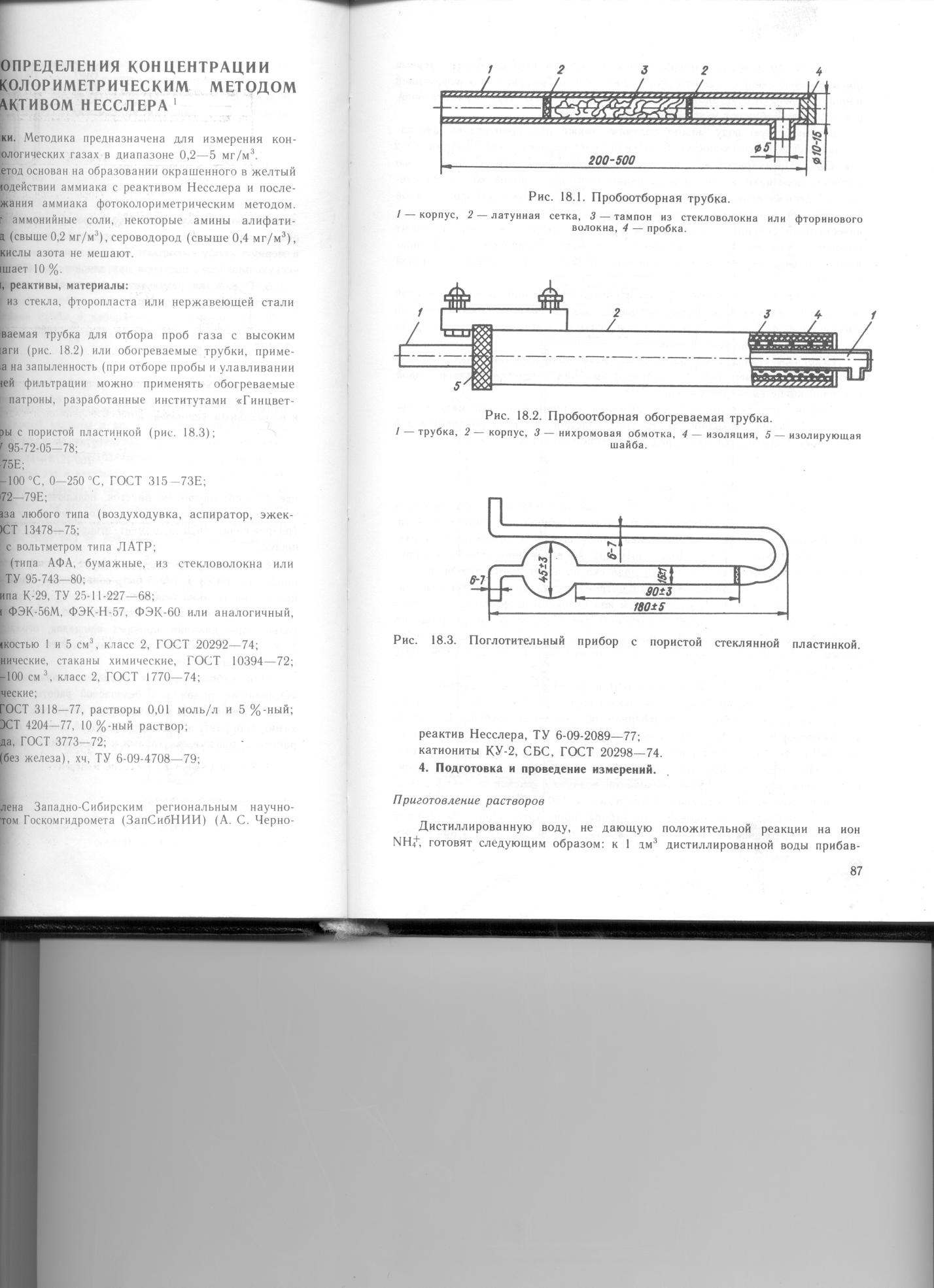
пробирки колориметрические;

