МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
КАЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АРХИТЕКТУРНО-СТРОИТЕЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

М.Г. Зиганшин, А.М. Зиганшин

Лабораторно-практический курс пылегазоочистки
ЧАСТЬ 1. **ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**

Методическое пособие и указания по учебной
и исследовательской работе для студентов направлений
«Строительство» и «Техносферная безопасность»
(квалификация бакалавр и магистр)
Электронная версия

Казань
2016

УДК 621.6:504.3
ББК 30н
З-59

Зиганшин М.Г., Зиганшин А.М.

З-59 ЛАБОРАТОРНО-ПРАКТИЧЕСКИЙ КУРС ПЫЛЕГАЗООЧИСТКИ. ЧАСТЬ 1: Методическое пособие и указания по учебной и исследовательской работе для студентов направлений «Строительство» и «Техносферная безопасность» (квалификация бакалавр и магистр). Версия электронная, исправленная и актуализированная/ М.Г. Зиганшин, А.М. Зиганшин.– Казань: Изд-во Казанского государственного архитектурно-строительного университета, 2016. – 188 с.

Печатается по решению Редакционно-издательского совета Казанского государственного архитектурно-строительного университета.

Пособие содержит методические указания к практическим занятиям и лабораторным работам по основным разделам курса «Процессы и аппараты газоочистки». Подробно освещены вопросы, методы испытания аппаратов пылегазоочистки. Лабораторные работы имеют целью ознакомление с приборами и аппаратурой, приобретение навыков определения свойств дисперсных материалов и анализов состава пылегазовых выбросов, стендовых испытаний систем пылегазоочистки.

Предназначено для студентов, обучающихся по направлениям «Строительство» и «Техносферная безопасность» (квалификация бакалавр и магистр), а также для выполнения плана учебной и исследовательской работы аспирантами различных специальностей теплотехнической, инженерно-экологической, энергетической и техносферно-охранной направленности – 05.23.03, 05.26.01, 05.26.03, 05.14.04 и др.

Пособие может быть также полезно работникам научно-исследовательских и проектных организаций, промышленных предприятий при выполнении исследовательских, проектно-конструкторских пуско-наладочных работ в области охраны воздушного бассейна и эксплуатации пылегазоочистного оборудования.

Табл. 29, ил. 59, библиогр. – 31 наименов.

Рецензент
доктор химических наук, профессор Казанского
государственного энергетического университета
Новиков В.Н.

УДК 628.5:504.3
ББК 30н

© Казанский государственный архитектурно-строительный университет, 2016
© Зиганшин М.Г., Зиганшин А.М., 2016

Оглавление

Оглавление 3
Предисловие 13
ОСНОВНЫЕ УСЛОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ 14
ГЛАВА 1. ОТБОР И ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ПЫЛЕГАЗОВЫХ ВЫБРОСОВ 15
1 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1. ОТБОР И АНАЛИЗ ПРОБ ЗАПЫЛЕННОГО ВОЗДУХА 17
1.1 Общие сведения о составе производственного выброса 17
1.1.1 Основные понятия и терминология 17
1.1.2 Способы представления фракционного состава аэрозоля 18
1.2 Требования к отбору проб 23
1.2.1 Общие сведения 23
1.2.2 Схемы отбора проб 23
1.2.3 Методы отбора проб 24
1.2.4 Учет представительности пробоотбора 24
1.2.4.1 Учет характеристик дисперсных фаз выброса 24
1.2.4.2 Определение положения точек отбора проб в круглых газоходах 25
1.2.4.3 Определение положения точек отбора проб в прямоугольных газоходах 28
1.2.4.4 Обеспечение изокинетических условий отбора проб 28
1.2.4.5 Требования к насадкам для пробоотборных трубок 30
1.2.4.6 Подбор и расчет диаметра насадки по условию изокинетичности 31
1.2.4.7 Сводка основных требований к надлежащему отбору проб 32
1.2.5 Надлежащие конструкции накопительных элементов для определения концентрации взвеси 34
1.2.6 Основные методы определения дисперсного состава взвеси 36
Вопросы для самоконтроля 38
2 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ 38
2.1 Общее понятие о гравиметрическом определении концентрации пыли 38
2.2 Требования к месту отбора проб 39
2.3 Требования к отбору проб 41
2.4 Аппаратура для отбора проб 42
2.5 Отбор проб 43
2.5.1 Подготовка к отбору 43
2.5.2 Процедура отбора 43
2.5.3 Определение пригодности отобранной пробы 46
2.6 Обработка проб 47

2.6.1 Обработка взвешиваемых частей после отбора проб.....47
2.6.2 Обработка промывных растворов 47
2.7 Обработка опытных данных.....48
2.7.1 Расчет концентрации пыли 48
2.7.2 Статистическая обработка данных.....49
2.8 Составление протокола испытаний 50
Вопросы для самоконтроля 51
3 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3. СИТОВОЙ АНАЛИЗ ДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ 51
3.1 Установление пригодности оборудования для рассева пробы.....52
3.1.1 Конструкции используемых сит 52
3.1.2 Технические требования к лабораторным ситам 53
3.1.3 Методы поверки лабораторных сит 53
3.2 Общие сведения о подготовке проб, классификации и представлении результатов 54
3.2.1 Минимальная масса пробы 54
3.2.2 Подготовка и обработка проб.....55
3.2.3 Способы представления результатов рассева 55
3.3 Процедура классификации пробы измельченного материала методами сухого и мокрого просеивания.....56
3.3.1 Рассев пробы методом сухого просеивания.....56
3.3.1.1 Подготовка приборов, аппаратов и инструментов 56
3.3.1.2 Подготовка проб..... 57
3.3.1.3 Процедура классификации мелко- и среднедисперсной пыли 58
3.3.1.4 Процедура классификации крупнодисперсной пыли 58
3.3.2 Рассев пробы методом мокрого просеивания.....59
3.3.2.1 Подготовка приборов, аппаратов и инструментов 59
3.3.2.2 Анализ сухой мелко- и среднедисперсной пыли 60
3.3.2.3 Анализ сухой крупнодисперсной пыли 60
3.3.2.4 Анализ влажной крупнодисперсной пыли 61
3.4 Обработка результатов.....61
Вопросы для самоконтроля 63
4 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4. МЕТОДЫ СЕДИМЕНТАЦИОННОГО АНАЛИЗА ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА ПЫЛИ.....63
4.1 Условия применения седиментометрии 64
4.1.1 Погрешности метода 64
4.1.1.1 Ограничения по физико-химическим характеристикам и кинетике процесса..... 64
4.1.1.2 Ограничения по геометрии частиц..... 65
4.1.1.3 Допустимый диапазон размеров частиц для надлежащей седиментометрии 65

4.2 Общие сведения о весовых методах седиментационного анализа 66
4.2.1 Метод определения скорости оседания частиц из суспензии по скорости накопления массы осадка 66
4.2.2 Метод определения скорости оседания частиц из суспензии по скорости изменения оптической плотности 67
4.2.3 Метод отбора проб оседающей суспензии 67
4.3 Процедура седиментационного анализа по методу определения скорости оседания частиц 67
4.3.1 Определение скорости оседания по накоплению массы осадка.....67
4.3.1.1 Требования к подготовке проб измельченного материала и дисперсионной жидкости 67
4.3.1.2 Аппаратура и реактивы 68
4.3.1.3 Подготовка к анализу 68
4.3.1.4 Процедура анализа 69
4.3.1.5 Обработка результатов 71
4.3.1.6 Протокол испытаний 74
4.3.2 Процедура определения скорости оседания частиц из суспензии по скорости изменения оптической плотности 75
4.3.3 Определение скорости оседания частиц из суспензии по массе отобранных проб осадка (по «пипеточному» методу) 75
Вопросы для самоконтроля 75
5 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА АЭРОЗОЛЯ СТРУЙНЫМ (КАСКАДНЫМ) ИМПАКТОРОМ 75
5.1 Методы определения дисперсного состава взвешенных частиц в потоке 75
5.2 Погрешности измерений 77
5.2.1 Ошибки по месту отбора, ведущие к непредставительности пробы: не изокинетический отбор, стратификация взвеси, малое число точек отбора .77
5.2.2 Ошибки при отборе проб.....78
5.2.3 Ошибки при обработке проб 78
5.3 Струйная импакция и конструкции импакторов 79
5.3.1 Общие сведения о конструкциях импакторов 79
5.3.2 Конструкция импактора «Озон-1» 82
5.3.2.1 Рабочие характеристики импактора «Озон-1»..... 83
5.4 Процедура подготовки и выполнения пробоотбора 85
5.4.1 Предварительная подготовка.....85
5.4.2 Подготовительные работы 87
5.4.3 Процедура отбора.....88
5.4.3.1 Сборка и проверка готовности системы отбора проб 88
5.4.3.2 Проведение процедуры отбора 89
5.4.3.3 Завершение процедуры отбора 89
5.4.4 Обработка и взвешивание дисков импактора с пробой.....89

5.4.5 Обработка опытных данных 90
5.4.5.1 Приведение границ разделения ступеней импактора к актуальным условиям 90
5.4.5.2 Определение фракционного состава частиц отобранной пробы 90
5.4.5.3 Определение медианного диаметра D_m, стандартного отклонения σ и концентрации частиц отобранной пробы 91
5.4.6 Протокол испытаний 92
Вопросы для самоконтроля 92
6 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6. КОСВЕННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАПЫЛЕННОСТИ ГАЗОВОЙ СРЕДЫ 93
6.1 Методы измерения концентрации пыли 93
6.2 Нормативные требования к оборудованию для измерения параметров аэрозольных систем 93
6.3 Характеристика приборов косвенного определения параметров пыли некоторых зарубежных производителей 96
6.3.1 Пылемеры EP1000A фирмы OLDHAM(США-Франция) 96
6.3.2 Переносные оптические и пьезоэлектрические пылемеры фирмы KANOMAX Inc. (США) 99
6.4 Характеристики приборов косвенного определения параметров пыли некоторых отечественных производителей 101
6.4.1 Радиоизотопные пылемеры 101
6.4.2 Оптический счетчик аэрозольных частиц АЗ-10 101
6.4.3 Нефелометр ОМПН-10,0 102
6.4.4 Пылемеры типа ИДИП-01 102
6.4.5 Анализатор ИКП-1 104
6.5 Процедура подготовки прибора ИКП-1 и выполнения пробоотбора 106
6.5.1 Предварительная подготовка 106
6.5.2 Отбор проб и замер концентрации пыли 106
6.6 Обработка опытных данных 107
6.7 Протокол испытаний 107
Вопросы для самоконтроля 108
7 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7. ГРАВИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАСЫПНОЙ ПЛОТНОСТИ ПЫЛИ 108
7.1 Общее понятие о насыпной плотности дисперсного материала и ее измерении 108
7.1.1 Терминологическое определение понятия насыпной плотности дисперсного материала 108
7.2 Источники погрешностей измерений насыпной плотности 110

7.3 Основные принципы действующих стандартных методик определения насыпной плотности сырья и продукции, гармонизированных с евростандартами 110
7.4 Методика анализа насыпной плотности производственных пылей 111
7.4.1 Основные принципы 111
7.4.2 Процедура определения насыпной плотности с цилиндроконическим бункером (с бункером и воронкой) 112
7.4.2.1 Назначение и область применения 112
7.4.2.2 Сущность метода 112
7.4.2.3 Аппаратура 112
7.4.2.4 Отбор проб 113
7.4.2.5 Порядок испытаний 113
7.4.3 Процедура определения насыпной плотности с волюмометром Скотта 114
7.4.3.1 Назначение и область применения 114
7.4.3.2 Сущность метода 114
7.4.3.3 Аппаратура 114
7.4.3.4 Отбор проб 116
7.4.3.5 Порядок испытаний 116
7.5 Выполнение опытных замеров процедуры определения насыпной плотности 117
7.5.1 Используемые приборы, оборудование и материалы 117
7.5.2 Процедура заполнения мерного цилиндра 118
7.5.3 Процедура взвешивания 119
7.5.4 Процедура замеров при определении емкости мерного цилиндра 119
7.6 Обработка опытных данных 120
7.6.1 Определение объема цилиндра 120
7.6.2 Определение насыпной плотности пыли 120
7.7 Тестирование метрологических характеристик 120
7.7.1 Общие положения 120
7.7.2 Поверка сходимости 121
7.7.3 Поверка воспроизводимости 121
7.7.4 Протокол испытаний 121
Вопросы для самоконтроля 121
8 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8. ОТБОР И АНАЛИЗ ГАЗОВЫХ ПРОБ 122
8.1 Организационные основы надлежащей лабораторной практики при испытаниях в сфере экологической безопасности 122
8.1.1 Общие принципы надлежащей лабораторной практики 122
8.1.2 Назначение и область применения нормативов надлежащей практики 122

8.1.3 Структура исследовательской группы 123
8.1.4 Содержание плана исследования..... 124
8.1.5 Требования к организации исследований..... 124
8.1.6 Требования к надлежащему оформлению отчета о результатах исследований 125
8.1.7 Содержание заключительного отчета группы..... 126
8.2 Методическое обеспечение контроля газового состава производственных выбросов..... 126
8.2.1 Основные цели и задачи анализа газового состава производственных выбросов..... 126
8.2.2 Подготовка к выполнению анализов газового состава производственных выбросов..... 127
8.2.2.1 Организация подготовки измерений при мониторинге газового состава производственных выбросов 127
8.2.2.2 Организация подготовки измерений при периодических плановых замерах газового состава производственных выбросов..... 128
8.2.2.3 Организация подготовки измерений при внеплановых замерах (экспресс-анализа) газового состава производственных выбросов 129
8.2.3 Надлежащие средства и методы газового анализа 129
8.2.3.1 Общие требования к средствам и методам измерений газового состава выбросов 129
8.2.3.2 Надлежащие (официально допущенные к применению) методы измерения состава гомогенных выбросов 130
8.2.4 Физико-химические принципы официально допущенных к использованию методов измерения состава выбросов 132
8.2.4.1 Газохроматографические методы..... 132
8.2.4.2 Фотометрические методы 134
8.2.4.3 Некоторые другие методы анализа, представленные в официальном Перечне 135
8.3 Отборы проб воздуха и газовых выбросов..... 136
8.3.1 Схемы отбора проб 136
8.3.2 Подготовка проб до анализа 138
8.3.3 Учет объемов отбираемых проб 140
8.4 Выполнение процедуры газохроматографического и фотоколориметрического анализа состава воздуха производственного помещения 141
8.4.1 Газохроматографический анализ состава воздуха..... 141
8.4.1.1 Устройство и действие хроматографа «Газохром 3101»141
8.4.1.2 Проверка готовности системы отбора проб газов и хроматографа..... 142
8.4.1.3 Выполнение процедуры отбора проб газов..... 143
8.4.1.4 Выполнение процедуры хроматографирования 143

8.4.1.5 Расшифровка хроматограммы 144
8.4.2 Фотоколориметрический анализ состава воздуха 144
8.4.2.1 Характеристики фотоколориметра КФК-3-01 144
8.4.2.2 Проверка готовности системы отбора проб газов и фотоколориметра. 145
8.4.2.3 Выполнение процедуры отбора проб газов..... 145
8.4.2.4 Выполнение процедуры колориметрирования 145
8.4.2.5 Обработка результатов колориметрирования 146
8.5 Составление отчета..... 146
8.5.1 Требования к надлежащему оформлению отчетов о результатах исследований состава газа 146
8.5.2 Содержание заключительного отчета группы..... 146
Вопросы для самоконтроля 147
ГЛАВА 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ И АППАРАТОВ ГАЗООЧИСТКИ..... 148
9 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 9. ИСПЫТАНИЕ ПОРИСТОГО ФИЛЬТРА 148
9.1 Общее понятие о фильтрации в пористом слое. Эффекты захвата .. 148
9.1.1 Параметр инерционного захвата η_{Stk} 149
9.1.2 Параметр захвата касанием η_R 150
9.1.3 Итоговый коэффициент захвата η_{tot}..... 151
9.2 Порядок определения расчетной степени осаждения..... 151
9.3 Натурные исследования работы зернистого фильтра..... 153
9.3.1 Используемые приборы и оборудование..... 153
9.3.2 Методика выполнения исследования 154
9.3.3 Обработка результатов исследований 154
9.3.4 Отчет о результатах исследований..... 155
Вопросы для самоконтроля 155
10 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 10. ИСПЫТАНИЕ ЦИКЛОНА..... 156
10.1 Оптимизация аэродинамического режима..... 156
10.1.1 Понятие оптимальной скорости..... 156
10.1.2 Определение энергетических затрат и степени герметичности циклона 156
10.1.3 Экспериментальный стенд и схема замеров 157
10.1.4 Процедура выполнения замеров при аэродинамических испытаниях сети..... 158
10.1.5 Обработка опытных данных. Вычисление характеристик оптимального режима работы циклона 159
10.1.5.1 Определение скорости воздуха в коллекторе 159
10.1.5.2 Определение коэффициента потерь давления циклона..... 159
10.1.5.3 Построение графика оптимального режима работы циклона 160

10.1.5.4 Нахождение доли подсосов воздуха в бункере.....160
10.2 Определение степени очистки пылегазовых выбросов в циклоне ... 161
10.2.1 Определение общего (полного) и фракционного коэффициентов очистки 161
10.2.2 Испытание эффективности циклона по степени пылеосаждения161
10.2.2.1 Экспериментальный стенд и схема замеров 161
10.2.2.2 Процедура выполнения замеров 161
10.2.3 Обработка опытных данных. Определение степени осаждения пыли в циклоне..... 162
10.2.3.1 Вычисление полного коэффициента осаждения..... 162
10.2.3.2 Вычисление фракционных коэффициентов осаждения..... 162
10.3 Отчет о результатах исследований..... 162
Вопросы для самоконтроля 163
11 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 11. ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМНЫХ ПАРАМЕТРОВ СТУПЕНЧАТОЙ ОБРАБОТКИ ВЫБРОСОВ С ПАРНИКОВЫМИ ГАЗАМИ 164
11.1 Общая характеристика системы ступенчатой адсорбционной, конденсационной и термической обработки выбросов с компонентами, оказывающими парниковый эффект..... 164
11.2 Исследование режимов фонтанирования адсорбента в узле хемосорбционной обработки выбросов..... 166
11.2.1 Характеристики фонтанирования адсорбента как сыпучего материала 166
11.2.1.1Схема образования фонтанирующего слоя в контактном аппарате исследуемой формы..... 166
11.2.1.2 Аэродинамическое сопротивление фонтанирующего слоя .. 166
11.2.1.3 Аэродинамические режимы фонтанирования..... 167
11.2.2 Факторы, определяющие эффективность обработки выбросов .. 168
11.3 Процедура определения параметров фонтанирования адсорбента в контактном аппарате..... 168
11.3.1 Работа узла фонтанирования контактного аппарата и выполнение замеров 168
11.3.2 Определение аэродинамического сопротивления конической части аппарата в холостом режиме без адсорбента и загрязнителя..... 168
11.3.3 Процедура установления параметров фонтанирующего слоя адсорбента в холостом режиме без загрязнителя 169
11.3.4 Процедура отбора проб газа для установления эффективности очистки при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы 169
11.4 Обработка опытных данных по процедуре определения параметров фонтанирования адсорбента..... 170

