

7 Измерение массовой концентрации диоксида серы в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе, воздухе закрытых помещений и промышленных выбросах спектрофотометрическим методом

7.1 Метод измерений

Метод измерений основан на поглощении диоксида серы из газообразных сред раствором формальдегида с образованием гидроксиметансульфокислоты, которая при добавлении гидроксида натрия разлагается на формальдегид и диоксид серы. Данные вещества при реакции с парарозанилином образуют окрашенное соединение, по интенсивности окраски которого измеряют содержание диоксида серы спектрофотометрическим методом. Соединение окрашено в красно-фиолетовый цвет (от розового до интенсивного красно-фиолетового).

Проводят фотометрическое измерение оптической плотности соединения диоксида серы с сульфаминовой кислотой при длине волны 580 нм.

Содержание диоксида серы в анализируемом растворе определяют по заранее установленной градуировочной характеристике спектрофотометра.

7.2 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений соблюдают требования, установленные в разделе 5 настоящего документа.

7.3 Требования к квалификации операторов

Требования к квалификации операторов установлены в разделе 6 настоящего документа.

7.4 Требования к средствам измерений и вспомогательному оборудованию, расходным материалам и реактивам

7.1.1 При выполнении измерений применяются следующие средства измерений:

7.1.1.1 Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со следующими метрологическими характеристиками: спектральный диапазон от 570 до 590 нм; диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания от 1 до 99; пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания $\pm 1,0$ %.

П р и м е ч а н и е – Справочная информация о некоторых соответствующих требованиям к спектрофотометрам утвержденного типа приведена в Приложении Б настоящего документа.

7.1.1.2 Средство измерений температуры воздуха – термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 1,0$ °С.

П р и м е ч а н и е - Диапазон измерений температуры воздуха СИ должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по пунктам 7.1.1.1, 7.1.1.5 – 7.1.1.11 настоящего документа (если применимо), а также требования пункта 7.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже $\pm 1,0$ °С.

7.1.1.3 Средство измерений относительной влажности воздуха, со следующими метрологическими характеристиками: пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности ± 5 %.

П р и м е ч а н и е - Диапазон измерений относительной влажности воздуха СИ должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по пунктам 7.1.1.1, 7.1.1.5 – 7.1.1.11 настоящего документа (если применимо), а также требования пункта 7.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха не хуже ± 5 %.

7.1.1.4 Средство измерений атмосферного давления, со следующими метрологическими характеристиками: пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления $\pm 0,5$ кПа.

П р и м е ч а н и е - Диапазон измерений атмосферного давления СИ должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по пунктам 7.1.1.1, 7.1.1.5 – 7.1.1.11 настоящего документа (если применимо), а также требования пункта 7.5 настоящего документа,

пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления не хуже $\pm 0,5$ кПа.

7.1.1.5 Средство измерений массы – весы лабораторные со следующими метрологическими характеристиками: класс точности «высокий» или «специальный», действительная цена деления (цена деления) не более 1 мг, максимальная нагрузка (наибольший предел взвешивания) не более 300 г.

7.1.1.6 Средство измерений объемного расхода воздуха или объема отобранного воздуха – аспиратор по ГОСТ Р 51945, обеспечивающий при заданном значении объемного расхода воздуха (пункт 7.7 настоящего документа) характеристику приведенной погрешности объемного расхода воздуха (объема отобранного воздуха) $\pm 5\%$ или побудители тяги любого типа (например, воздуходувки, эжекторы) с счетчиком газа по ГОСТ Р 8.915.

П р и м е ч а н и е – Пределы приведенной погрешности аспираторов $\pm 5\%$, широко встречающихся в испытательных лабораториях (испытательных лабораторных центрах), обычно приведены к нормирующему значению – верхнему пределу измерений расхода, подробнее в пунктах 5.2.7.4.2 и 8.6.3.5.1 ГОСТ Р 51945.

7.1.1.7 Микроманометр по ТУ 4212-002-40001819-98 (при отборе проб промышленных выбросов).

П р и м е ч а н и е – Не требуется, если применяется аспиратор типа ПУ.

7.1.1.8 Средство измерений температуры газа – термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений температуры от 0 °С до плюс 100 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 1,0$ °С (при отборе проб промышленных выбросов).

7.1.1.9 Для контроля длительности установленных временных интервалов используют часы (часы с таймером) по ГОСТ 23350 или секундомер утвержденного типа [б].

П р и м е ч а н и я

1 При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылку на ГОСТ 23350 допустимо не применять.

2 При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации применяются требования национального законодательства страны к СИ, где осуществляется применение настоящего документа, если они установлены.

7.1.1.10 Для контроля линейных размеров используют рулетки утвержденного типа с классом точности по ГОСТ 7502 не ниже 3 или лазерный измеритель расстояния с точностью ± 5 мм в диапазоне измерений от 0,05 до 3,5 м включительно (необходимо, если измерения проводятся в ВРЗ, АВ, ВЗП).

7.1.1.11 рН-метр со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений показателя активности ионов водорода рН от 3 до 5 ед. рН, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений рН $\pm 0,1$ ед. рН.

7.1.1.12 Колбы 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 ГОСТ 1770.

7.1.1.13 Цилиндры 1-100-2 ГОСТ 1770.

7.1.1.14 Бюретка I-1-2-25-0,1 ГОСТ 29251.

7.1.1.15 Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-5, 1-1-2-10 (ГОСТ 29227 или микродозатор или несколько микродозаторов механических переменного (постоянного) объема, позволяющие дозировать жидкости согласно требованиям настоящего документа, с допускаемым относительным отклонением среднего объема дозы от номинального $\pm 2\%$.