соляная кислота, хч, ГОСТ 3118—77, растворы 0,01 моль/л и 5 %-ный;

серная кислота, хч, ГОСТ 4204—77, 10 %-ный раствор;

аммоний хлористый, чда, ГОСТ 3773—72;

аммоний роданистый (без железа), хч, ТУ 6-09-4708—79;



ляют 5 см3 10%-ного раствора серной кислоты и перегоняют ее. Первые порции перегнанной жидкости (100—200 см3) отбрасывают. В следующей порции проверяют реактивом Несслера содержание NH4+. При отрицательной реакции воду собирают и хранят в закрытой бутыли.

Безаммиачную воду можно получить также при пропускании дистил­лированной воды со скоростью 5 см3/мин через колонку с катионитами КУ-2 или СБС. Предварительно проводят подготовку катионита. С этой целью катионит помещают в стакан и заливают дистиллированной- водой. На сле­дующий день катионит многократно обрабатывают 5 %-ным раствором соляной кислоты для освобождения его от железа, проверяют присутствие железа качественной реакцией с роданистым аммонием. Далее катионит переносят в бюретку емкостью 50—100 см3, смывая его дистиллированной водой. В ниж­нюю часть бюретки предварительно помещают слой стеклянной ваты толщиной 1—2 см.

Соляную кислоту пропускают через катионит медленно, до отрицательной реакции на железо. Подготовка катионита заканчивается промыванием его дистиллированной водой до нейтральной реакции. Катионит следует хранить под слоем дистиллированной воды.

Исходный стандартный раствор аммиака концентрацией 1000 мкг/см3 готовят растворением 0,314 г хлорида аммония дистиллированной водой в мерной колбе емкостью 100 см3.

Рабочий стандартный раствор аммиака концентрацией 10 мкг/см3 го­товят разбавлением исходного стандартного раствора дистиллированной водой в 100 раз. Растворы готовят перед проведением анализа.