11.4.1 Определение зависимости сопротивления аппарата от скорости потока 170
11.4.2 Определение сопротивления фонтанирующего слоя 170
11.4.3 Определение минимальной и максимальной скорости фонтанирования 170
11.4.4 Определение зависимости степени очистки газов от температуры при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы 171
11.4.5 Сводная информация по процедуре определения параметров фонтанирования адсорбента 171
11.5 Исследование параметров узла конденсации 172
11.5.1 Особенности процесса выделения конденсирующихся компонентов выбросов в узле конденсации 172
11.5.2 Процедура определения параметров обработки отбросных газов в конденсаторе 172
11.5.2.1 Работа узла конденсации. Процедура замеров в учебной лабораторной работе 172
11.5.2.2 Особенности работы узла конденсации и выполнения замеров при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы 173
11.5.2.3 Обработка опытных данных по процедуре определения параметров процесса конденсации в учебной лабораторной работе .. 173
11.5.2.4 Обработка опытных данных по узлу конденсации при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы 174
11.5.2.5 Сводная информация по процедуре определения параметров обработки отбросных газов в конденсаторе 174
11.6 Исследование параметров узла термообработки (при выполнении учебной лабораторной работы не проводится) 174
11.6.1 Характеристика процессов и конструкции узла термообработки 174
11.6.1.1 Принципы термообработки 174
11.6.1.2 Режимы работы газогорелочного устройства 175
11.6.1.3 Стабилизация фронта горения 176
11.6.2 Процедура определения параметров термообработки отбросных газов 177
11.6.3 Обработка опытных данных по узлу термообезвреживания отбросных газов 178
Вопросы для самоконтроля 179
12 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 12. ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМНЫХ ПАРАМЕТРОВ ОБРАБОТКИ ВЫБРОСОВ С ПАРНИКОВЫМИ ГАЗАМИ В АБСОРБЕРЕ 179

12.1 Общая характеристика системы абсорбционной обработки выбросов с компонентами, оказывающими парниковый эффект 179
12.2 Факторы, определяющие эффективность обработки выбросов 180
12.3 Работа аппарата абсорбционной очистки с трубой Вентури и завихрителем 180
12.3.1 Замеры, необходимые для определения коэффициента очистки загрязнителя в абсорбере 181
12.3.2 Процедура определения параметров абсорбционной обработки отбросных газов 181
12.3.2.1 Схема испытания абсорбционного аппарата 181
12.3.2.2 Порядок определения параметров абсорбционной установки 182
12.3.2.3 Оценка достоверности определения концентраций парниковых газов 182
12.3.3 Обработка экспериментальных данных 183
12.3.3.1 Расчеты массопереноса из жидкой фазы в газовую 183
12.3.3.2 Расчеты массопереноса из газовой фазы в жидкую 184
Вопросы для самоконтроля 185
Список литературы 186

Предисловие

Природоохранный курс, ориентированный на решение конкретных задач защиты воздушного бассейна, возникающих при проектировании, строительстве и эксплуатации промышленных предприятий, был организован в КГАСУ для студентов специальности «Теплогазоснабжение и вентиляция» в конце 70-ых годов прошлого века. Необходимость глубокой подготовки специалистов соответствующего направления была вызвана неблагополучным состоянием воздушного бассейна городов Поволжско-Уральского региона вследствие перенасыщенности их предприятиями энергетики, химии, нефтехимии, машиностроения.

Задача актуальна и поныне. Курс "Процессы и аппараты газоочистки" претерпел существенные изменения, однако основополагающие принципы сохранились. В их числе – обеспечение условий для обретения, наряду с теоретическими знаниями и первичным опытом проектирования систем газоочистки, надлежащих навыков практической работы с газоочистным оборудованием, соответствующим современным нормативам, а также навыков решения задач, с которыми приходится сталкиваться специалистам при конструировании, проектировании, испытании и эксплуатации пылегазоочистного оборудования.

С этой целью уже более 20 лет проводится лабораторно-практический курс, непосредственно связанный с практикой проектирования, испытания и эксплуатации пылегазоочистных систем. При подготовке отдельных работ курса был использован опыт других вузов, в частности, Московского института сталей и сплавов.

Лабораторный практикум, включающий 12 работ, представлен в первой части пособия. Здесь наряду с изучением и освоением методов испытания пылегазоочистного оборудования обучающиеся имеют возможность овладения, в полном соответствии с современными международными требованиями к лабораторной практике [1], первичными навыками надлежащей организации аналитической работы. Однако очевидно, что сама процедура анализа пылевых и газовых проб при испытании очистных систем должна выполняться квалифицированными специалистами по химическому анализу, иначе принципы надлежащей лабораторной практики будут нарушены уже в своей основе.

Для выполнения лабораторных работ может потребоваться до шести академических часов. Поэтому методические указания составлены так, чтобы можно было выделить самостоятельные двухчасовые фрагменты. Установки лабораториума достаточно просты в изготовлении, комплектуются доступным оборудованием, и, вместе с тем, допускают любую конструктивную модернизацию. Отдельные работы предназначены для

проведения учебных и научных исследований в рамках УИРС и внеучебной научной деятельности студентов и аспирантов.

Практический курс, представленный во второй части пособия, охватывает достаточно широкий круг задач, с которыми приходится сталкиваться специалистам при современном конструировании и проектировании пылегазоочистных систем. В частности, в рамках стратегии совместного конструирования и виртуального инженерного исследования CAD – CAE рассмотрены способы исследования и оптимизации методами CFD очистных систем и происходящих в них процессов.

В пособиях по лабораторному практикуму, проектированию и теоретическому курсу газоочистки, изданных в 1995…2005 гг. [2, 3, 4], материал практического курса не был сконцентрирован, и большей частью отсутствовал. Материал лабораторного практикума также нуждался в кардинальной переработке в связи с изменениями последнего времени. Сейчас все работы приведены в соответствие с актуальными национальными стандартами РФ, которые в связи с вступлением в ВТО были гармонизированы с положениями международной системы стандартов (ISO).

При подготовке издания авторы учли все замечания и пожелания, поступившие после первого издания пособия в 1995 г. Авторы надеются, что данное учебное пособие также окажется полезным при проведении курсов и исследований, связанных с охраной воздушного бассейна.

ОСНОВНЫЕ УСЛОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ

C – концентрация газообразного загрязнителя в воздухе, мг/м^3
d – влагосодержание воздуха (газа), г/кг воздуха (газа)
G – расход воздуха (газовой фазы), м^3/с
L – расход жидкой фазы, кг/с
P – давление, Па
Re – критерий Рейнольдса
R_{tch} – параметр касания
Stk – критерий Стокса
t – температура, °С
T – температура, К
W – скорость, м/с
z – концентрация пыли в воздухе (в газовой фазе), мг/м^3
α – коэффициент избытка воздуха
ε – порозность
η – динамическая вязкость, кг/(м·с), Па·с; степень очистки
ν– кинематическая вязкость, м^2/с
τ – время, с
ρ – плотность, кг/м^3
ρ_s – оптическая плотность

ИНДЕКСЫ
0 – нормальные условия (273,15 K и 0,101325 МПа)
a – воздух (в т.ч. обрабатываемый)
b – начальные, входные характеристики
bar – барометрическое давление
bet – промежуточные значения
cl – расчетные величины
d – динамическое давление
db (dry-bulb) – сухой термометр
DBT – температура сухого термометра
e – конечные, выходные характеристики
eff – эффективные величины
f - трение
i – номер ингредиента
l – ламинарный режим
LNG – сжиженный углеводородный (природный) газ
m – средние значения величин
NG – природный газ
r – опытные, измеренные, действительные величины
red – приведенные значения
s – статическое давление
sdl – графическое
t – турбулентный режим
wb (wet-bulb) –мокрый термометр
WBT– температура мокрого термометра
x – характеристики жидкой фазы (среды)
y – характеристики газовой фазы (среды)

ЧАСТЬ 1. НАДЛЕЖАЩИЙ ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ГАЗООЧИСТКИ

ГЛАВА 1. ОТБОР И ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ПЫЛЕГАЗОВЫХ ВЫБРОСОВ

Все стадии современных производственных процессов, от подготовки сырья и выработки энергии до транспорта готовой продукции, сопровождаются выделением вредных отходов в окружающую среду. Значительная доля отходов сбрасывается в атмосферу, загрязняя ее дисперсными и газообразными токсичными веществами.

Пока еще основным способом защиты атмосферы от промышленных выбросов остается оснащение «грязных» технологий очистными устройствами. Большое разнообразие производственных процессов, и, соответственно, отбросных газов, как правило, ставит разработчиков перед

необходимостью создания новых, нетиповых средств очистки или же основательной доработки существующих решений.

До разработки системы газоочистки необходимо собрать сведения о количестве, составе, физико-химических и других свойствах выбросов. Полученная информация, оформленная в статусе исходных данных, становится обоснованием для выполнения всего дальнейшего цикла исследовательских, проектно-конструкторских и пуско-наладочных работ. Этот этап является весьма ответственным, т.к. создать устройство, способное обеспечить высокую степень очистки, можно только на основе полных и достоверных сведений о газовых выбросах. Очевидно также, что низкая эффективность работы будущей системы очистки может быть заложена уже изначально, а все затраты на ее создание будут напрасными, если подготовка исходных данных окажется недостаточно качественной.

Чтобы избежать подобной ошибки, параметры пылегазовых выбросов определяют по результатам лабораторных испытаний и анализов, проводимых в строгом соответствии со стандартными методиками. Так например, методы отбора и анализа проб пыли из потоков производственных выбросов строго регламентированы [5]. Имеется еще ряд обязательных для исполнения нормативных методик, которые требуется усвоить и соблюдать для обеспечения надлежащего результата лабораторной практики.

Достоверность получаемой в испытаниях информации зависит от точного соблюдения правил отбора проб и их обработки. Для корректного выполнения такой работы исследователям необходимы конкретные навыки обращения с приборами, реактивами, измельченными материалами, которые обеспечивали бы надлежащее исполнение всего комплекса операций по процедуре проводимого испытания. Приобретение практических навыков (практикум) надлежащего выполнения испытаний систем пылегазоочистки строится в строгом соответствии с нормативными требованиями, изложенными в Национальном стандарте РФ [1].

Приобретение навыков испытаний газоочистных систем, кроме подготовки данных для проектирования, необходимо также специалистам, эксплуатирующим сооруженные системы и/или осуществляющим контроль за их эксплуатацией и состоянием воздушной среды. В соответствии с цитированным стандартом [1], цель испытаний с отбором и анализом проб химических веществ промышленного назначения состоит в том, чтобы получить данные о свойствах испытуемых объектов и/или об их безопасности для здоровья людей и/или окружающей среды. Регламентируемыми в стандарте принципами надлежащей лабораторной практики охватываются любые неклинические испытания в области медицинской и экологической безопасности, включая исследования, проводимые с целью регистрации и лицензирования как в лабораторных, так и в полевых (тепличных) условиях.

В лабораторных работах первой главы рассматриваются методы отбора гетерогенных и гомогенных проб из атмосферы, помещений и коммуникаций, соединяющих промышленное оборудование – источник выброса – с очистными устройствами, и анализа отобранных проб газов с различными параметрами на запыленность. Здесь же затронуты вопросы, связанные с определением дисперсного состава и плотности измельченных материалов.

1 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1. ОТБОР И АНАЛИЗ ПРОБ ЗАПЫЛЕННОГО ВОЗДУХА

1.1 Общие сведения о составе производственного выброса

1.1.1 Основные понятия и терминология

Производственные выбросы в общем случае представляют собой гетерогенные системы, состоящие из смеси газов и взвешенных частиц разных размеров, которые могут находиться в различных агрегатных состояниях. Подобные системы принято называть аэродисперсными или аэрозолями, их газовую среду – дисперсионной, а взвешенные частицы – дисперсной фазой. Аэрозоли, образовавшиеся в результате измельчения (диспергации) твердых или жидких материалов и их перехода во взвешенное состояние, называют диспергационными. Если дисперсная фаза образуется в газовой среде вследствие перехода ее части в конденсированное (твердое или жидкое) состояние, например, при химическом взаимодействии газов и паров или их конденсации, то такие аэродисперсные системы называют конденсационными.

Диспергационные и конденсационные аэрозоли с жидкой дисперсной фазой принято называть туманом, конденсационные с твердой и/или смешанной (увлажненной) дисперсной фазой – дымами, диспергационные с твердой фазой – пылью.

Частицы пыли, содержащиеся в производственном выбросе, могут, как правило, сильно различаться по размерам. Совокупность размеров всех частиц рассматриваемого аэрозоля называют его дисперсностью. Под массовой или счетной концентрацией понимают массу или число частиц в единице объема дисперсионной среды.

Поведение частиц в потоке определяется не только размерами, но и формой, плотностью, величиной поверхности их контакта с дисперсионной средой, другими параметрами. Поэтому для оценки транспортных свойств частиц используется линейный параметр – аэродинамический диаметр, характеризующий различие частиц по скорости (темпу) осаждения в газовой или жидкой среде. Частицы с одинаковым аэродинамическим диаметром

будут одинаково осаждаться из потока, хотя бы они и отличались размерами, формой или (и) плотностью.

Аэродинамические диаметры могут быть определены различными способами. Так, диаметр частицы по Стоксу (стоксовский диаметр) – это диаметр сферической частицы, обладающей такой же плотностью и скоростью оседания, как и рассматриваемая частица. Классический аэродинамический диаметр – это диаметр сферы с единичной плотностью[1], имеющей при ламинарном движении потока такую же скорость оседания, как и рассматриваемая частица.

1.1.2 Способы представления фракционного состава аэрозоля

Если поделить совокупность размеров всех частиц аэрозоля, т.е. его дисперсность, на некоторые интервалы – фракции, и определить массовую (счетную) долю или процентное содержание каждой фракции по отношению к массе (числу) всех частиц, то получится фракционный состав аэрозоля. Он может быть представлен в виде ступенчатого графика – гистограммы (рис.1.1).

Графики такого типа дают наглядное представление о распределении частиц аэрозоля по размерам. Очевидно, что при уменьшении интервалов ступенчатость сглаживается, и в пределе гистограмма будет стремиться к плавной кривой.

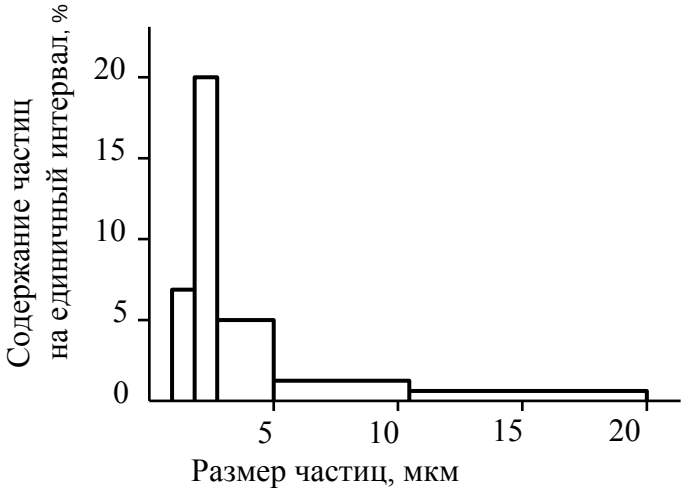


Рис. 1.1. Гистограмма дисперсного состава аэрозоля

В отдельных случаях она может стать близкой по форме к кривой гауссового (нормального) распределения случайных величин (рис. 1.2, кривая 1). Формализм нормального распределения (НР) представляет существенные преференции в практических расчетах: с позиции математической статистики НР может быть задано однозначно всего лишь

[1] 1г/см^3, или 1кг/дм^3; в СИ – 1000 кг/м^3 , или 1т/м^3.

двумя параметрами – средним (медианным) значением диаметра частиц D_m и стандартным (среднеквадратичным) отклонением σ от среднего диаметра:

$$D_m = \sum_{i=1}^{N} n_i D_i \Big/ \sum_{i=1}^{N} n_i ; \tag{1.1}$$

$$\sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} n_i \left(D_m - D_i\right)^2 \Big/ \left(\sum_{i=1}^{N} n_i - 1\right)}, \tag{1.2}$$

где D_i, n_i – диаметр (размер) и доля частиц i - й фракции, N – число фракций.

Для большинства реальных аэрозолей кривая распределения отличается от нормального вида (рис. 1.2, кривая 2). Из-за того, что мелких частиц в них побольше, чем крупных, она становится полого скошенной в сторону больших размеров. Подобные графики часто удается привести к виду нормального распределения, откладывая по оси абсцисс вместо размеров частиц их логарифмы.

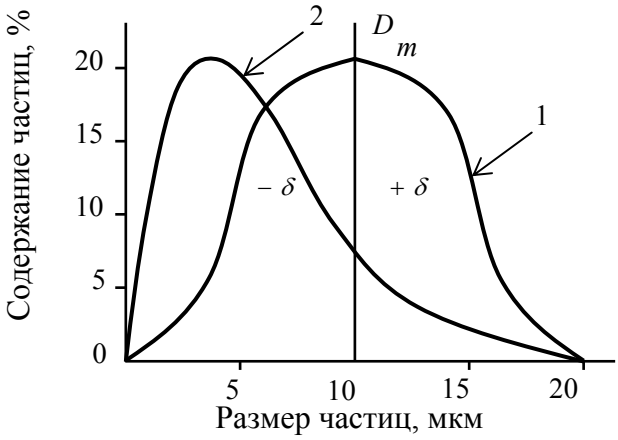


Рис. 1.2. Нормальное (1) и логарифмически нормальное (2) распределение размеров частиц аэрозоля

Если полученный таким образом новый график близок по форме к кривой НР, то считают, что частицы распределены по логарифмически нормальному закону. Подобно нормальному, логарифмически нормальное распределение (ЛНР) также можно однозначно задавать двумя параметрами – значениями логарифмов среднего диаметра D_m и стандартного отклонения σ от него:

$$\lg D_m = \sum_{i=1}^{N} n_i \lg D_i \Big/ \sum_{i=1}^{N} n_i , \tag{1.3}$$

$$\lg \sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} n_i \left(\lg D_m - \lg D_i\right)^2 \Big/ \left(\sum_{i=1}^{N} n_i - 1\right)}. \tag{1.4}$$

Функция распределения параметров аэрозоля по размерам частиц, соответствующая графику ЛНР размеров частиц, описывается выражением:

$$f(D)=\frac{1}{\sqrt{2\pi}\lg\sigma}\int_{-\infty}^{\lg D}\exp\left[-\frac{(\lg D-\lg D_i)^2}{2\lg^2\sigma}\right]d(\lg D). \qquad (1.5)$$

Оно нормировано[2] и тождественно в таком виде интегралу вероятностей. Его значения табулированы и приводятся во многих изданиях, что удобно для вычисления характеристик взвешенных частиц.

Графики, представленные на рис. 1.1, 1.2, показывают процентное содержание (долю) частиц в каждом из интервалов, на которые поделена их дисперсность. Такое представление состава аэрозоля называется дифференциальным. Наряду с ним используется интегральное представление, когда содержание частиц по фракциям выражают нарастающим итогом (рис. 1.3).