П р и м е ч а н и е – Значения дозируемого объема по настоящему документу находятся в диапазоне от 100 до 10000 мм³ (мкл), однако большие значения объема также могут быть дозированы с помощью пипеток по пункту 7.1.1.15 настоящего документа. Допускается применять одновременно пипетки, и микродозаторы различного объема.

П р и м е ч а н и я

1 Допускается использование других средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками. При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылки на ГОСТ 1770, ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 допустимо

не применять. Если ИЛ (ИЛЦ) не заявляет о применении методики в отношении какого-либо объекта или использует не все способы пробоподготовки либо приготовления растворов, то требования о наличии средств измерений, необходимых для измерения такого объекта, пробоподготовки или приготовления раствора не предъявляются.

2 Средства измерений по пунктам 7.1.1.2 - 7.1.1.4 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по пунктам 7.1.1.2 - 7.1.1.4 настоящего документа могут быть конструктивно объединены в одно средство измерений, например: термогигрометр, термогигрометр с каналом измерения атмосферного давления, прибор контроля параметров воздушной среды.

3 Все средства измерения должны быть утвержденного типа [9] и поверены в установленном порядке [10]. При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации к средствам измерений применяются требования национального законодательства страны, где осуществляется применение настоящего документа, если они установлены.

4 Эксплуатация и хранение средств измерений должны осуществляться в соответствии с эксплуатационной документацией из комплекта поставки.

7.1.2 При выполнении измерений применяется следующее вспомогательное оборудование:

7.1.2.1 Холодильник любого типа, обеспечивающий поддержание любой температуры в диапазоне от плюс 2 °С до плюс 8 °С [при реализации ИЛ (ИЛЦ) хранения градуировочного раствора № 1 и № 2].

7.1.2.2 Электроплитка бытовая любого типа.

7.1.2.3 Пробоотборная трубка (зонд) любого исполнения, типа и модификации [для отбора проб (образцов) промышленных выбросов].

П р и м е ч а н и е - Эксплуатация и хранение вспомогательного оборудования должны осуществляться в соответствии с эксплуатационной документацией из комплекта поставки.

7.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы:

7.1.3.1 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

7.1.3.2 Кювета из оптического стекла или кварцевые кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм любого типа.

7.1.3.3 Посуда любого типа для хранения растворов (для хранения отдельных растворов допускается посуда из полимера или стекла).

7.1.3.4 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см³.

7.1.3.5 Фильтры «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-95.

7.1.3.6 Стаканы Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.

7.1.3.7 Поглотительные сосуды Зайцева или поглотительные сосуды Полежаева (Киселева), или поглотительные сосуды Рихтера по ГОСТ 25336 либо по ТУ 25-11-1081-75 или поглотительный сосуд Рихтера скоростной по ТУ 25-11-1081-75.

7.1.3.8 Трубки силиконовые по ТУ 9398-003-001521106-2003 с пробками любого исполнения или пакеты из полимерных пленок любого исполнения, или парафиновые пленки любого исполнения.

7.1.3.9 Штатив любого исполнения (используется для установки поглотительных сосудов для их хранения и транспортировки).

7.1.3.10 Колбы конические вместимостью 100 и 250 см³ по ГОСТ 25336.

П р и м е ч а н и е - Допускается использование других расходных материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками. При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылки на национальные стандарты и технические условия допустимо не применять. Если ИЛ (ИЛЦ) не заявляет о применении методики в отношении какого-либо объекта или использует не все способы пробоподготовки либо приготовления растворов, то требования о наличии расходных материалов, необходимых для измерения такого объекта, пробоподготовки или приготовления раствора не предъявляются.

7.1.4 При выполнении измерений применяются следующие реактивы:

7.1.4.1 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а.

7.1.4.2 Соляная кислота по ГОСТ 3118, ч.д.а.

7.1.4.3 Стандарт-титр 0,1 н калия двухромовокислого (бихромата калия) по ТУ 2642-001-33813273-97.

7.1.4.4 Калий йодистый (йодистый калий) по ГОСТ 4232, ч.д.а.

7.1.4.5 Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

7.1.4.6 Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.

7.1.4.7 Стандарт-титр 0,1 н тиосульфата натрия по ТУ 2642-001-33813273-97.

7.1.4.8 Формалин технический по ГОСТ 1625, любой марки и сорта.

7.1.4.9 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч.д.а.

7.1.4.10 Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.д.а.

7.1.4.11 Парарозанилина гидрохлорид по ТУ 6-09-1182-79, ч.д.а.

7.1.4.12 Калий хлористый по ГОСТ 4234, ч.д.а.

7.1.4.13 Кислота сульфаминовая по ТУ 6-09-2437-79, ч.

7.1.4.14 Натрий сернистокислый пиро (натрия пиросульфит) по ТУ 6-09-4327-78, ч. или натрий сернистокислый (сульфит натрия) по ГОСТ 195, ч.

7.1.4.15 Стандарт-титр 0,1 н раствора йода по ТУ 6-09-2540-87.

7.1.5.16 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

П р и м е ч а н и е - Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных. При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылки на национальные стандарты и технические условия допустимо не применять, необходимо учитывать требования к квалификации реактива, если они установлены. Если ИЛ (ИЛЦ) не заявляет о применении методики в отношении какого-либо объекта или использует не все способы пробоподготовки либо приготовления растворов, то требования о наличии реактивов, необходимых для измерения такого объекта, пробоподготовки или приготовления раствора не предъявляются.