*Отбор проб*

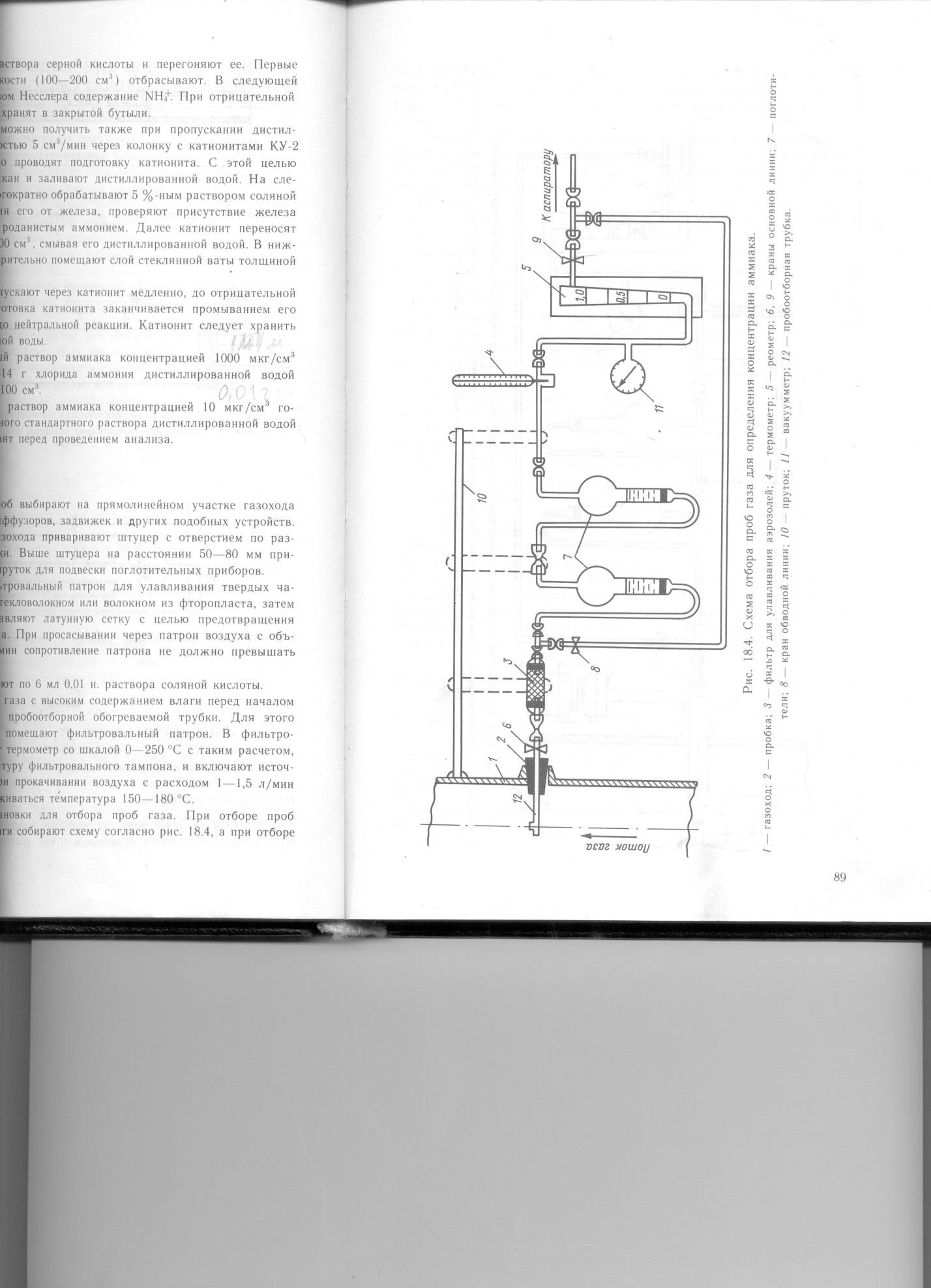
Место для отбора проб выбирают на прямолинейном участке газохода вдали от вентиляторов, диффузоров, задвижек и других подобных устройств. На выбранном участке газохода приваривают штуцер с отверстием по раз­меру пробоотборной трубки. Выше штуцера на расстоянии 50—80 мм при­варивают металлический пруток для подвески поглотительных приборов.