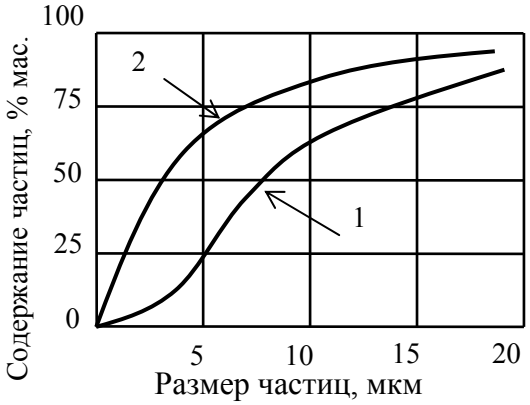


Рис. 1.3. Интегральные графики НР (1) и ЛНР (2) частиц в координатной сетке равномерного масштаба

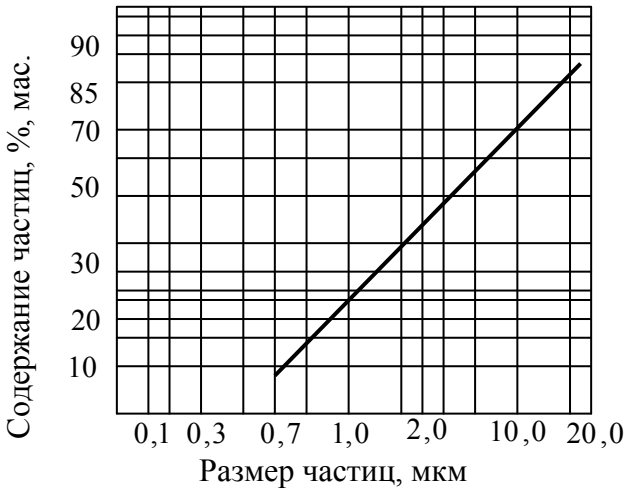


Рис. 1.4. Интегральный график ЛНР частиц аэрозоля в сетке с вероятностно-логарифмическим масштабом координат

[2] Это означает, что множители перед интегралом подобраны так, чтобы результат не мог быть больше единицы

Можно построить специфичную координатную сетку, на которой интегральный график ЛНР будет иметь вид прямой линии (рис. 1.4).Такая сетка имеет неравномерные шкалы – вероятностную по оси ординат и логарифмическую по оси абсцисс, и называется вероятностно-логарифмической. Ординаты в ней, сообразно со значениями интеграла вероятностей, растянуты в областях малых и больших значений долей и сжаты в области средних значений. По выпрямленным графикам удобно находить средние диаметры и среднеквадратичные отклонения от них, в связи с чем составы аэрозолей всегда стремятся аппроксимировать ЛНР.

Средним (медианным) значением диаметра частиц D_m считается размер, по которому частицы данного аэрозоля распределятся на две равные по количеству (с 50%-ным содержанием по массе или числу) части. Значение D_m может быть найдено из свойств стандартного нормального распределения. Равенству[3] $\lg D - \lg D_i = \pm \lg \sigma$ выражения (1.5) соответствуют два его значения: 0,8413 и 0,1587. Они равны содержанию в диспергированном материале 84,13% и 15,87% частиц с размерами, превосходящими некоторые два диаметра, которые принято обозначать как $D_{84,13}$ и $D_{15,87}$. Отсюда логарифм стандартного отклонения

$$\lg \sigma = \lg D_{84,13} - \lg D_m = \lg D_m - \lg D_{15,87};$$

здесь $D_{84,13}$, $D_{15,87}$ – диаметры частиц, крупнее которых в дисперсной части аэрозоля содержится 84,13% и 15,87%.

Следовательно,

$$\sigma = D_{84,13} / D_m = D_m / D_{15,87}. \qquad (1.6)$$

Обычно для частиц пыли производственных выбросов значение σ находится в пределах 2,5 – 3,5, что характеризует их существенную полидисперсность. Это может вносить некоторую неопределенность при классификации выбросов по дисперсности пыли. В соответствии с действующим ГОСТ 17.2.1.01-76 (с изм. 1, актуализацией текста 15.04.2009) [6], выбросам в атмосферу в зависимости от размера частиц присваиваются следующие цифровые индексы: менее $0{,}5 \cdot 10^{-6}$ м – 1, от $0{,}5 \cdot 10^{-6}$ до $3 \cdot 10^{-6}$ м включительно – 2, от $3 \cdot 10^{-6}$ до $10 \cdot 10^{-6}$ м включительно – 3, от $10 \cdot 10^{-6}$ до $50 \cdot 10^{-6}$ м включительно – 4, от $50 \cdot 10^{-6}$ м – 5.

Соответствующие индексам классификационные зоны показаны на рис. 1.5, где также нанесен интегральный график дисперсного состава пыли по рис. 1.4. Можно видеть, что он располагается в зонах 2, 3 и 4. По данным индексам ГОСТ предписывает построение условного обозначения (классификации) выбросов, однако структура построения для подобных случаев ГОСТом не определена.

---

[3] Для этого, очевидно, показатель экспоненты в выражении (1.5) должен быть равен –0,5.

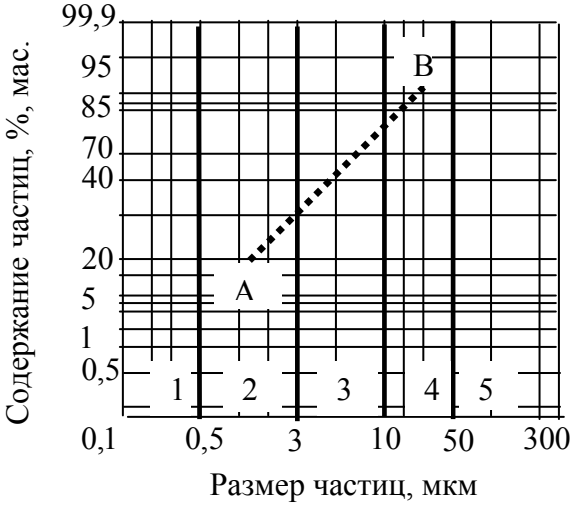


Рис. 1.5. Границы классификационных зон выбросов в зависимости от размера частиц по ГОСТ 17.2.1.01-76 (статус действующий)

Как один из вариантов разрешения коллизии возможно было бы применение нормы ныне аннулированного ГОСТ 12.2.043-80, где предусматривалось в подобных случаях принимать группу дисперсности более мелкой пыли. При этом необходимо иметь в виду, что по ГОСТ 12.2.043-80 меньший цифровой индекс 1 присвоен наиболее крупнодисперсной пыли, а больший индекс 5 – наиболее мелкодисперсной пыли. Границы классификационных зон соответствующих групп дисперсности пыли представлены на рис. 1.6.

Рис. 1.6. Ориентировочные границы классификационных групп аэрозоля по ГОСТ 12.2.043-80 (аннулирован)

Здесь же показан интегральный график дисперсного состава пыли по рис. 1.4, который свидетельствует о его принадлежности по недействующему

ГОСТу к группе 4 «мелкодисперсная пыль», что ориентировочно соответствует индексу «2» по действующему ГОСТ 17.2.1.01-76.

1.2 Требования к отбору проб

1.2.1 Общие сведения

Для опытного определения основных характеристик аэрозольной системы, определяющих ее свойства, выполняют отбор и анализ проб. Таким путем находят концентрацию, дисперсность, химический состав частиц аэрозоля и др. характеристики. Они могут быть получены в результате непосредственного анализа проб, отобранных из запыленной среды (в частности, гравиметрическими методами определения концентрации и дисперсности частиц – см. лаб. работы 2, 5), или же косвенными методами посредством измерения характерных физических параметров запыленного потока (например, изменения электростатических свойств частиц, интенсивности поглощения потока лучистой энергии и т.д. – см. лаб. работу 6). Пока более надежными остаются методы непосредственного анализа проб запыленной среды.

1.2.2 Схемы отбора проб

Схема установки отбора проб для гравиметрического анализа приведена на рис. 1.7.

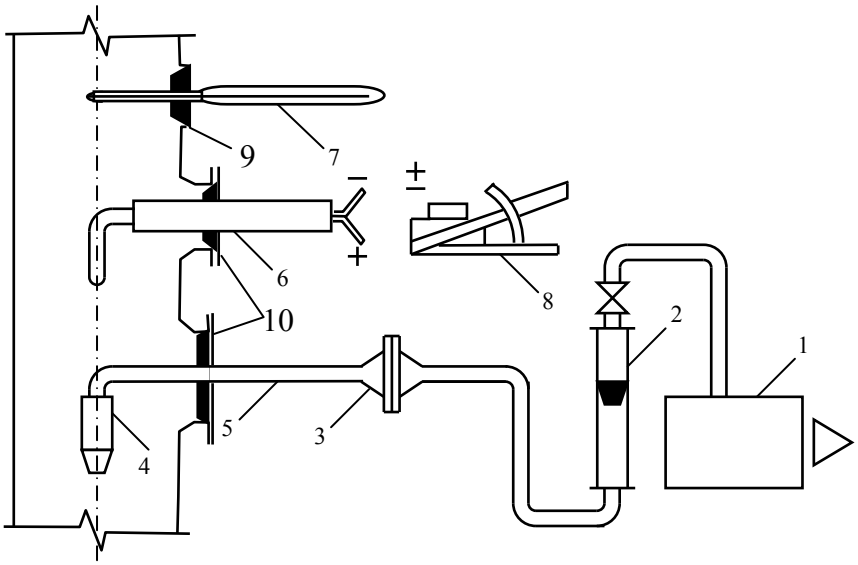


Рис 1.7. Схема отбора проб для гравиметрического определения запыленности выброса с фильтрованием за пределами газохода (методом внешней фильтрации)

Воздух протягивается аспирационным устройством 1 (электроаспиратор, эжектор, насос) с определенной скоростью, регистрируемой расходомером 2 (реометр, ротаметр, газовые часы), через накопительный элемент 3 (фильтр, импактор, циклонный сепаратор), способный сохранить пробы до анализа. Накопительный элемент 3 соединен с наконечником 4 и отборной трубкой 5. В схему установки также входят устройства для определения характеристик потока, например, трубка Пито 6 с микроманометром 8, прибор для измерения температуры 7, круглый 9 и прямоугольный 10 порты доступа к точкам отбора проб (надлежащие конструкции и справочные размеры портов приведены в приложении F[5]).

1.2.3 Методы отбора проб

В зависимости от места расположения накопительного элемента различают схемы отбора проб с фильтрованием внутри газохода (методом внутренней фильтрации) или с фильтрованием за пределами газохода (методом внешней фильтрации). При внутренней фильтрации меньше вероятность ошибки из-за оседания пыли на стенках пробоотборной трубки, но она приемлема только для пылепроводов и дымоходов крупного размера. В газоходах среднего и мелкого сечения может дать более существенную ошибку измерений искажение скоростного поля корпусом накопительного элемента. По [5] метод внутренней фильтрации предпочтителен для калибровки автоматических систем мониторинга (АСМ). Однако при наличии конденсата в газоходе или возможности конденсации влаги при отборе пробы предписывается фильтрование за пределами газохода с подогревом пробоотборного тракта и накопительного элемента до температуры, исключающей конденсацию, что должно обеспечить требуемую воспроизводимость анализа.

1.2.4 Учет представительности пробоотбора

1.2.4.1 Учет характеристик дисперсных фаз выброса

Пренебрежение наличием конденсата не позволит обеспечить как воспроизводимость анализа, так и представительность отобранных для анализа проб, т.е. их идентичность анализируемому аэрозолю. Для представительности пробоотбора также учитывают, что пыль распределяется по воздуховоду неравномерно. В нижней части сечения горизонтальных участков концентрация грубых частиц выше. Поэтому предпочтительнее отбирать пробы на вертикальных участках. При этом следует иметь в виду, что вблизи местных сопротивлений концентрация частиц может быть пониженной, и располагать пробоотборные устройства на прямых участках. Расстояние от фасонных частей до точки отбора должно быть не менее 5...6

диаметров пылегазопровода, а от точки отбора до фасонных частей – не менее 2...3 диаметров.

Вдобавок необходимо учитывать неравномерность концентрации по сечению газохода, вызываемую ростом скоростей потока от периферии к центру. ГОСТом предписываются обязательные требования к определению положения точек отбора проб в круглых и прямоугольных газоходах.

1.2.4.2 Определение положения точек отбора проб в круглых газоходах

Для круглых газоходов положения точек допускается определять по общему или тангенциальному правилу.

В соответствии с общим правилом плоскость отбора проб в круглом газоходе делят на равные области. Точки отбора проб, по одной в центре каждой области, должны быть расположены на двух или более диаметрах (линиях отбора проб), и одна точка должна быть расположена в центре газохода (рис. 1.8). Расположение точек отбора проб зависит от числа выбранных точек. Для круглых газоходов достаточно двух линий отбора проб (диаметров). При этом расстояние x от стенки газохода до каждой i-й точки отбора проб может быть вычислено как:

$$x_i = K_i \cdot d, \qquad (1.7)$$

где K_i – коэффициент, принимаемый по табл. 1.1, %; d - диаметр газохода, м.

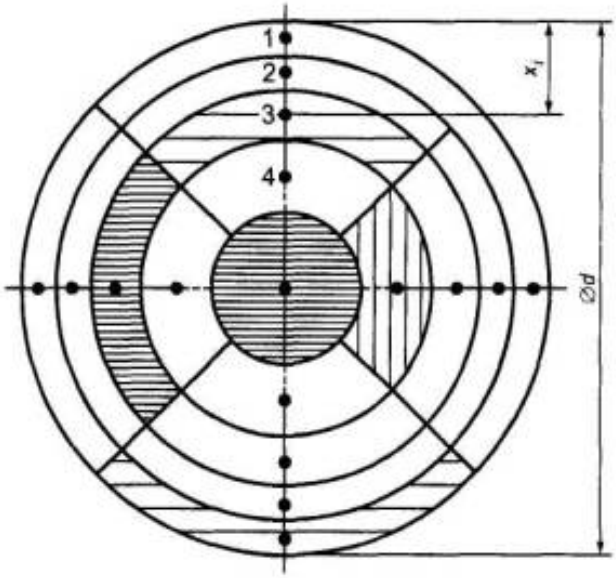


Рис. 1.8. Размещение по общему правилу точек отбора проб в круглых газоходах диаметром более 2 м. Заштрихованы области с равной площадью

Таблица 1.1

Значения коэффициентов K_i,%, в соответствии с общим правилом для круглых газоходов

Номер (индекс) отдельной точки отбора проб вдоль диаметра	K_i при			
	$n_i = 3$	$n_i = 5$	$n_i = 7$	$n_i = 9$
1	11,3	5,9	4,0	3,0
2	50,0	21,1	13,3	9,8
3	88,7	50,0	26,0	17,8
4		78,9	50,0	29,0
5		94,1	74,0	50,0
6			86,7	71,0
7			96,0	82,2
8				90,2
9				97,0

Если необходимо увеличить число линий отбора проб (диаметров) или число точек отбора проб (например, из-за неблагоприятных условий потока), общая формула (1.7) для расчета расстояния от стенки газохода до точки отбора проб вдоль диаметра (до i-й точки) x_i принимает вид:

$$x_i = \frac{d}{2}\left[1 - \sqrt{\frac{n_d\left(n_i - 2i\right)+1}{n_d\left(n_i - 1\right)+1}}\right] \text{для}\, i < \frac{n_i + 1}{2}, \tag{1.8}$$

$$x_i = \frac{d}{2} \text{для}\, i = \frac{n_i + 1}{2}, \tag{1.9}$$

$$x_i = \frac{d}{2}\left[1 - \sqrt{\frac{n_d\left(2i - 2 - n_i\right)+1}{n_d\left(n_i - 1\right)+1}}\right] \text{для}\, i > \frac{n_i + 1}{2}, \tag{1.10}$$

где i - индекс точки отбора проб вдоль диаметра; n_i – число точек отбора проб на линии отбора проб (диаметре, включая центр); n_d – число линий отбора проб (диаметров).

При использовании тангенциального правила для круглых газоходов плоскость отбора проб делят на равные области. Точки отбора проб, по одной в центре каждой области, располагают на двух или более диаметрах (линиях отбора проб), при этом в центре трубы точки отбора проб нет (рис.1.9).

Размещение точек отбора проб на каждом диаметре зависит от числа точек на каждом диаметре, но не зависит от числа выбранных диаметров. Для круглых газоходов, где достаточно двух линий отбора проб (диаметры), расстояние от стенки газохода до каждой точки вычисляют по формуле:

$$x_i = k_i \cdot d, \tag{1.11}$$

где k_i, % – коэффициент, принимаемый по табл. 1.2.

Таблица 1.2

Значения коэффициентов k_i, %, в соответствии с тангенциальным правилом для круглых газоходов

Номер (индекс) отдельной точки отбора проб вдоль диаметра	k_i при			
	$n_i = 2$	$n_i = 4$	$n_i = 6$	$n_i = 8$
1	14,6	6,7	4,4	3,3
2	85,4	25,0	14,6	10,5
3		75,0	29,6	19,4
4		93,3	70,4	32,3
5			85,4	67,7
6			95,6	80,6
7				89,5
8				96,7

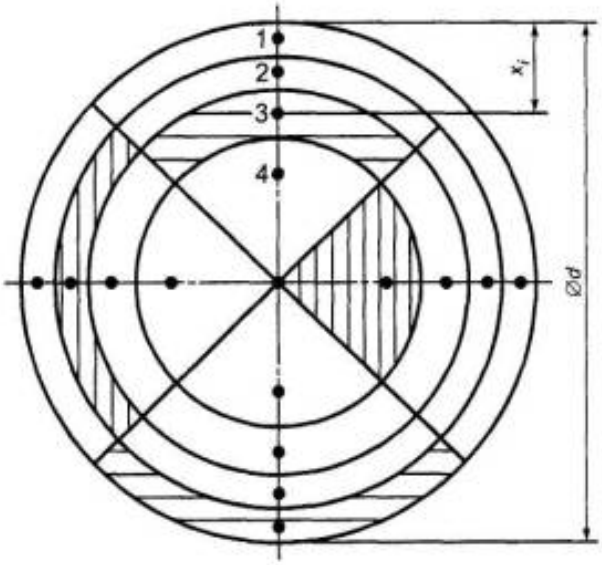


Рис. 1.9. Размещение по тангенциальному правилу точек отбора проб в круглых газоходах диаметром более 2 м. Заштрихованы области с равной площадью

Когда необходимо увеличить число линий отбора проб (диаметров) или число точек отбора проб, тангенциальная формула (1.8) для расчета расстояния от стенки газохода до i-й точки вдоль диаметра имеет вид:

$$x_i = \frac{d}{2}\left[1 - \sqrt{1 - \frac{(2i-1)}{n_1}}\right] \text{для}\, i < \frac{n_i}{2}, \qquad (1.12)$$

$$x_i = \frac{d}{2}\left[1+\sqrt{1-\frac{(2i-1)}{n_1}}\right] \text{для}\, i > \frac{n_i}{2}, \qquad (1.13)$$

где обозначения имеют то же значение, что и в формуле (1.8).

Метод применим для больших газоходов, где трудно достигнуть центра трубы.

1.2.4.3 Определение положения точек отбора проб в прямоугольных газоходах

Для прямоугольных газоходов применяется правило деления плоскости отбора проб на равные области линиями, параллельными сторонам газохода, и размещения точек отбора проб по центру каждой области (рис. 1.10).

Сечение прямоугольного газохода со сторонами l_1 и l_2 при соотношении $2 > l_1/ l_2 > 1$ делят на равное число частей, подобных по форме газоходу (рис. 1.10 а). При соотношении $l_1/ l_2 > 2$, сторона l_1 делится на большее, чем l_2, число частей так, чтобы соотношения перпендикулярных сторон полученных областей находились в пределах от 0,5 до 2 (рис. 1.10 b). Если стороны l_1, и l_2 разделены на n_1 и n_2 частей соответственно, то число точек отбора проб будет n_1n_2, а наименьшее расстояние от стенки газохода – $l_1/2n_1$ и $l_2/2n_2$.

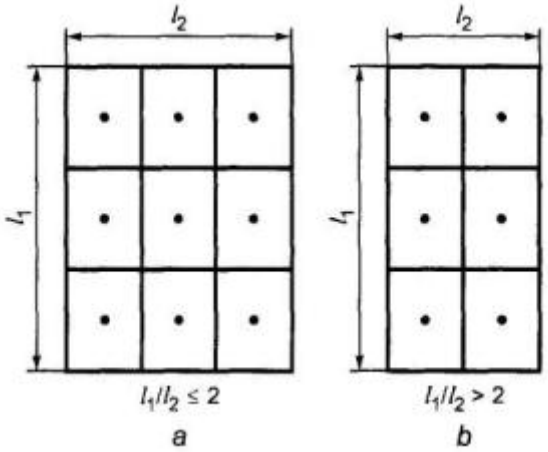


Рис. 1.10 Размещение точек отбора проб в прямоугольном газоходе

1.2.4.4 Обеспечение изокинетических условий отбора проб

Представительность пробы зависит от соблюдения изокинетичности отбора проб. Согласно с 3.5 и [5, приложение D], изокинетический отбор (isokinetic sampling) осуществляется при расходе, обеспечивающем на входе пробоотборной насадки такие же скорость (v_n) и направление пылегазового потока, как и скорость (v_s) и направление потока в трубе в точках отбора проб. Изокинетические условия отбора проб выполняются, когда скорость газов, поступающих на вход насадки зонда (v_n), точно равна скорости приближающихся отходящих газов (v_s), т. е. $v_n = v_s$. При $v_n \neq v_s$

(анизокинетические условия) содержание пыли в пробе может быть искажено из-за инерционных свойств частиц. Примеры изокинетических и анизокинетических условий, а также ситуации, ведущие к искажению результатов замеров при анизокинетическом отборе проб, приведены на рис.1.11.

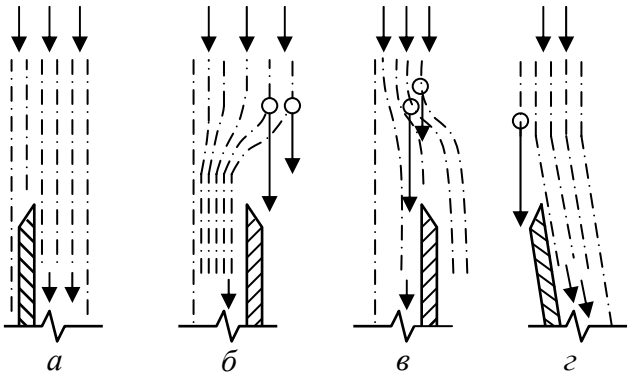


Рис. 1.11. Изокинетические и анизокинетические условия отбора проб пыли: а – изокинетический отбор, $v_n = v_s$; б – изокинетические условия на $v_n/v_s > 100$ %; в – изокинетические условия на $v_n/v_s < 100$ %; несоблюдение направления пылегазового потока на входе пробоотборной насадки

В анизокинетических условиях газовый поток искривляется. При этом крупные частицы продолжают двигаться в первоначальном направлении, мелкие частицы следуют по линиям тока, а частицы промежуточного размера непредсказуемо отклоняются.

Если пробоотбор изокинетичен, т. е. $v_n = v_s$ и процент изокинетичности равен 100 % (рис. 1.11а), то концентрация и дисперсность аэрозоля в пробе и исследуемом воздухе считаются идентичными.

Если $v_n > v_s$, т.е. процент изокинетичности больше 100 % (рис. 1.11б), то с периферии отбираемого объема во входное отверстие пробоотборника будут затягиваться мелкие частицы, которые при $v_n = v_s$ прошли бы мимо него. В результате отобранная пыль окажется более мелкой.

Если при отборе $v_n < v_s$, т.е. процент изокинетичности меньше 100 % (рис. 1.11в), то произойдет обратное явление. Вместе с отклоняемой частью потока мимо входного отверстия пробоотборника проскочат мелкие частицы, которые при $v_n = v_s$ попали бы в пробоотборное устройство. В результате отобранная пыль окажется более крупной.

Если отборная трубка расположена под углом к осевой линии потока (рис. 1.11г), то крупные частицы и некоторые из частиц промежуточного размера пройдут мимо входного отверстия пробоотборника. Тогда измеренное значение запыленности окажется заниженным, а отобранная пыль – более мелкой.

1.2.4.5 Требования к насадкам для пробоотборных трубок

Устройства отбора проб из пылегазовых потоков с целью обеспечения условия изокинетичности отбора в широком диапазоне скоростей должны включать комплект насадок различных диаметров для пробоотборных трубок. По [5] насадки должны быть остроконечные и иметь обтекаемую форму, не вызывающую возмущения основного пылегазового потока. Насадку присоединяют либо к всасывающему патрубку (зонду для отбора проб), либо к корпусу фильтра. Проверенные конструкции насадок (рис. 1.12, 1.13, 1.14) приведены в [5, приложение А]. Насадки других конструкций допускаются, если можно доказать, что их использование приводит к аналогичным результатам.

Для предотвращения возмущений в области входа потока:

а) внутренний диаметр насадки не должен изменяться на расстоянии от кончика не менее одного ее внутреннего диаметра или 10 мм, в зависимости от того, что больше;

б) любое последующее изменение внутреннего диаметра насадки должно быть постепенным, с углом конуса менее 30°;

в) изгибы насадки должны находиться на расстоянии по крайней мере 30 мм от ее кончика;

г) любое изменение внешнего диаметра частей устройств отбора проб на расстоянии менее 50 мм от кончика насадки должно быть постепенным с углом конуса менее 30°;

д) запрещено устройство любых препятствий, связанных с отбором проб, выше по потоку от кончика насадки; таковые разрешаются около кончика насадки или ниже по потоку на расстоянии более 50 мм или, по крайней мере, одного размера препятствия, в зависимости от того, что больше.

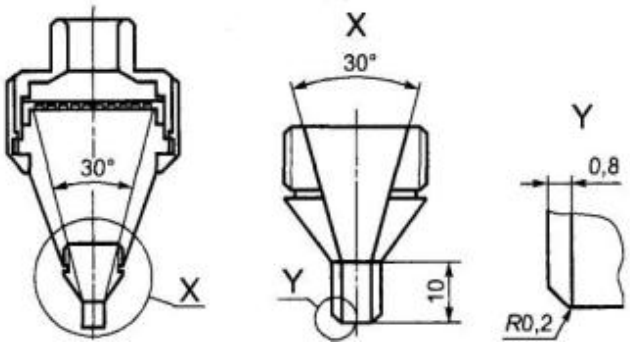


Рис. 1.12. Входная насадка, совмещенная с фильтродержателем

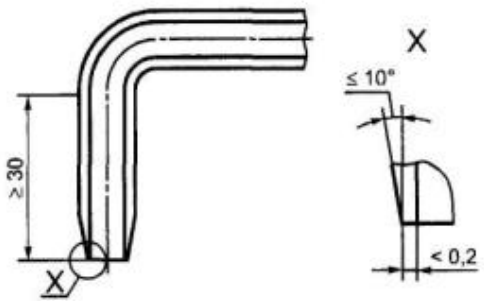


Рис. 1.13. Одноугловая входная насадка

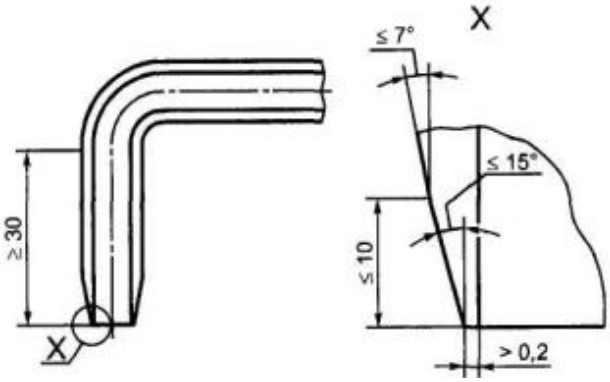


Рис. 1.14. Двухугловая входная насадка

ГОСТом принимается во внимание возможность нарушения условий изокинетического отбора вследствие неопределенности эффективной площади отбора пробы, вносимой фаской на выходе насадки. Эта неопределенность должна составлять менее 10 %, в связи с чем использовать насадки диаметром менее 4 мм не рекомендуется.

1.2.4.6 Подбор и расчет диаметра насадки по условию изокинетичности

Подходящий по условию изокинетичности отбора диаметр насадки выбирают на основе предварительно измеренных скоростей и объемного расхода для конкретной используемой системы отбора проб, или оценки ожидаемой массы собранных в накопительном элементе твердых частиц, если время отбора проб фиксировано (устанавливается заранее).

Расчет диаметра насадки на основе характеристик расхода в системе отбора проб выполняется следующим образом.

На основе предварительно определенной скорости потока (v_s) в каждой точке отбора проб и при условии $v_n = v_s$ диаметр насадки D_n вычисляют по формуле

$$D_n = \sqrt{4q_v / (\pi v_n)}, \qquad (1.14)$$

где v_n, q_v – скорость потока и объемный расход в насадке.

Если полученный диаметр не подходит к комплекту насадок, необходим другой объемный расход (или другая система отбора проб).

Расчет при фиксированном, например, по производственной необходимости, времени отбора проб, имеет цель определения диаметра

насадки, который обеспечит при соблюдении условия изокинетического отбора $v_n = v_s$ расход q_v, позволяющий за отведенное время собрать достаточную для выполнения достоверного взвешивания массу m твердых частиц. Оптимальной принято считать массу пыли, уловленной накопительным элементом, достаточную для весового анализа, но не превышающую величину, при которой происходит перестройка механизма улавливания (например, начинается вторичный унос). Это позволяет предотвратить потерю пыли из-за перегрузки материала фильтра. Максимальное количество пыли, которое может быть собрано на фильтре, должно быть указано производителем фильтра.

Объемный расход q_v может быть определен как отношение отобранного объема выброса (объем потока, прошедшего через насадку) V_n ко времени отбора пробы t:

$$q_v = V_n/t, \tag{1.15}$$

и в условиях изокинетического отбора проб как:

$$q_v = \pi D_n^2 v_n / 4 = \pi D_n^2 v_s / 4 . \tag{1.16}$$

С учетом очевидного соотношения:

$$m = c_{exp} V_n , \tag{1.17}$$

где c_{exp} – ожидаемая концентрация пыли; m – масса твердых частиц, обеспечивающая достоверное взвешивание, получают окончательное выражение для вычисления диаметра насадки D_n

$$D_n = \sqrt{4m / \left(\pi c_{\exp} v_s t\right)} . \tag{1.18}$$

Максимальная скорость потока во входном отверстии v_n принимается не более 30 м/с из-за роста затрат энергии при аспирации. Если параметры воздуха отличаются от нормальных, то расчетные объемы должны приводиться к нормальным условиям – давление 101,325 кПа (округленное до 101,3 кПа); температура 273,15 К (округленная до 273 К); сухой пылегазовый поток.

1.2.4.7 Сводка основных требований к надлежащему отбору проб

Основные требования [5] к надлежащему отбору проб, не искажающему достоверности результатов исследований, в т.ч. величины допустимой неопределенности выполняемых измерений, приведены в табл. 1.3.

Таблица 1.3

Сводные требования к условиям отбора проб

Характеристика	Значение
Устройство для сбора пыли	
Внутренний диаметр насадки d, мм, более	4
Неопределенность измерения площади насадки, %	±10

продолжение табл. 1.3

1	2
Длина насадки с постоянным внутренним диаметром, мм, более	10
Изменение угла диаметра насадки, градус, менее	30
Радиус изгиба колена насадки, более	1,5 *d*
Длина прямой части насадки до первого изгиба, мм, более	30
Расстояние кончика насадки до препятствий, мм, более	50
Эффективность фильтра (испытание с помощью аэрозоля с размером частиц 0,3 мкм), %, более	99,5
Фильтрующий материал (абсорбция компонентов)	Не реагирует и не абсорбирует
Остаточная влажность газа после конденсора или осушительной колонны, г/м^3, менее	10
Неопределенность измерения объема газа газомером, %	±2
Неопределенность измерения абсолютного давления, %	±1
Неопределенность измерения абсолютной температуры, %	±1
Центрирование насадки, %	±10
Изокинетические условия (средняя неопределенность измерения), %	±10
Проверка утечек, %, менее	2
Разрешение весов, мг	От 0,01 до 0,1
Неопределенность взвешивания, %, менее	5 % предельного значения, установленного для процесса
Сохранение термостойкости фильтра зонда при нагревании, ч, более	8
Значение нулевой пробы, менее	10 % предельного значения, установленного для процесса, или 2 мг/м^3 (выбирают меньшее)
Неопределенность измерения времени отбора проб, с	±5
Неопределенность линейных измерений: диаметра газохода	± 1 %
диаметра насадки	± 0,2 мм или ± 5 % (выбирают большее)
Место отбора проб	
Угол потока, градус, менее	15
Отрицательный поток	Отсутствует

продолжение табл. 1.3

1	2
Перепад давлений (трубка Пито), Па, более	5
Отношение максимальной скорости потока к минимальной	3:1
Длина прямой части газохода до плоскости отбора проб, более	Пять гидравлических диаметров (рекомендуется)
Длина прямой части газохода после плоскости отбора проб, более	Два гидравлических диаметра (рекомендуется)
Длина прямой части газохода перед точкой выброса, более	Пять гидравлических диаметров (рекомендуется)
Число точек отбора проб	См. лаб. работу 2
Устройства для измерения параметров пылегазового потока	
Пределы допускаемой погрешности измерения абсолютной температуры, %	±1
Пределы допускаемой погрешности измерения плотности пылегазового потока, кг/м^3	±0,05

1.2.5 Надлежащие конструкции накопительных элементов для определения концентрации взвеси

В качестве накопительных элементов используют специальные патроны с фильтрами из синтетических материалов (рис. 1.15), патроны с фильтрующим материалом из стеклянного и кварцевого волокна (рис. 1.16), обогреваемые патроны с фильтровальной бумагой (рис. 1.17).

а

б

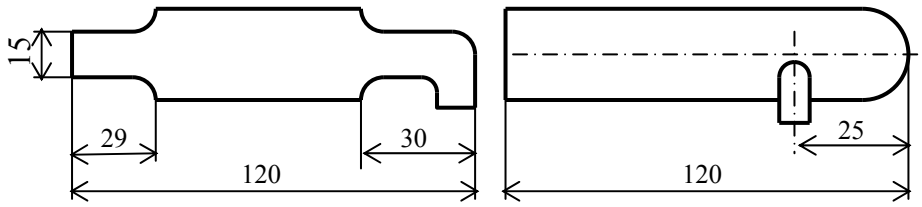
Рис. 1.15. Фильтродержатели (аллонжи, аэрозольные патроны) из ударопрочного полистирола типа ИРА-10 и ИРА-20 (носители для фильтров типа АФА с рабочей площадью 10 и 20 см^2): а – "закрытые" – ИРА-10-2 и ИРА-20-2, б – "открытые" – ИРА-10-1, ИРА-20-1

Согласно с [5], должны применяться фильтры с удостоверенной производителем эффективностью более 99,0 % для аэрозоля со средним диаметром частиц 0,3 мкм. Материал фильтра не должен адсорбировать или вступать в реакции с газообразными соединениями, содержащимися в отобранной пробе, и должен быть термически устойчивым, с учетом максимальной ожидаемой температуры.

При выборе фильтра также необходимо учитывать все возможные взаимодействия его материала с выбросами. Так например, фильтры из стекловолокна могут реагировать не только со фтором, но и со многими кислыми соединениями, такими как SO_3, что может привести к увеличению массы фильтра. Их использование не рекомендуется там, где это может произойти. Фильтры из кварцевого волокна (например, тип AQFA) с такими газами не реагируют, ввиду чего они хорошо подходят для анализа загрязнений в дымовых газах и мониторинга атмосферного воздуха по содержанию тяжелых металлов и частиц (напр., по американскому стандарту мониторинга частиц размером от 10 мкм USEPA PM 10). Вместе с тем они также неприемлемы для анализов в присутствии фтора.

Удобны фильтры из политетрафторэтилена (ПТФЭ, фторопласт, тефлон) с рейтингом фильтрации 0,2 мкм, однако температура газа, проходящего через фильтр, не должна превышать 150 ºС. Поэтому они непригодны для отбора проб золы или сажи из дымовых газов.

При использовании фильтров с органическим связующим веществом необходимо следить за тем, чтобы не было потерь массы фильтра из-за испарения органического вещества при нагревании. Если планируется определять состав собранной пыли, то чистый фильтрующий материал должен быть испытан для определения присутствия и уровней содержания любых соответствующих анализируемых веществ.



а

б

Рис. 1.16. Фильтродержатели (аллонжи, аэрозольные патроны) лабораторные для кварцевого и стекловолокна: а – из стекла, б – из нержавеющей стали

При температуре до 60 ºС может использоваться и материал для фильтров типа АФА (аналитические фильтры аэрозольные Петрянова) из волокон диаметром 1,5 мкм, перхлорвиниловых и на основе ацетилцеллюлозы. Эти фильтры имеют малую собственную массу, негигроскопичны, перхлорвиниловые – стойки к щелочам и кислотам. Главное достоинство этих материалов – требуемая эффективность

улавливания частиц всех размеров при очень низком сопротивлении. Засевшие в фильтре частицы держатся крепко, и вытряхнуть их из него невозможно. Поэтому они одноразовые.

При работе с влажными газами с фильтрацией вне газохода трубку и фильтродержатели необходимо обогревать. Рекомендуется электрообогрев постоянным током напряжением 12В с мощностью нагрева до 300 Вт (рис. 1.17). Заборная трубка с электрообогревом вставляется в газоход через патрубок на пробке. К свободному концу трубки присоединяется фильтрующий патрон также с электрообогревом. На рис. 1.18 показан способ свертывания фильтровальной бумаги для такого патрона.