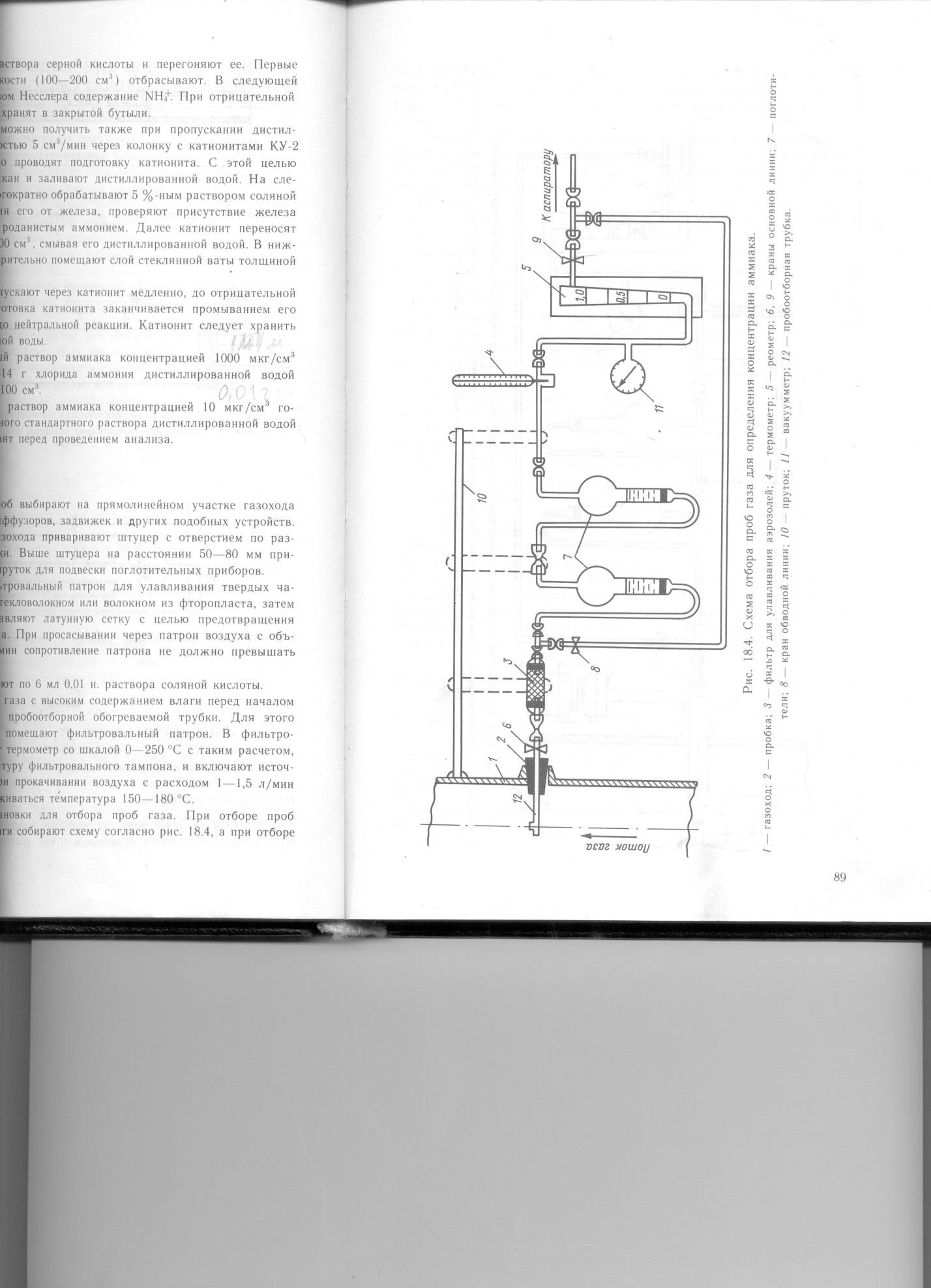
Подготавливают фильтровальный патрон для улавливания твердых ча­стиц. Патрон заполняют стекловолокном или волокном из фторопласта, затем со свободного конца вставляют латунную сетку с целью предотвращения выноса из патрона волокна. При просасывании через патрон воздуха с объ­емным расходом 1—5 л/мин сопротивление патрона не должно превышать 10—15 мм рт. ст.

В поглотители наливают по 6 мл 0,01 н. раствора соляной кислоты.

В случае отбора проб газа с высоким содержанием влаги перед началом отбора проверяют работу пробоотборной обогреваемой трубки. Для этого в пробоотборную трубку помещают фильтровальный патрон. В фильтро­вальный патрон вставляют термометр со шкалой 0—250 °С с таким расчетом, чтобы он измерял температуру фильтровального тампона, и включают источ­ник напряжения 12 В. При прокачивании воздуха с расходом 1 —1,5 л/мин в патроне должна поддерживаться температура 150—180 °С.

Собирают схему установки для отбора проб газа. При отборе проб с низким содержанием влаги собирают схему согласно рис. 18.4, а при отборе





проб газа с высоким содержанием влаги — согласно 18.5. Количество погло­тителей определяют в зависимости от концентрации аммиака в анализируемых газах (в последнем по ходу газа поглотителе аммиак обнаруживаться не должен).

Проверяют герметичность собранной схемы. До ввода пробоотборной трубки в газоход с помощью зажима устанавливают расход воздуха 1—2 л/мин. Закрывают носик пробоотборной трубки. Если через 1—2 мин пузырьки воз­духа в поглотителях перестанут выделяться, система герметична.

Вставляют пробоотборную трубку в газоход. Носик патрона устанавли­вают по ходу газа. В этом случае в фильтровальный патрон попадает мень­ше пыли.

Проводят продувку линии для удаления из нее воздуха, для чего от­крывают кран *8.* После 3—5 мин аспирации газа с расходом 1—2 л/мин закрывают кран *8* и открывают кран *9* основной линии (рис. 18.4).

Устанавливают расход газа по реометру. В течение отбора пробы расход газа и разрежение реометра поддерживают постоянными. Время отбора пробы должно составлять 20 мин в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.3.02—78. Расход газа при отборе проб: 0,5—1 л/мин—для газа, содержащего 0,2— 0,4 мг/м3 аммиака; 0,25—0,5 л/мин для газа, содержащего более 0,4 мг/м3 аммиака.

При отборе пробы газа фиксируют: расход газа по шкале реометра, разрежение у реометра, температуру газа у реометра, атмосферное давление.

После окончания отбора пробы отключают электропитание обогревателя, перекрывают вакуумную линию. Краном *6* перекрывают линию от пробоот­борника до поглотителей. Осторожно отсоединяют поглотители, закрывают вход и выход поглотителей штангами с пробками для предотвращения потерь поглотительного раствора.

Из каждого поглотительного прибора 5 см3 пробы вносят в колори­метрические пробирки, приливают по 0,5 см3 реактива Несслера, взбалтывают и через 5—10 мин фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1—2 см при длине волны 450 нм. Раствором сравнения служит контрольный раствор, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание аммиака в анализируемом объеме определяют по предварительно построенной граду- ировочной зависимости. Для построения градуировочной зависимости готовят растворы по схеме (см. таблицу). При приготовлении стандартных растворов проделывают те же операции, что при анализе проб.

**Схема приготовления растворов для построения градуировочной зависимости**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Кон­троль | Номер стандарта | | | | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 |
| Рабочий стандартный | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 0,7 | 0,8 | 0,9 | 1,0 | 1,5 | 2 |
| раствор, мл |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | у! |  |  |
| Поглотительный раствор, | 5 | 4,9 | 4,8 | 4,7 | 4,6 | 4,5 | 4,4 | 4,3 | 4,2 | 4,1 | 4,0 | 3,5 | 3,0 |
| мл |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Содержание аммиака, | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 15 | 20 |
| мкг |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

Градуировочные зависимости проверяют 1 раз в 3 мес путем приготов­ления свежих растворов и измерения их оптических плотностей.

Примечание: Реактив Несслера следует вливать быстро во избе­жание опалесценции раствора.

**5. Обработка результатов измерений.** Объем отобранной пробы газа определяют по формуле

*V*0 =  273 (Р±*АР*) , (1)

760 (273 + *t*)

где *V0* — объем газовой пробы, приведенный к нормальным условиям (0 °С, 760 мл рт. ст.). дм3; *V* — объем газа при условиях отбора, дм3; *Р*—атмо­сферное давление, мм рт. ст.; *АР* — избыточное давление (разрежение) у реометра, мм рт. ст.; ***t*** — температура газа у реометра, °С.

Расчет концентрации аммиака (С мг/м3) производят по формуле:

C= 1, 2 (*m1* + *m2*),

*V*0 (2)

где *m1* и *m2*— содержание аммиака в пробах соответственно из 1-го и 2-го поглотительных приборов, мкг; *V*0 — объем пропущенного газа, приведенный к нормальным условиям, дм3; 1,2 — отношение объема поглотительного раствора к аликвоте раствора, взятой для анализа.

**6. Техника безопасности.** При отборе проб газов из газоходов работающие должны быть обеспечены спецодеждой, необходимыми материалами и обору­дованием в соответствии с требованиями безопасного проведения указанных работ на данном предприятии.

Площадки, на которых производят отбор проб, должны быть ограждены перилами и бортовыми листами.

Работы на высоте следует проводить в соответствии с требованиями СНиП III-4—80.

Проведение химических анализов должно проводиться в соответствии с требованиями ОСТ 48-252—83 ССБТ «Продукция цветной металлургии. Методы анализа. Общие требования безопасности».