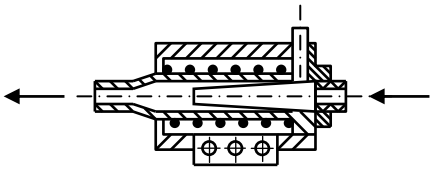


Рис. 1.17. Обогреваемый патрон

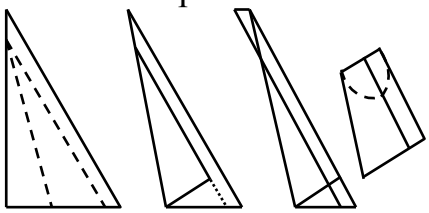


Рис. 1.18. Фильтровальная бумага

1.2.6 Основные методы определения дисперсного состава взвеси

Для определения дисперсного состава взвешенных частиц исследуемого выброса применяют инерционную сепарацию непосредственно в пылегазовом потоке с использованием импакторов или циклонных сепараторов. Метод инерционной сепарации заключается в разделении частиц по их инерционным характеристикам на криволинейных линиях тока. При импакторной сепарации пылегазовый поток огибает каскад препятствий – дисков, а частицы, которые не могут продолжать движение по линиям тока и сходят с них, соударяются с препятствиями (рис. 1.19). Этот процесс называют импакцией (от англ. impact – удар, столкновение), а прибор для сепарации пыли – импактором (см. лаб. работу 5).

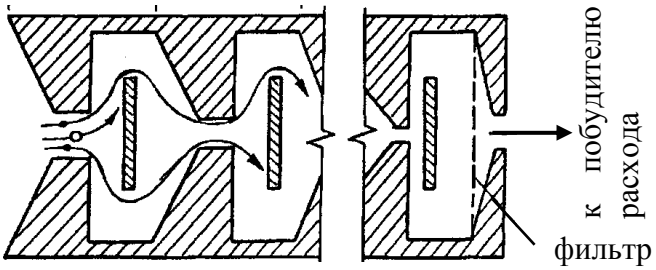


Рис. 1.19. Схема импакторной сепарации

Принцип действия струйного (каскадного) импактора основан на избирательном осаждении частиц с различными аэродинамическими параметрами. В корпусе импактора устанавливаются попарно направляющие

сопла и экраны, которые называются ступенями импакции. Число пар сопл с экранами (и подложками) определяет количество фракций, на которые можно разделить пылевую пробу в данном импакторе. По результатам анализа определяют медианный аэродинамический диаметр исследуемой пыли и стандартное отклонение.

В основу работы циклонного сепаратора положена сепарация частиц при пропускании пробы воздуха через несколько последовательно установленных циклонов. Импактор и циклонный сепаратор позволяют представить состав аэрозоля в виде набора четырех-восьми фракций. Для получения большей информации может быть использована спиральная центрифуга типа РАД (ротационный анализатор дисперсности) конструкции Г.М. Скрябина (рис. 1.20). Ротор анализатора (рис. 1.20) состоит из двух коаксиальных трубок 1 и 2; кольцевая щель 3 между ними служит проточным каналом ротора. Ротор размещен в корпусе, состоящем из трубки 6, на концах которой укреплены передняя 7 и задняя 11 головки. В головках расположены подшипники 4 и 5, а также устройства ввода и вывода потока газа из проточного канала. По оси передней головки посредством винтообразных направляющих фиксируется конус-обтекатель 7. В задней головке с помощью уплотнений 8 образуется герметичная камера 12, сообщающаяся через окна 9 и 10 в трубке 2 с проточным каналом ротора 3. Частота вращения ротора контролируется тахометром, вмонтированным в переходную втулку, а регулируется путем изменения напряжения, подаваемого на электродвигатель ротационного анализатора.

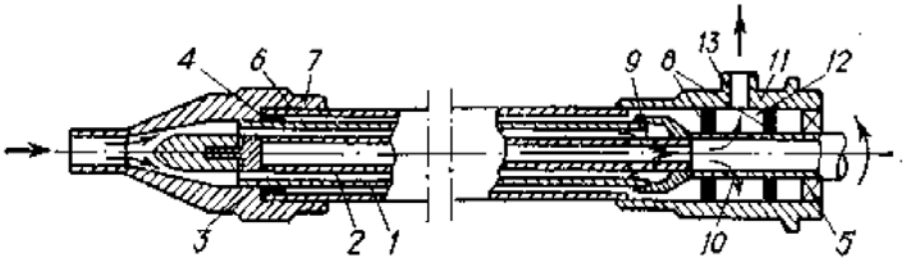


Рис. 1.20. Ротационный анализатор дисперсности РАД-1 [7]

Ротационный анализатор относится к классу центрифуг проточного типа. Пылегазовый поток по заборной трубке поступает в головку 7 и направляется в кольцевой канал 3, где ему сообщается вращательное движение. Пылевые частицы осаждаются на внутренней поверхности трубки 1. Не осевшая в канале пыль улавливается фильтром, присоединяемым к штуцеру 13. Так как пылевые частицы выделяются из потока и осаждаются на поверхность трубки под действием сил инерции, то по распределению плотности осадка пылевых частиц вдоль нее можно получить их функцию распределения по аэродинамическим размерам, т.е. дисперсный состав пыли. Для этого по калибровочному графику определяются значения граничных длин l канала ротора, на которых

происходит осаждение частиц различных размеров. На значение *l* оказывают влияние как характеристики прибора (частота вращения ротора), так и параметры протока (скорость движения потока по каналу ротора, плотность материала частиц, вязкость газа).

Данные о концентрации аэрозоля и его дисперсности представляют существенную, но не полную информацию для правильного выбора и эксплуатации пылеулавливающих устройств. Соответствующими методами анализа определяют также химический состав аэрозоля, его слипаемость, смачиваемость, абразивность, электрическую заряженность частиц, пожаро- и взрывоопасность.

Вопросы для самоконтроля

- Для каких аэрозолей могут быть использованы законы нормального и логарифмически нормального распределения частиц? Какими параметрами определяются эти распределения?
- Назовите основные способы отбора проб.
- Размещение точек отбора в круглых и прямоугольных воздуховодах
- Элементы, входящие в систему отбора проб запыленного воздуха, и их назначение. Виды накопительных элементов.
- Как обеспечить представительность отобранных для анализа проб запыленного воздуха?
- Изокинетические условия отбора проб. Подбор диаметра насадка.
- Как оценить продолжительность отбора пробы?
- Как рассчитывается оптимальная масса пробы?
- Расскажите о принципе действия импактора.
- Расскажите о принципиальных отличиях циклонного сепаратора и ротационного анализатора.

2 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ

2.1 Общее понятие о гравиметрическом определении концентрации пыли

Гравиметрический метод определения концентрации пыли заключается в установлении ее массы, осажденной каким-либо способом или комбинацией способов из пробы запыленного газа известного объема, отобранной в контрольных точках. Для получения достоверных и воспроизводимых результатов анализов на каждом этапе их выполнения необходимо следить за строгим соблюдением требований национального стандарта РФ ГОСТ РИСО 9096:2006, который является прямым применением международного стандарта ИСО 9096:2003 «Выбросы

стационарных источников. Определение массовой концентрации твердых частиц ручным методом» (ISO 9096:2003 «Stationary source emissions - Manual determination of mass concentration of particulate matter»). При этом основными этапами аналитической работы являются процедуры отбора проб промышленных пылегазовых выбросов, взвешивания, обработки опытных данных и представления ее результатов.

2.2 Требования к месту отбора проб

Необходимо заранее установить места и количество точек отбора проб так, чтобы обеспечить получение представительной пробы при неравномерном распределении твердых частиц в пылегазопроводе. Для этого должно быть доступно место, в котором скорость потока в плоскости отбора проб достаточно однородна. По месту отбора должны быть предусмотрены удобные порты доступа и рабочие площадки.

Плоскость отбора проб должна быть расположена на прямом (предпочтительно, вертикальном) участке газохода с постоянной формой и площадью поперечного сечения. Плоскость отбора проб должна находиться как можно выше или ниже по потоку от каких-либо препятствий, которые могут вызывать возмущение или изменение направления потока (возмущения, вызванные, например, изгибами, вентиляторами или очистным оборудованием). Когда требования к плоскости отбора проб не могут быть выполнены, представительный отбор проб может быть получен путем увеличения числа точек отбора проб по сравнению с указанными в табл. 2.1 и 2.2.

Проверяют размеры газохода, в котором проводят отбор проб с использованием теодолита с вертикальным кругом или других средств.

Необходимо провести предварительные замеры по всем точкам отбора. Измеряют скорость пылегазового потока в выбранных точках газохода и проверяют возможные отклонения газового потока относительно оси газохода. Устанавливают соответствие пылегазового потока в плоскости отбора проб следующим требованиям стандарта: угол между направлением пылегазового потока и осью газохода составляет менее 15°; отсутствуют местные обратные токи; минимально возможная скорость потока выше предела обнаружения используемого измерителя расхода (к примеру, перепад давления для трубок Пито должен быть больше 5 Па); отношение максимальной скорости потока к минимальной в месте отбора пробы составляет менее 3:1. Если указанные требования не могут быть выполнены, то неопределенность будет выше установленной в ГОСТ РИСО 9096:2006, и расположение места отбора проб не сможет считаться соответствующим его требованиям (см. табл. 1.3).

Вышеуказанные требования ГОСТ РИСО 9096:2006, как правило, выполняются, если длина прямолинейного участка пылегазопровода выше по

потоку от плоскости отбора проб составляет, по крайней мере, пять гидравлических диаметров, ниже по потоку от нее - два гидравлических диаметра (или пять гидравлических диаметров от верха трубы).

Минимально необходимое число точек отбора проб для круглых и прямоугольных газоходов выбирается в соответствии с размерами плоскости отбора проб по таблицам 2.1 и 2.2. Точки отбора должны быть расположены в центрах равных площадей в плоскости отбора проб, от внутренней стенки газохода на расстоянии не менее 3 % длины линии отбора проб, если d > 1,5 м, или 5 см, если d < 1,5 м.

Таблица 2.1

Минимальное число точек отбора проб для круглых газоходов

Диаметр газохода, м	Минимальное число линий отбора проб (диаметров)	Минимальное число точек отбора проб на линии		Минимальное число точек отбора проб на плоскости	
		с центральной точкой	без центральной точки	с центральной точкой	без центральной точки
До 0,35	-	1[a]	-	1[a]	-
От 0,35 до 0,70 включ.	2	3	2	5	4
Св. 0,70 до 1,00 включ.	2	5	4	9	8
Св. 1,00 до 2,00 включ.	2	7	6	13	12
Св. 2,00	2	9	8	17	16

[a] При одной точке отбора проб погрешности результатов могут превзойти величины, установленные в ГОСТе.

Таблица 2.2

Минимальное число точек отбора проб для прямоугольных газоходов

Площадь плоскости отбора проб, м^2	Минимальное число делений стороны газохода[a]	Минимальное число точек отбора проб на плоскости
До 0,09	-	1[b]
От 0,09 до 0,38 включ.	2	4
Св. 0,38 до 1,50 включ.	3	9
Св. 1,50	4	16

[a] Может быть необходимо другое деление, если длины сторон газохода различаются более, чем в два раза.
[b] При одной точке отбора проб погрешности результатов могут превзойти величины, установленные в ГОСТе.

После выбора числа и мест расположения точек отбора на трубке Пито и трубке для отбора проб отмечают расстояния от точек отбора проб до входной точки порта доступа.

Также выполняют предварительные измерения температуры, содержание влаги и молекулярную массу смеси газов. Для непрерывного контроля скорости пылегазового потока во время периода отбора пробы в соответствующей фиксированной точке системы отбора проб устанавливают отдельную трубку Пито. Контроль температуры и/или концентрации CO_2/O_2 в газоходе (или контроль других необходимых параметров) может также обеспечить получение информации о стабильности работы стационарного источника выбросов. Принимая во внимание предварительный расчет времени отбора проб и измеренные скорости, выбирают подходящий размер насадки.

2.3 Требования к отбору проб

До начала отбора проверяют калибровку измерительных устройств – весов, термометров, барометров и микроманометров, влаго- и расходомеров, др. При этом шкалы приборов должны быть адаптированы к ожидаемым условиям опытов (по расходам, количеству пыли, влажности и т.д.). Затем подготавливают пробоотборные устройства и фильтры. Следят за тем, чтобы никакая часть системы отбора проб пыли не использовалась повторно без предварительной разборки и тщательной очистки. Пробоотборные трубки должны очищаться механически (щеткой) и промываться перед каждой серией измерений.

Фильтры при необходимости высушивают и оставляют на некоторое время открытыми для достижения равновесной температуры и влажности помещения, где будет производиться предварительное взвешивание для определения начальной массы m_b.

Далее выполняют холостой отбор проб с проверкой на утечки, берут нулевую пробу с соблюдением всех соответствующих требований и определяют содержание пыли в ней.

Во время испытания для обеспечения представительности пробы и достоверности измерения стандартом предписывается собирать количество пыли в пробах, по крайней мере, в пять раз превышающее соответствующее значение в нулевой пробе. При отборе должны поддерживаться изокинетические условия – без возмущения пылегазового потока с использованием остроконечной насадки, параллельной оси пылегазового потока и обращенной к нему навстречу. По месту отбора пробы в газоходе должны быть известны скорость, температура, давление и состав пылегазового потока; эти параметры должны быть приблизительно постоянными в течение всего периода проведения испытаний.

При испытании измеряют объем отобранной пробы пылегазового потока и фиксируют все его необходимые параметры. Затем извлекают фильтр из аллонжа, подвергают его осушке и, после достижения равновесной температуры и влажности – повторному взвешиванию.

Пыль, осевшую выше по потоку от фильтра в устройствах отбора проб, также извлекают и взвешивают. Увеличение массы фильтра и массу пыли, осевшей выше по потоку от фильтра, приписывают твердым частицам, находившимся в отобранной пробе. Отношение массы всех собранных твердых частиц к объему отобранной пробы позволяет рассчитать концентрацию твердых частиц в пылегазовом потоке.

2.4 Аппаратура для отбора проб

Установка для исследования состава пылегазовых выбросов состоит из пробоотборной трубки со сменными наконечниками, патрона-фильтродержателя с фильтрами, аспиратора для протягивания пробы воздуха через фильтр, микроманометра, термометра и барометра.

Массу взвешиваемых частей предписывается определять на электронных весах с погрешностью в пределах по крайней мере ±0,1 мг. В зависимости от внутреннего устройства системы фильтрования взвешиваемыми частями до и после отбора проб могут быть фильтр с фильтродержателем или без него или фильтр, включая все части выше по потоку от него. В первом случае осадок пыли в области от кончика насадки до фильтра должен быть извлечен и взвешен. Во втором случае осадок пыли выше по потоку от фильтра учитывают при взвешивании, но при этом необходимо использовать весы, позволяющие взвешивать большие массы этих частей с заданным уровнем точности. Взвешиваемые части должны быть высушены в сушильном шкафу в течение по крайней мере 1 ч при температуре 160 °. В зависимости от используемой системы фильтрования растворы, полученные при промывке компонентов, могут быть испарены и взвешены в том же сосуде или перелиты в меньший сосуд для взвешивания по надлежащей лабораторной методике.

Так как массы проб определяют путем расчета разностей между данными, часто получаемыми за несколько дней или недель, необходимо соблюдать особую осторожность, чтобы избежать погрешностей взвешивания, связанных с дрейфом весов, недостаточно равновесной температурой взвешиваемых частей и изменениями условий окружающей среды. Даже небольшие различия в температуре взвешиваемой части и окружающей среды могут сбивать настройку весов. Перед выполнением взвешивания оператор должен проверять используемую им процедуру взвешивания. С этой целью необходимо регистрировать климатические условия в помещении для взвешивания, калибровать весы по эталонам массы, проводить дополнительные проверки путем взвешивания

контрольных частей, эквивалентных другим частям и подготовленных в тех же условиях, но хранящихся свободными от загрязнения. При взвешивании необходимо также обращать внимание на характеристики гигроскопичности и летучести фильтрующего материала и/или пыли, которые могут привести к увеличению или уменьшению массы. По этой причине взвешивание выполняют быстро, в течение 1 мин после готовности взвешиваемых частей. При этом регистрируют два дополнительных результата взвешивания с интервалами в 5 с после первого взвешивания. Если с течением времени наблюдается существенное увеличение или уменьшение показаний, обусловленное природой материала, могут быть необходимы специальные процедуры, такие как экстраполяция показаний к исходным условиям.

2.5 Отбор проб

2.5.1 Подготовка к отбору

До начала замеров следует определить оптимальный объем пробы и рассчитать расход воздуха, соответствующий условию изокинетичности отбора (см. лаб. работу 1). По результатам расчетов подбирают диаметр наконечника пробоотборника, устанавливают расход воздуха через аспиратор и время отбора проб. В каждой точке оно должно быть одинаковым, а общее время отбора проб должно быть не менее 30 мин. При этом нагрузка фильтра и максимальная скорость потока не должны превышать значений, рекомендуемых изготовителем фильтра. При измерениях низких концентраций пыли ГОСТ рекомендует для проведения всего измерения использовать только один фильтр (кумулятивный отбор проб).

По ходу отбора пробы необходимо фиксировать атмосферное давление, температуру и давление газа.

2.5.2 Процедура отбора

Собирают устройство для отбора проб и проверяют на возможные утечки путем закупорки насадки и запуска всасывающего устройства. Расход при утечке (измеренный, например, путем изменения давления) после вакуумирования системы отбора проб при максимальном давлении, достигаемом во время отбора проб, должен составлять менее 2 % нормального расхода. Во время отбора проб допускается осуществлять непрерывный контроль утечек путем непрерывного измерения концентрации соответствующего компонента пылегазового потока (CO_2, O_2 и т.д.) напрямую в газоходе и ниже по потоку от линии отбора проб. Любая обнаруженная разность этих концентраций указывает на утечку в частях устройства для отбора проб, расположенных за пределами газохода. Эта утечка должна быть обнаружена и устранена.

Предварительно нагревают соответствующие части системы отбора проб до выбранной температуры фильтрования, например температуры газохода или рекомендуемой температуры, равной (160 ± 5) °С. Помещают систему отбора проб в газоход, располагая вход насадки по направлению потока, исключая контакт с любыми частями газохода.

Герметизируют отверстие порта доступа для сведения к минимуму просачивания воздуха и/или предотвращения воздействия ядовитых газов на операторов.

Поворачивают зонд для отбора проб до тех пор, пока вход насадки не повернется навстречу потоку в пределах ±10°, запускают всасывающее устройство и регулируют расход для получения изокинетического отбора проб в пределах $^{+15}_{-5}$%.

Во время отбора проб каждые 5 мин проверяют и регулируют расход для поддержания изокинетических условий отбора проб в пределах $^{+15}_{-5}$%. Непрерывно контролируют каждые 5 мин динамическое давление трубкой Пито или другой измерительной системой, установленной в фиксированной точке.

При переходе к следующей точке отбора проб регулируют расход для получения изокинетических условий, не прекращая отбора. В каждой точке регистрируют время отбора проб и отобранный объем или расход. После прохождения всех точек одной линии выключают всасывающее устройство, удаляют систему отбора проб из газохода и перемещают ее на следующую линию. По завершении отбора проб на всех линиях проверяют устройство на утечки, если во время отбора проб контроль утечек не проводился, выключают всасывающее устройство и удаляют систему отбора проб. Затем ее разбирают и проводят визуальную проверку фильтра и фильтродержателя на признаки поломки или пятен из-за давления или содержания влаги, что может наблюдаться для устройств отбора проб, используемых при температуре ниже или слишком близко к точке росы. Если такие признаки обнаружены, испытание признается недействительным. Проверяют также распределение пыли на фильтре для обнаружения неоднородности, помещают взвешиваемые части в закрытый контейнер, свободный от электростатического электричества, и транспортируют их в лабораторию для взвешивания.

Может быть необходимо извлечь еще осадок пыли из невзвешиваемых частей выше по потоку от фильтра, т.к. данная масса пыли должна быть прибавлена к найденной массе осадка на фильтре и взвешиваемых частях. Правда, это требование может не выполняться, если была проведена проверка в условиях, подобных условиям контролируемого процесса, и было установлено, что масса пыли, осевшей на невзвешиваемых частях выше по потоку от фильтра, не превышает 10 % предельного усредненного за день значения, установленного для процесса. Можно также не учитывать осадок

пыли на невзвешиваемых частях выше по потоку от фильтра, если он расположен внутри газохода, между ним и насадкой нет изгибов, и фильтр применяется для ненасыщенных газов при температуре, значительно превышающей температуру точки росы. Если осадок пыли выше по потоку от фильтра должно учитывать, то с этой целью промывают все не взвешиваемые части, которые находились в контакте с отбираемым пылегазовым потоком. Процедура промывки должна исключать возможность попадания посторонних загрязнений. Сначала промывают внутренние поверхности насадки, колена и передней части корпуса фильтра водой над сосудом для хранения, не допуская проникания внешней пыли в сосуд. Затем промывают эти же поверхности ацетоном и собирают ацетон в тот же сосуд.

Для промывки всасывающего патрубка (зонда для отбора проб) закупоривают один его конец и заполняют на 1/3 … 1/2 объема водой, закупоривают другой конец, несколько раз взбалтывают и сливают воду в сосуд для хранения и транспортировки. Повторяют процедуру промывки водой, после чего выполняют промывку ацетоном. Механической очистки поверхностей для извлечения осадка выше по потоку от фильтра после отбора проб не проводят.

Холостой отбор проб должен включать чистую промывку предварительно очищенной системы отбора проб. Чистую промывку осуществляют в соответствии с вышеуказанными процедурами, а процедуры испарения и взвешивания проводят так же, как и при отборе обычной пробы.

После каждой серии измерений или, по крайней мере, каждого дня отбора проб, пользователь (оператор) должен отбирать нулевую пробу, следуя обычной процедуре отбора, но без включения всасывающего устройства, либо с продолжительностью отбора проб менее 1 мин. При отборе без запуска всасывающего устройства насадку удерживают в газоходе под углом 180° к направлению потока в течение 15 мин.

Значение нулевой пробы позволяет оценить дисперсию результатов измерений, зависящую от вида фильтра (его механических свойств, совместимости с влажной средой и т.д.), а также обусловленную загрязнением фильтров и промывочных растворов во время обработки на месте, транспортировки, хранения, обработки в лаборатории и процедур взвешивания и т.д., при проведении процедуры определения операторами концентрации пыли, в т.ч. близкой к нулю. Значения для нулевых проб, представленные в миллиграммах на кубический метр и рассчитанные с использованием среднего времени отбора пробы в серии измерений, должны быть зарегистрированы отдельно.

Во время отбора проб проводят одновременный контроль скорости в плоскости отбора проб для проверки возможных изменений расхода в газоходе.

В месте отбора проб определяют температуру, давление, содержание влаги и среднюю молекулярную массу смеси газов отходящего пылегазового потока для расчета условий изокинетического отбора проб и приведения данных по выбросам от реальных к нормальным условиям. Если при испытаниях изменение этих параметров в пространстве или времени превышает ±10 % по сравнению с изокинетическими условиями, то эти параметры контролируют в каждой точке отбора проб.

При пересчете концентрации твердых частиц на сухой газ следует определять содержание влаги в отходящем пылегазовом потоке. Если концентрация твердых частиц должна быть выражена по отношению к установленному (избыточному) содержанию кислорода или диоксида углерода, следует также измерять их концентрации.

2.5.3 Определение пригодности отобранной пробы

При невыполнении ряда условий, оговариваемых в ГОСТе, пригодность пробы может быть подвергнута сомнению, а результаты измерений признаны ненадежными.

Одно из необходимых условий признания серии измерений пригодной – количество пыли, собранной за время отбора проб, должно быть по крайней мере в пять раз выше соответствующей величины для нулевой пробы.

К необходимым условиям относится также соблюдение стационарности параметров источника выброса. Так, например, если испытания вынужденно проводились в неподходящем месте, где невозможно постоянство параметров потока, или/и выполнялись при изменении режима производственного процесса, то протокол испытаний должен четко отражать, что пробы отобраны не в соответствии с требованиями ГОСТ.

В протокол испытаний должны быть включены детальные пояснения и описания характеристик потока в месте отбора проб и/или описание изменений расхода в газоходе во время отбора проб.

Измерения будут признаны недействительными при наличии утечек, сверх обусловленных в ГОСТе. Поэтому система отбора проб до и после каждого испытания должна проверяться на утечки путем закупорки насадки и запуска всасывающего устройства либо другим способом. Если погрешности, обусловленные утечками, превышают 2 % от нормального расхода при максимальном вакууме, достигаемом во время отбора, то пробы считаются непригодными.

Пригодность пробы оценивается и по условию соблюдения изокинетичности расхода. Если во время отбора проб реальный расход через насадку $q_{v,a}$, т.е. объемный расход, приведенный к реальным условиям в точке отбора проб, будет отличаться от предварительно вычисленного (по выражениям (1.14) или (1.18), (см. лаб. раб 1) изокинетического расхода

$q_v = \pi D_n^2 v_n / 4 = \pi D_n^2 v_s / 4$ более чем на ±10 %, то измерение расхода должно быть повторено.

Если это условие не выполняется повторно, например, из-за изменения расхода в газоходе, то несоответствие пробоотбора с требованиями ГОСТ должно быть четко отражено в протоколе испытаний.

Реальный расход $q_{v,a}$ может отличаться также от теоретического q_v из-за того, что параметры измеряемого потока в расходомере (температура, давление, влажность) могут отличаться от параметров потока в газоходе. Значение $q_{v,a}$ приводится к реальным условиям в точке отбора проб:

$$q_{v,a} = q_m \frac{(100 - H_m) T_a p_m}{(100 - H_a) T_m p_a}, \tag{2.1}$$

где q_m – значение объемного расхода по показаниям измерительного прибора; H_m, T_m, p_m – влажность, % об., температура, К и абсолютное давление, Па, пылегазового потока по месту измерения расхода в измерительном приборе; H_a, T_a, p_a – то же, в газоходе.

Необходимо сопоставить значения q_v и $q_{v,a}$, чтобы определить их расхождение. Если оно выходит за пределы ±10 %, то установленные ГОСТом условия изокинетического отбора проб не выполняются.

Продолжительность отбора пробы обычно составляет 7...15 минут. Ее определяют из условия накопления представительной массы привеса, но не превышающей 50 мг.

2.6 Обработка проб

2.6.1 Обработка взвешиваемых частей после отбора проб

Взвешиваемые части сушат в сушильном шкафу в течение по крайней мере 1 ч при температуре 160 °С. При возможности присутствия летучих или реакционно-способных соединений осушку выполняют в потоке сухого азота при температуре отбора проб.

После осушки температура взвешиваемых частей должна прийти в равновесие с температурой окружающей среды.

После завершения отбора, осушки и приведения в равновесие с температурой окружающей среды фильтр взвешивают на аналитических весах, определяя массу запыленного фильтра m_e.

2.6.2 Обработка промывных растворов

Если принято решение о необходимости учета осадка пыли на не взвешиваемых частях выше по потоку от фильтра, то промывные растворы из них (воду и ацетон) отправляют, в лабораторию для дальнейшей обработки, исключая любую возможность загрязнения. Растворы переливают в высушенные и предварительно взвешенные сосуды. Во время испарения

смесь растворителей не кипятят. Поскольку в процессе испарения объем раствора уменьшается, могут быть использованы сосуды меньшего объема. В соответствии с требованиями ГОСТа, надлежит использовать один из двух проверенных методов испарения: в сушильном шкафу или в закрытой системе (эксикаторе). Испарение в сушильном шкафу ведут при температуре 120 °С и атмосферном давлении. При этом необходимо разбавление паров ацетона до безопасного уровня путем продувки азотом. Испарение в закрытой системе (эксикаторе) начинают с температуры 90 °С и давления 40 кПа (абс.) и заканчивают при температуре 140 °С и давлении 20 кПа (абс.).

После испарения взвешиваемые сосуды помещают в сушильный шкаф на 1 ч при температуре 160 °С и затем перемещают в эксикатор для обеспечения теплового равновесия с условиями помещения для взвешивания. После достижения равновесия сосуды взвешивают вместе с осадком, оставшимся после испарения.

Из-за относительно большой массы и объема взвешиваемых сосудов по сравнению с исследуемым осадком, на взвешивание могут влиять изменения барометрического давления. Поэтому в каждой серии взвешивают по крайней мере три пустых сосуда одинакового размера, чтобы использовать результаты взвешивания для введения поправок на любые изменения массы.

2.7 Обработка опытных данных

2.7.1 Расчет концентрации пыли

Для каждого испытания рассчитывают отобранный объем V сухого или влажного пылегазового потока, приведенный к нормальным условиям, и общую массу m пыли, включающей массы пыли m_1, m_2, собранные на фильтре и выше по потоку от фильтра при промывке. Масса пыли m_1 определяется как разность масс чистого m_b и запыленного m_e фильтра.

Массовую концентрацию пыли c вычисляют по формуле:

$$c = m/V \tag{2.2}$$

Если необходимо выразить концентрацию твердых частиц относительно содержания O_2 или CO_2, например, для поправок на разбавление и/или влажность, то нужно установить поправочные коэффициенты по кислороду и/или диоксиду углерода.

Поправочный коэффициент по кислороду:

$$f_{c,O_2} = \frac{21 - \varphi_{O_2,ref}}{1 - \varphi_{O_2,m}}, \tag{2.3}$$

где $\varphi_{O_2,ref}$ – объемная доля O_2 в установленных условиях, %; $\varphi_{O_2,m}$ – измеренная объемная доля O_2, %; 21 – содержание кислорода в воздухе, %.

Поправочный коэффициент по диоксиду углерода:

$$f_{c,CO_2} = \frac{\varphi_{CO_2,ref}}{\varphi_{CO_2,m}}, \qquad (2.4)$$

где $\varphi_{CO_2,ref}$ – объемная доля CO_2 в установленных условиях, %; $\varphi_{CO_2,m}$ – измеренная объемная доля CO_2, %.

2.7.2 Статистическая обработка данных

Нестационарность состава выбросов не позволяет определить сходимость и воспроизводимость метода в полном соответствии с требованиями ГОСТа [8]. Вместе с тем при последовательном выполнении одной группой специалистов дублирующих испытаний с использованием двух идентичных систем отбора проб может быть выполнено статистическое сравнение рассчитанных значений x_{i1}, и x_{i2} в паре.

Стандартное отклонение s значений в паре вычисляют по формуле:

$$s = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^{n}\left(x_{i.1} - x_{i.2}\right)^2}}{2n}, \qquad (2.5)$$

где n – число выборочных пар x_{i1} и x_{i2}.

Стандартное отклонение используется для вычисления:

- неопределенности и/или доверительного интервала, связанных с отдельным измерением, выполненным группой специалистов:

$$u = s \cdot t_{0,95;n\text{-}1} \qquad (2.6)$$

где $t_{0,95;n\text{-}1}$ – коэффициент Стьюдента для доверительного интервала 95% и n-1 степеней свободы

- сходимости r в соответствии с [8], т.е. максимальной разности между двумя измерениями, сделанными одной и той же группой специалистов, для доверительного интервала 95 %:

$$r = \sqrt{2} t_{0,95;n-1} s \qquad (2.7)$$

Если данные получены при совместной работе нескольких независимых групп специалистов, то можно дополнительно обеспечивать оценку внешней неопределенности отдельных измерений любой группы специалистов, в соответствии с [8], путем сравнения результатов измерений с предельным установленным значением выброса.

Можно также обеспечивать оценку воспроизводимости R согласно [8], т.е. максимальной разности, которая может ожидаться с 95 %-ным уровнем доверия, между двумя измерениями, выполненными различными группами

специалистов, работающими в соответствии с настоящим стандартом в условиях реального технологического процесса.

При измерениях низких концентраций предел обнаружения может быть оценен посредством параллельных измерений и вычисления неопределенности или путем последовательных измерений при близкой к нулю концентрации. Предел обнаружения принимают равным утроенному стандартному отклонению.

2.8 Составление протокола испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- цель испытаний, идентификация объекта, дата отбора проб;
- рабочий режим производственного процесса с указанием изменений, имевших место во время измерений;
- идентификация и параметры места отбора проб в газоходе: размеры газохода, число и расположение линий и точек отбора проб; давление пылегазового потока, его профиль скорости и температуры в газоходе, содержание O_2/CO_2 (если необходимо) и влаги, объемы отобранного газа;
- характеристики элементов системы пробоотбора: устройства для отбора проб, его тип, вид, марка, производитель; калибровка приборов для измерения скорости и расхода (трубок Пито и др.), диаметр насадки, характеристика фильтра (материал, размер, тип);
- температура, при которой взвешиваемые части выдерживают перед отбором проб, и температура фильтрования;
- процедура взвешивания и поправки на кажущиеся изменения массы;
- результаты каждого испытания: номер и дата испытания, масса собранных твердых частиц, температура и давление газа в системе отбора проб, состав пылегазового потока, включая содержание влаги, время отбора проб, отобранный объем и расход, промежуточные и окончательные результаты вычислений, скорректированные на нормальные условия;
- имели ли место особые обстоятельства или инциденты, которые могли повлиять на величину неопределенности результатов;
- гарантии качества результатов проведенных исследований: данные о проверках утечек, значение нулевой пробы, условия изокинетичности, доля пыли, оседавшей выше по потоку от фильтра;
- комментарии об имевших место изменениях в методе гравиметрического определения концентрации пыли.

Полученные данные, включая температуру и давление отбираемой среды, а также атмосферное давление, для большей информативности следует представить в табличном виде (табл. 2.3).

Таблица 2.3

Результаты гравиметрического определения концентрации пыли

N фильтра	Время отбора τ, с	Масса фильтра, мг		Диаметр насадки D_n, мм	Температура отбираемой среды t, °С	Барометрическое давление P_b. Па	Расход отбираемого воздуха q_v,		Концентрация пыли c, мг/м^3
		до опыта m_b	после опыта m_e				л/мин	м^3/с	

Протокол испытаний должен содержать ссылку на [8].

Вопросы для самоконтроля

- Какие приборы и оборудование необходимы для гравиметрического определения концентрации пыли?
- Порядок обращения с фильтрами АФА до и после взвешивания.
- Как определить продолжительность отбора проб?
- В чем необходимость отбора нулевой пробы?
- Почему система отбора проб до и после каждого испытания должна проверяться на утечки? Какова допустимая величина утечки?

3 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3. СИТОВОЙ АНАЛИЗ ДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Свойства измельченных сыпучих материалов существенно зависят от их гранулометрического (зернового, дисперсного) состава. Одним из методов определения гранулометрического, или фракционного, состава дисперсных материалов является ситовой (или ситовый) анализ, или классификация (лат. classis - разряд, группа).

Ситовый анализ представляет собой разновидность дисперсионного анализа и применяется в основном для материалов с размерами зерен от 40…50 мкм до 10 мм. Анализ соответствующих проб пыли и др. измельченных материалов выполняют просеиванием через набор стандартных сит с квадратными (или прямоугольными) отверстиями. Для классификации крупнозернистых и кусковых материалов используют, как правило, грохочение. Для анализа более тонких порошков, в т.ч. пылей с размерами частиц от 5 мкм, возможен ситовой анализ с помощью микросит, изготавливаемых сейчас по цифровым технологиям электрогальваническим методом из никелевой фольги с расширяющимися книзу (для предотвращения забивки) отверстиями. Однако просеивать частицы через сита с размерами ячеек менее 40…50 мкм сложно, что ограничивает возможности ситового анализа при исследовании мелкодисперсных

материалов. Поэтому пробы материалов тонкого помола должны классифицироваться другими методами, например, седиментацией.

3.1 Установление пригодности оборудования для рассева пробы

3.1.1 Конструкции используемых сит

Полотна сит изготавливают из плетеных или тканых сеток (стальная, медная, латунная проволока; шелковая, капроновая, нейлоновая нить) либо штамповкой с перфорацией металлических листов. Отношение размеров отверстий соседних сит, или модуль набора сит, постоянно для всего набора и может быть порядка $\sqrt{2}$ или $\sqrt[4]{2}$.

Рекомендованные к употреблению наборы основного и дополнительных размеров ячеек приведены в стандарте [9]. Сопоставление размеров ячеек сит по ISO 565 и национальным стандартам ряда стран, а также по шкале Тайлера (Tyler Standard Sieve Series), используемой в США наряду с национальным стандартом ASTM, приведены в приложении Б.

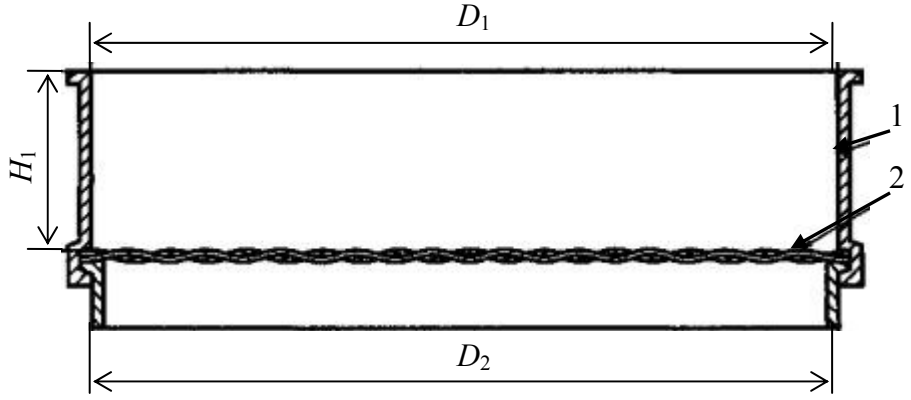


Рис. 3.1. Конструкция лабораторного сита: 1 – обечайка (рамка); 2 – сетка из металлической проволоки

Крепление металлической проволочной сетки с обечайкой должно быть выполнено так, чтобы было удобно засыпать навеску для просеивания.

Конструкция обечайки для лабораторных сит должна предусматривать возможность свободно разбирать и собирать комплект сит с другими обечайками, крышками и днищами, имеющими одинаковый номинальный диаметр.

На металлической бирке, постоянно прикрепленной к обечайке, должны быть указаны номинальный размер ячейки, обозначение стандарта, материал металлической проволоки сетки и обечайки, наименование или идентификационный номер предприятия-изготовителя или поставщика.

Таблица 3.1

Форма и размеры лабораторного сита (по рис. 3.1)

Обечайка		Диаметр или длина стороны эффективной просеивающей поверхности, мм		Высота обечайки H_1, мм
Форма	Номинальные размеры D_1 и D_2, мм	минимум	максимум	
Круглая	200	185	200	50
Круглая	300	275	300	75
Квадратная	300	275	300	75

Для сита из металлической проволоки с номинальным размером ячейки до 1 мм рекомендуется применение рамки (обечайки) круглой формы диаметром 200 мм. Круглую обечайку меньших размеров применяют для тонких сеток и просеивания навески небольшой массы. Для сит с более крупными ячейками применяют 300-миллиметровую обечайку круглой или прямоугольной формы.

При необходимости диаметр лабораторного сита 300 мм может быть увеличен на 15 мм, но диаметр или площадь поверхности сетки в сите, для обеспечения эффективности просеивания, должны быть в пределах, указанных в таблице 3.1 и на рис. 3.1.

3.1.2 Технические требования к лабораторным ситам

Конструктивные параметры сит, влияющие на достоверность результата анализа, жестко контролируются. Номинальные размеры ячеек лабораторных сит из металлической проволочной сетки регламентируются стандартом [10]. Справочная информация о требованиях к контролю соблюдения основных параметров сит при их изготовлении приведены в приложении В.

3.1.3 Методы поверки лабораторных сит

Методы поверки сит также регламентируются стандартом. Каждую ячейку в металлической проволочной сетке поверяют на соответствие техническим требованиям [10]. В сите с числом ячеек не более 20 выполняется поверка 1 – определение общего состояния проволочной сетки, при этом поверяют все ячейки. Для этого осматривают проволочную сетку на равномерно освещенном фоне. Если имеются очевидные отклонения от единообразия внешнего вида – явные дефекты, складки, морщины, посторонние включения и др., то сетка к использованию не допускается.

В ситах с числом ячеек более 20 выполняют поверки 2 – 4. Поверка 2 заключается в измерении максимальных ячеек. Сначала последовательно

осматривают все ячейки с целью обнаружения ячеек с увеличенными размерами, и затем измеряют величину отклонения от номинального размера. Максимальные допустимые отклонения *X* установлены этим же ГОСТом. Если размер хотя бы одной ячейки превышает номинальный более чем на *X*, то сито бракуют.

Поверка 3 заключается в подсчете количества или относительной доли ячеек, размеры которых превышают критерии «номинальный размер + *Z*» и «номинальный размер + *X*». ГОСТ устанавливает величину *Z*, а также допустимое количество (или допустимую относительную долю) ячеек, превышающих критерии. Если допустимые значения не соблюдаются, то сита считают непригодными к использованию.

Поверка 4 заключается в измерении средних размеров ячеек и среднего диаметра проволоки. После оценки сита на соответствие поверок 1 – 3 измеряют средний размер ячейки и диаметр проволоки на оцениваемых участках полотна сита. Средний размер определяют по результатам замера не менее 10 ячеек по каждому направлению (по утку и основе) не менее, чем на двух участках сита. Если средние значения размера ячейки и диаметра проволоки не соответствуют приведенным в ГОСТ, то сито считают непригодным к использованию.

В поверках 2, 3, 4 при измерении размеров ячеек используют оборудование с точностью измерения не менее 2,5 мкм или 0,1 среднего отклонения от номинального размера ячейки.

Требования к конструкции рамки сита (обечайки) значительно менее жесткие, т.к. форма и размеры обечаек для лабораторного сита не оказывают заметного влияния на результаты просеивания. При поверке измеряют штангенциркулем диаметры двух взаимоперпендикулярных направлений, длины сторон сит и высоту рамки.

3.2 Общие сведения о подготовке проб, классификации и представлении результатов

3.2.1 Минимальная масса пробы

Минимальная масса пробы, которую необходимо отобрать для классификации измельченного материала, зависит от максимального размера частиц в ней. Так напр., для частиц размерами 0,1; 0,3; 0,5; 1 мм надо собрать соответственно 25, 50, 100 и 200 г материала. Однако проба, подвергаемая исследованию гранулометрического состава, полидисперсная по определению. Поэтому минимальная масса пробы назначается арбитражно и указывается в нормативных и методических руководствах по рассеву конкретных видов измельченных материалов. Так, обычно для рассева полидисперсного материала с размером частиц до 1 мм (крупная пыль) принимают навеску пробы до 100 г, а для средней пыли – до 50 г.

3.2.2 Подготовка и обработка проб

Рассев пробы на сите может проводиться механическим способом или вручную. При этом применяют сухой или мокрый методы ситового анализа. Оба метода обеспечивают сопоставимость результатов измерений. Для материалов, подверженных гидратации, применяют только сухой метод рассева. Проба предварительно высушивается при 105…110 °С. При необходимости классификации материалов, растрескивающихся при 105…110 °С, или слипающихся, или содержащих большое количество мелкой фракции, пробу просеивают мокрым способом: отмывают ее слабой струей воды до тех пор, пока слив не станет прозрачным. Остаток на сите высушивают, взвешивают и по разности масс находят количество отмытой мелкой фракции.

3.2.3 Способы представления результатов рассева

Фракции частиц обозначают размерами ячеек сит. Число фракций, получаемых при просеивании через набор из n сит, составляет $n + 1$ и не должно быть менее 5 и более 20.

Дисперсный состав измельченных материалов можно представлять аналитически или графически. При аналитическом представлении принято пользоваться функциями распределения массы материала по размерам частиц, прошедших сквозь данное сито или оставшихся на нем. Функции, рассчитанные по проходу, обозначают $D(d)$, а по остатку – $R(d)$, что соответствует начальным буквам слов Durchgang (проход) и Ruckstand (долг, остаток, осадок). Иногда в литературе встречается также наименование прохода «фракцией минус d (или $-d$)», а остатка – «фракцией плюс d (или $+d$). Итак, при аналитическом представлении материала, классифицированного на сите с размером ячейки d_i:

$$D(d_i) = (Md(d_i)/M)\cdot 100\%;\ \mathrm{R}(d_i) = (Mr(d_i)/M)\cdot 100\%, \qquad (3.1)$$

где $Md(d_i)$ – масса частиц материала, диаметр которых меньше размера ячейки сита d_i; $Mr(d_i)$ – масса частиц материала, диаметр которых больше размера ячейки сита d_i.

Для функций D и R выполняются соотношения:

$$D+R=100\%;\ D(d_{min})=0;\ D(d_{max})=100\%;\ R(d_{min})=100\%;\ R(d_{max})=0, \qquad (3.2)$$

где d_{min}, d_{max} – наименьшие и наибольшие диаметры частиц в анализируемой пробе.

Кроме распределения по массе, можно еще представлять аналитически составы проб распределениями по числу частиц $D_n(d_i)$ и $R_n(d_i)$, по площади поверхности частиц $Df(d_i)$ и $Rf(d_i)$, другими функциями от диаметра.

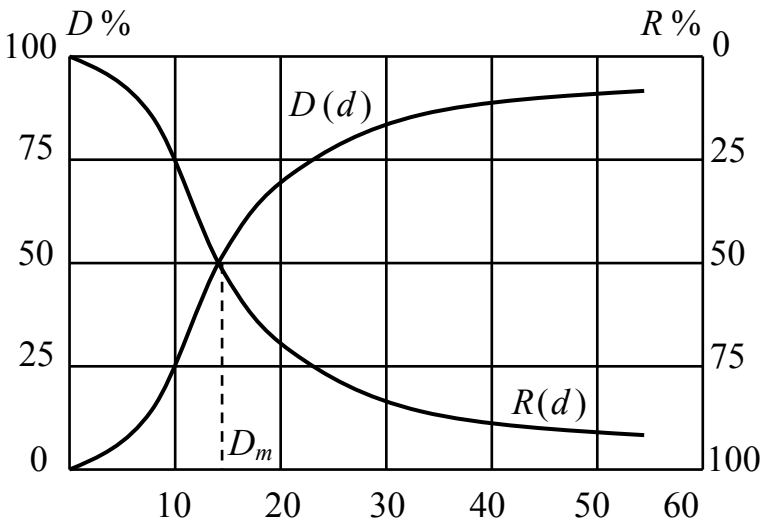


Рис. 3.2. Функции распределения частиц дисперсного материала по проходу $D(d)$ и остатку $R(d)$

Графически функции распределения представляют в виде кривых распределения, или так называемых характеристик крупности (рис. 3.2). Они могут показывать процентное содержание каждой фракции, содержащейся в данной пробе, индивидуально (дифференциальные) или нарастающим итогом (интегральные кривые). Интегральные кривые, построенные по проходу и по остатку, пересекаются при значении ординаты $D(d) = R(d) = 50\%$, а перпендикуляр из этой точки на ось абсцисс дает значение медианного диаметра D_m.

3.3 Процедура классификации пробы измельченного материала методами сухого и мокрого просеивания

3.3.1 Рассев пробы методом сухого просеивания

Метод основан на разделении пробы при просеивании через сита и определении массовой доли остатка на ситах. Процедура непосредственно классификации измельченного материала методом сухого просеивания имеет конкретные особенности применения в зависимости от его дисперсности.

3.3.1.1 Подготовка приборов, аппаратов и инструментов

Для классификации проб методом сухого просеивания используются следующие приборы, аппараты и инструменты:

– вибратор механический (прибор для рассева) с частотой вращения эксцентрикового вала 250… 300 мин$^{-1}$, амплитудой встряхивания 5… 20 мм и частотой встряхивания 140…160 мин$^{-1}$, или другой тип ситового анализатора, обеспечивающий точность метода;

– набор сит металлических диаметром (200±20) мм с размерами ячеек сеток по ISO 565-ISO 3310, крышкой и поддоном;
– сушильный шкаф с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры 200 °С;
– электрическая муфельная печь, обеспечивающая нагрев до температуры 800 °С;
– весы лабораторные общего назначения 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
– секундомер со шкалой 0-60 с, 0-60 мин.;
– стаканчик стеклянный для взвешивания и эксикатор по ГОСТ 25336-82 с изм. №№1-4;
– кисточка волосяная мягкая плоская шириной 15–30 мм.

Для проведения анализа частиц пробы измельченных материалов по крупности используют набор сит с ячейками известного размера, установленных друг на друга так, что размер отверстий уменьшается сверху вниз. Количество сит и номера сеток в наборе устанавливают исходя из предполагаемого гранулометрического состава материала. Используемые сита должны быть пригодными в соответствии с требованиями ГОСТ, т.е. пройти предусмотренные стандартом поверки.

Сита перед использованием должны быть чистыми и сухими. Перед проведением анализа необходимо протереть сетки растворителем с целью их обезжиривания и высушить на воздухе.

3.3.1.2 Подготовка проб

Пробу, взятую для испытания, высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре (110 ± 5)°С в течение 2 ч. Для сокращения времени допускается повышать температуру до 200 °С, если это не может привести к изменению гранулометрического состава вследствие температурных деформаций и др. физико-химических процессов. Охлажденную в эксикаторе до комнатной температуры пробу взвешивают с точностью до 0,01 г. Массу считают постоянной, если после повторной сушки в течение 20-25 мин результат взвешивания отличается от предыдущего не более, чем на 0,5 %.

Если исследуемый материал содержит обмасливающие компоненты, то перед испытанием его необходимо подвергнуть прокаливанию при температуре 800 °С.

Гранулометрический состав определяют на двух параллельных навесках. Масса навески материала с преобладающим размером частиц более 1 мм – 500 г, менее 1 мм – 100 г. За одну рабочую операцию можно произвести рассев пробы механическим встряхиванием на 5…6 ситах, а ручным встряхиванием – на 1...2 ситах. Некоторые употребительные размеры ячеек, используемые при ситовом анализе пыли и других измельченных

материалов, а также размер частиц, остающихся на соответствующих ситах, приведены в табл. 3.2.

Таблица 3.2

Употребительные размеры ячеек сит и фракции остатков на ситах

Размер ячеек, мм	Размеры фракций, мкм	Размер ячеек, мм	Размеры фракций, мкм	Размер ячеек, мм	Размеры фракций, мкм	Размер ячеек, мм	Размеры фракций, мкм
4,0	более 4000	1,25	1250...1400	0,315	315...355	0,080	80...90
3,55	3550...4000	1,0	1000...1250	0,25	250...315	0,063	63...80
3,15	3150... 3550	0,90	900...1000	0,20	200...250	0,050	50...63
2,8	2800...3150	0,71	710...900	0,18	180...200	0,045	45...50
2,5	2500...2800	0,63	630...710	0,125	125...180	0,040	40...45
2,0	2000...2500	0,50	500 ...630	0,10	100...125	0,032	менее 32
1,4	1400...2000	0,40	355...500	0,09	90...100	0,020	менее 20

3.3.1.3 Процедура классификации мелко- и среднедисперсной пыли

Анализ пыли мелкодисперсной (D_m < 10…15 мкм) и среднего размера (ориентировочно 10…15 мкм < D_m < 30…50 мкм) проводят в следующем порядке. Взвешивают мелкодисперсный материал в количестве от 20,00 г (материал среднего помола в количестве от 50,00 г) и количественно переносят с помощью кисточки на верхнее из набора сит (имеющего крышку и поддон). Затем сита закрывают крышкой и встряхивают с помощью механического вибратора в течение 10 мин. После выключения вибратора осторожно разрушают кисточкой образовавшиеся мягкие агломераты частиц и вновь включают вибратор на 5 мин.

Допускается проводить просеивание ручным способом: одно или два сита с поддоном закрывают крышкой и встряхивают, совершая кольцевые движения в горизонтальном направлении и время от времени ударяя поддоном о твердое основание попеременно с одной и другой стороны сит. Как и при механическом рассеве, образовавшиеся мягкие агломераты частиц также разрушают кисточкой; твердые комочки дробить не допускается. При ручном рассеве сито встряхивают до тех пор, пока в течение 2 мин через него не будут проходить никакие частицы.

После просева осадки с сит и остаток с поддона последовательно снимают и количественно переносят в предварительно высушенные до постоянной массы стаканчики или чашки Петри для взвешивания. Результаты всех взвешиваний записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

3.3.1.4 Процедура классификации крупнодисперсной пыли

Процедура анализа крупнодисперсной пыли (ориентировочно D_m > 30…50 мкм) имеет следующие особенности. Взвешивают 100,00 г материала, количественно переносят на верхнее сито (с наибольшим заданным номером

сетки), закрывают крышкой и проводят рассев с помощью вибратора в течение 7…15 мин. Нижний предел назначается для материала с D_m > 100 мкм. Если исследуемые материалы используются в производстве или являются товарной продукцией, то точное время рассева может также указываться в нормативных документах на них.

Допускается проводить рассев ручным способом, осторожно наклоняя сита из стороны в сторону так, чтобы частицы перекатывались по поверхности без видимого истирания. При этом каждые 2 мин сита необходимо встряхивать, ударяя поддоном о твердое основание попеременно с одной и другой стороны сит. Рассев ручным способом проводят до тех пор, пока в течение 2 мин через сита не будут проходить никакие частицы.

По окончании рассева не менее 2 минут ожидают оседания пыли из межсеточных объемов сит на поверхности. Затем открывают крышку, последовательно снимают и взвешивают осадки с каждого сита и остаток с поддона. Допускается объединять осадки на ситах, если размеры их ячеек находятся в пределах одной фракции. Частицы, застрявшие в ячейках сита, объединяют с надситовой фракцией. Разрушать комки и мягкие агломераты частиц нельзя. Допускается применять, не прилагая усилий, щетку или кисточку для облегчения прохождения на следующее сито прилипшего к поверхности сетки порошка присутствующих в пробе тонкодисперсных фракций материала.

Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

3.3.2 Рассев пробы методом мокрого просеивания

Метод мокрого просеивания основан на определении массовой доли высушенных осадков, снятых с набора сит (охватывающего требуемый интервал размеров ячеек) после прохождения через них свежеприготовленной водной суспензии исследуемого материала. Процедура непосредственно классификации измельченного материала методом мокрого просеивания имеет конкретные особенности применения в зависимости от его дисперсности и влажности испытуемой пробы.

3.3.2.1 Подготовка приборов, аппаратов и инструментов

Дополнительно к приборам и аппаратам, используемым для сухого просеивания, необходимо иметь:

- шланг резиновый с внутренним диаметром 10 мм, палочки с резиновым наконечником;
- стеклопосуду по ГОСТ 25336 - стакан В-1-600 ТС, воронки типа ВФ или тигели типа ТФ с фильтром класса ПОР 40 или 16, или 3,0, или 1,6, колбы 1-500 или 1-1000, цилиндры;

– эмульгатор типа ОП, Сандовит или Цитоветт.

3.3.2.2 Анализ сухой мелко- и среднедисперсной пыли

Анализ пыли сухой мелкодисперсной (D_m < 10…15 мкм) или среднего размера (ориентировочно 10…15 мкм < D_m < 30…50 мкм) проводят в следующем порядке. Взвешивают мелкодисперсный материал в количестве от 20,00 г (материал среднего помола в количестве от 50,00 г) и помещают в стакан или фарфоровую кружку. Затем при непрерывном перемешивании палочкой с резиновым наконечником (скорость перемешивания не более 4 об/с) добавляют порциями (по 5…7 мл) воду до образования сметанообразной массы. Для улучшения смачивания допускается применять 0,5% раствор эмульгатора. Затем к полученной массе добавляют около 500 мл воды, перемешивают и тонкой струей выливают на сито с минимальным размером ячеек.

Осадок на сите промывают с помощью резинового шланга при расходе около 5 л/мин. Промывание проводят в течение 10…15 мин, направляя воду от периферии сита к его центру, придерживая при этом конец шланга на расстоянии не далее 5 см от поверхности сита. Допускается, слегка притрагиваясь кисточкой, разрушать образовавшиеся мягкие агломераты частиц.

После промывания остаток с сита количественно переносят в предварительно высушенный до постоянной массы стаканчик для взвешивания или чашку Петри, и сушат до постоянной массы в сушильном шкафу. Допускается остаток с сита переносить в предварительно высушенные до постоянной массы воронку или тигель с фильтром, присоединенные через колбу с тубусом к водоструйному насосу, и сушить до постоянной массы, протягивая воздух при остаточном давлении 75…80 кПа (около 600 мм рт. ст.).

Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Разность между исходной и оставшейся массой пробы принимают за массу фракции частиц с дисперсностью меньше размера ячеек сита, на котором проводилась промывка суспензии. После взвешивания высушенный осадок по необходимости может быть классифицирован при помощи набора сит с более крупными ячейками аналогично процедуре, используемой в методе сухого просеивания.

3.3.2.3 Анализ сухой крупнодисперсной пыли

Процедура мокрого метода ситового анализа сухой крупнодисперсной пыли (ориентировочно D_m > 30…50 мкм) имеет следующие особенности. Пробу, взятую для испытания, высушивают до постоянной массы. Навеску от сухой пробы массой от 100 г помещают в сосуд с водой, количество которой должно быть достаточным для того, чтобы мелкие зерна материала

полностью отделились от крупных зерен и не образовывались комки. Затем помещают ее на сито с наименьшим размером отверстий из требуемого набора сит и, используя резиновую трубку, присоединенную к водопроводному крану, промывают водой так, чтобы исключить разбрызгивание. Промывание навески ведут до тех пор, пока вода, прошедшая через сито, не станет прозрачной.

После промывания весь материал, оставшийся на сите, высушивают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 5) °С до достижения постоянной массы, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,01 г.

Требуемый набор сит устанавливают на механический ситовой анализатор. Сухой материал помещают на верхнее сито набора, в котором сита расположены в нисходящем по номерам порядке, сверху закрывают крышкой и с помощью механического ситового анализатора проводят рассев. Минимальная продолжительность рассева принимается 15 минут.

По окончании рассева сита извлекают из анализатора и материал, оставшийся на каждом сите, последовательно взвешивают с точностью до 0,01 г.

3.3.2.4 Анализ влажной крупнодисперсной пыли

Процедуру мокрого метода ситового анализа влажной крупнодисперсной пыли проводят следующим образом. Пробу массой не менее 2 кг, не высушивая, делят пополам. От каждой половины (например, методом квартования) выделяют навески массой от 100 г. Одну пробу используют для определения массовой доли влаги в соответствии с ГОСТ для конкретного материала на двух параллельных навесках, другую – для ситового анализа.

Навеску от влажной пробы, взятую для ситового анализа, погружают в воду и далее проводят испытания по процедуре мокрого метода ситового анализа сухой крупнодисперсной пыли.

3.4 Обработка результатов

Массовую долю каждой фракции, оставшейся на соответствующем сите или поддоне, X_i, % , вычисляют по формуле:

$$X_i=(m_i/m_{нав})\cdot 100, \qquad (3.3)$$

где m_i, $m_{нав}$ – масса материала, оставшегося на соответствующем сите или поддоне, и сухой навески, взятой для рассева, г.

При мокром методе ситового анализа массовую долю тонкой фракции, прошедшей через сито при промывке, X, %, вычисляют по формуле:

$$X=100\cdot(m_{нав}-m_к)/m_{нав}, \qquad (3.4)$$

где $m_к$ – масса материала, оставшегося на сите после промывки и сушки (конечная масса), г.

При ситовом анализе влажного материала обработку результатов проводят следующим образом. Массу сухой исходной навески $m_{сух}$, г, вычисляют по формуле:

$$m_{сух} = m_н (100 - w)/100, \quad (3.5)$$

где $m_н$ – масса влажной навески, взятой для ситового анализа, г; w – массовая доля влаги, %.

Массовую долю каждой фракции, оставшейся на соответствующем сите, X_i, %, вычисляют по формуле:

$$X_i = (m_i / m_{сух}) \cdot 100. \quad (3.6)$$

Массовую долю тонкой фракции, прошедшей через сито после промывки, X, %, вычисляют по формуле:

$$X = 100 \cdot (m_{сух} - m_к)/m_{сух}. \quad (3.7)$$

За результат анализа состава пыли мелкодисперсной (D_m < 10…15 мкм) и среднего размера (ориентировочно 10…15 мкм < D_m < 30…50 мкм) принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 %. Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,02 % при доверительной вероятности P = 0,95.

За окончательный результат анализа крупнодисперсной пыли (ориентировочно D_m > 30…50 мкм) принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, размах (разность) результатов которых не превышает значений, указанных в таблице 3.3.

Полученное значение округляют до целого числа.

При подсчете суммарного результата массовых долей фракций допускается отклонение от 100 % на 1 %.

Таблица 3.3

Массовая доля контролируемой фракции, %	Значение размаха, %
До 5 включ.	1
Свыше 5 до 20 включ.	2
Свыше 20	4

Если размах результатов двух параллельных определений превышает значение, указанное в табл. 3.3, то результат признают недействительным и определение проводят повторно.

Результаты замеров m_i, г, заносятся по фракциям в табл. 3.4. Затем последовательно по каждому ситу определяется остаток *R,* % и проход *D, %.* При этом на каждом сите и поддоне должны соблюдаться соотношения (3.3). Затем в логарифмических координатах строят кривые распределения массы материала по диаметрам частиц и определяют медианный диаметр D_m.

Таблица 3.4

Результаты ситового анализа пробы дисперсного материала

Размер ячеек сита, мм	Граничные размеры фракций, мкм	Масса фракций m_i, г	R, %	D, %

Вопросы для самоконтроля

- Основные приборы и аппараты, необходимые для выполнения ситового анализа.
- Для чего необходимы поверки сит?
- Расскажите о процедуре проведения ситового анализа методом сухого просеивания.
- Расскажите о процедуре проведения ситового анализа методом мокрого просеивания.
- Как оценить погрешность результатов анализа?
- Как оценить достоверность результатов анализа?
- Как определить по результатам испытаний величину остатка и прохода для каждой фракции?
- Как представить графически дисперсный состав измельченных материалов по данным ситового анализа?

4 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4. МЕТОДЫ СЕДИМЕНТАЦИОННОГО АНАЛИЗА ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА ПЫЛИ

Результаты седиментационного анализа дисперсного состава пыли широко используются в качестве исходных данных при выборе способов очистки пылегазовых выбросов и определения коэффициентов очистки пылеулавливающих устройств. Седиментационный анализ основан на том, что при отсутствии турбулентности время осаждения частиц в гравитационном поле зависит от их размеров. При необходимости интенсификации процесса осаждения (для очень мелких частиц) действие силы тяжести дополняют действием силы инерции, применяя, например, ультрацентрифугирование анализируемой системы. И в том, и в другом случаях непосредственно сама седиментометрия обычно сводится к определению:

– массы (веса) осадка, выпавшего из исследуемой суспензии;
– объема осадка, выпавшего из исследуемой суспензии;
– изменения концентрации суспензии в процессе ее оседания;

– изменения относительной плотности оседающей суспензии (плотномеры ручные и автоматические поплавковые (денсиметры), массовые, гидростатические, радиоизотопные, вибрационные, ультразвуковые);
– изменения оптической плотности оседающей суспензии (денситометры);
– изменения гидростатического давления столба суспензии.

Сообразно с этим для определения долей частиц различных размеров дисперсной фазы в испытуемой пробе используются соответствующие типы приборов.

4.1 Условия применения седиментометрии

4.1.1 Погрешности метода

Широкое применение на практике с включением в стандартные нормативы [13, 11, 12] нашли способы седиментометрии, по которым фиксируют плотность, объем или массу (вес) материала, оседающего в гравитационном поле за определенный промежуток времени. В дальнейшем по результатам опытных замеров на основании закона Стокса получают размеры частиц:

$$r = \sqrt{\frac{9\eta H}{2\left(\rho_p - \rho_L\right) g\tau}}, \qquad (4.1)$$

где H – высота оседания частиц, τ – время оседания, $v = H/t$ – скорость оседания, r – радиус частиц, ρ_p – плотность частиц, ρ_L, η – плотность и вязкость дисперсионной среды.

4.1.1.1 Ограничения по физико-химическим характеристикам и кинетике процесса

Из выражения (4.1) можно установить некоторые ограничения на применение седиментационного метода анализа гранулометрического состава пыли. Прежде всего, метод неприменим для систем, где дисперсная фаза состоит из смеси материалов различной плотности. Необходимо еще обращать внимание на термостатирование процесса, поскольку плотность и вязкость дисперсионной среды в определенной степени зависят от температуры.

Принципиально также, что закон Стокса (4.1) справедлив только в таких условиях, когда частицы при оседании не сталкиваются между собой. Поэтому суспензия должна быть достаточно разбавленной.

4.1.1.2 Ограничения по геометрии частиц

Расчеты по результатам опытных замеров на основании закона Стокса (4.1) дают гранулометрический состав не по реальным размерам частиц, а по их стоксовским радиусам. Это радиусы таких сферических частиц, которые седиментировали бы в исследуемой системе с той же скоростью, что и реальные частицы. Здесь вносится тем большее искажение в размеры частиц испытуемой пробы, чем тоньше ее помол.

Как известно, шар имеет минимальную из всех возможных фигур поверхность на единицу объема (а в данном случае – практически и на единицу веса, который определяет, при прочих равных условиях, параметры седиментации). Поэтому у частицы реальной формы удельная поверхность будет больше, и оседать она из-за большего трения будет медленнее, чем идеальный шар такого же объема (веса). Следовательно, размер сферической частицы по формуле (4.1) получится меньшим. Известно также, что с уменьшением размера удельная поверхность частиц возрастает приблизительно в соотношении $2/r$, в связи с чем будет расти и величина искажения. Оно зависит также и от степени отклонения формы частиц пробы от сферической. Очевидно, крайнюю степень отклонения будут представлять частицы с морфологией, вносящей в трехмерную фигуру – шар, «искажения двумерности и одномерности», т.е. дискообразные и игольчатые. Подобная морфология – не редкость для частиц производственных пылей. Форму диска, например, имеют частицы каолина, игольчатой формой обладают частицы пыли переработки сои; в таких случаях прогнозируется возможность отклонения результатов испытаний от реальных размеров частиц.

4.1.1.3 Допустимый диапазон размеров частиц для надлежащей седиментометрии

При проведении анализа тонкодисперсных частиц седиментационным методом необходимо брать в расчет не только гравитационное оседание, описываемое законом Стокса, но и броуновское движение. Седиментационный анализ частиц с размером менее 2 мкм дает ошибку за счет броуновского движения порядка 20%. Перемещения же частиц с размером 0,5…1 мкм за счет гравитации и броуновского движения сопоставимы, т.е. ошибка при этом составит порядка 100%.

Оптимальный для точности и достоверности измерений диапазон размеров имеет ограничения и по времени анализа. Время оседания частиц среднего размера составляет десятки минут, а размером 1 мкм и менее – часы. Такая высокая трудоемкость осложняет проведение повторных экспериментов. Кроме того, с увеличением времени анализа увеличивается возможность агломерации материала. Поэтому минимальный размер частиц испытуемых материалов составляет порядка 5 мкм.

По верхней границе размера в испытуемой пробе желательно не превосходить величины в 50 мкм даже для отдельных частиц. Скорость их седиментации в воде и менее плотных и/или вязких дисперсионных средах составляет несколько метров в секунду, и процесс может сопровождаться турбулизацией среды в следе за частицами. Надежные расчетные зависимости, которые позволяли бы точно определять параметры осаждения частиц в турбулентном режиме, отсутствуют. Поэтому для точности анализа необходимо предварительно классифицировать пробу на ситах с размером ячеек не крупнее 63 мкм.

Хотя результаты седиментационного анализа могут давать достоверную оценку состава мелкодисперсной пыли, иногда он используется и для пыли средней дисперсности, если содержание фракций 63 мкм и крупнее не превосходит 5…10 %. Седиментационный анализ также используется в комплексе с ситовым при классификации крупной пыли, когда содержание фракций до 40…63 мкм в ней ощутимо и, по крайней мере, превышает 10…15 %.

4.2 Общие сведения о весовых методах седиментационного анализа

4.2.1 Метод определения скорости оседания частиц из суспензии по скорости накопления массы осадка

Отмеченные выше ограничения по применению седиментометрии наиболее полно учитываются в весовых методах, дающих возможность анализа сильно разбавленных дисперсных систем, т.е. таких, где отклонениями от закона Стокса из-за столкновений частиц можно пренебречь. Весовые методы различаются в основном способами отбора и фиксации массы осадка.

Наиболее удобный и достаточно точный метод, чаще всего называемый собственно весовым методом седиментационного анализа дисперсного состава измельченных материалов, предполагает определение скорости оседания частиц из суспензии по скорости накопления массы осадка в специальной кювете или чашечке весов. Предполагается, что к моменту начала анализа частицы всех размеров распределены в суспензии равномерно и что частицы каждого размера оседают в дисперсной среде со своей скоростью. Далее в течение всего анализа непрерывно или через определенные промежутки взвешивают осадок. За некоторое время t оседание завершается, и вес осадка на чашечке достигает постоянного значения. По опытным данным определяют зависимость массы осадка от времени и строят кривую оседания. Полученная зависимость является основанием для расчета массовой доли частиц разных размеров.

4.2.2 Метод определения скорости оседания частиц из суспензии по скорости изменения оптической плотности

Скорость оседания частиц из суспензии может быть выявлена не взвешиванием, а нефелометрией (определением оптической плотности суспензии). Скорость изменения оптической плотности фиксируют непрерывно или через определенные промежутки времени по изменению фотоэлектродвижущей силы или тока в фотоэлементе, зависящих от интенсивности проходящего через суспензию и рассеянного взвешенными частицами светового потока. По полученной зависимости фотоэлектродвижущей силы (тока) от времени оседания определяются массовые доли частиц разных размеров. Метод неудачно (ввиду некорректного совмещения категорий причины и следствия) назван в [13] фотоседиментационным. Процедура его проведения, за исключением способа фиксации скорости оседания частиц из суспензии, аналогична процедуре весового метода.

4.2.3 Метод отбора проб оседающей суспензии

В отличие от весового, метод, часто называемый в технических изданиях «пипеточным», также основан на количественном распределении частиц материала по крупности в зависимости от времени их оседания в жидкой среде. Процедурное отличие заключается в отборе проб оседающей суспензии в пипетку через различные промежутки времени после начала оседания. В последующем отобранные пробы, каждая из которых представляет определенную фракцию, высушивают, определяют массы твердой фазы в них и вычисляют их выходы в процентах от общей массы пробы, взятой для седиментационного анализа.

4.3 Процедура седиментационного анализа по методу определения скорости оседания частиц

4.3.1 Определение скорости оседания по накоплению массы осадка

4.3.1.1 Требования к подготовке проб измельченного материала и дисперсионной жидкости

Метод состоит в регистрации изменения массы оседающего в дисперсионной жидкости измельченного материала. Пробу материала для испытаний отбирают в соответствии с надлежащей лабораторной практикой и с учетом, при наличии, нормативно-методических инструкций для соответствующей отрасли промышленного производства. Так, например, отбор проб сырья для порошковой металлургии должен производиться в строгом соответствии с ГОСТ 23148-98 [13].

Необходимо отобрать общую для всех предстоящих испытаний представительную пробу массой не менее 50 г и высушить в условиях, не допускающих изменения физико-химических характеристик и морфологии материала. Из высушенной пробы удаляют крупные частицы путем просеивания через сито с размером ячеек сетки 63 мкм по ГОСТ Р 51568-99 (№ 0063).

Для седиментационного анализа отбирают из просеянной пробы количество материала, достаточное для приготовления суспензии с объемной долей взвеси до 0,5…1%. Количество отобранного порошка взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г.

Жидкой средой может служить вода со стабилизатором, минеральное масло или другая жидкость с известной вязкостью, в которой диспергируют порошок.

Дисперсионная жидкость должна образовывать с порошком агрегативно устойчивые суспензии и удовлетворять следующим требованиям: хорошо смачивать порошок, не вступать в химические взаимодействия с диспергируемым веществом и быть нетоксичной. Ее плотность и вязкость должны быть такими, чтобы обеспечивались условия ламинарного движения самых крупных частиц порошка, а время всего анализа не превышало бы 6 ч.

Составы некоторых дисперсионных жидкостей и их свойства приведены в Приложении Г.

4.3.1.2 Аппаратура и реактивы

Для регистрации изменения массы осадка можно применять весы Фигуровского, жидкостной седиментограф НИИОГАЗ, седиментометры Галенкампа, Сарториуса, Метлера. Для непрерывного определения массы пыли, оседающей в жидкости, в данной работе применены торсионные весы ВТ-500 (рис. 4.1). Кроме того, в работе используются: сито с размером ячеек сетки 63 мкм по ГОСТ Р 51568-99; пикнометр ПЖМ2 по ГОСТ 22524; водоструйный или вакуумный насос; фарфоровые чашечки и стеклянные палочки; термометр и секундомер; дисперсионная жидкость.

4.3.1.3 Подготовка к анализу

Время оседания частицы в жидкости *t*, с, вычисляют из уравнения Стокса.

Сообразно с [13], для обеспечения ламинарного режима при осаждении самых крупных частиц металлических порошков должно соблюдаться условие:

$$\frac{2r^3 g\left(\rho_{pp}-\rho_L\right)\rho_L}{9\eta^2} \le 10\,, \qquad (4.2)$$

где r – максимальный размер частиц анализируемого порошка, м; g – ускорение свободного падения, м/с^2; ρ_{pp} – пикнометрическая плотность частиц, кг/м^3; ρ_L, η – плотность, кг/м^3, и вязкость, Па·с, дисперсионной жидкости.

Процедура определения плотности дисперсионной жидкости и пикнометрической плотности порошка следующая. Взвешиванием определяют массу m_1 чистого высушенного пикнометра вместимостью V = 25 мл ($25 \cdot 10^{-6}$ м^3), наполняют его на одну треть порошком и вновь взвешивают, получая массу m_2. Постепенно приливают в пикнометр дисперсионную жидкость, интенсивно перемешивая и встряхивая образующуюся суспензию. С помощью водоструйного или вакуумного насоса удаляют остатки воздуха из суспензии. Доливают жидкость до метки на пикнометре и взвешивают, определяя массу m_3 пикнометра с суспензией. Масса суспензии (m_3 - m_1) состоит из массы порошка (m_2 - m_1) и массы добавленной жидкости. Опорожняют пикнометр, наполняют его до метки дисперсионной жидкостью и взвешиванием определяют массу пикнометра с жидкостью m_4.

Взвешивания проводят с погрешностью не более 0,001 г. Во время взвешивания температура жидкости в пикнометре должна равняться температуре, при которой будет проводиться седиментационный анализ.

По результатам взвешиваний определяют плотность дисперсионной жидкости ρ_L, кг/м^3, и пикнометрическую плотность частиц ρ_{pp}, кг/м^3:

$$\rho_L = (m_4 - m_1)/V, \tag{4.3}$$

$$\rho_{pp} = \frac{(m_2 - m_1)\rho_L}{m_2 - m_1 - m_3 + m_4}. \tag{4.4}$$

Разница между результатами двух параллельных определений для плотности жидкости не должна быть более 5 кг/м^3, для плотности порошка – 50 кг/м^3.

Вычисление плотности жидкости проводят с погрешностью не более 1 кг/м^3 и плотности порошка – с погрешностью не более 10 кг/м^3. За результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

Значение вязкости дисперсионной жидкости должно быть выражено с погрешностью не более 0,1 мПа·с.

Высота оседания определяется как расстояние от верхнего края суспензии до плоскости измерения (с погрешностью не более 5 мм). Если в течение анализа высота меняется более чем на 10 мм, то это необходимо учитывать при расчетах по формуле Стокса.

4.3.1.4 Процедура анализа

Для непрерывного определения массы оседающей в жидкости пыли используются торсионные весы ВТ-500 (рис. 4.1).

Вначале необходимо установить весы опорными винтами 1 по уровню 2 и подвесить на коромысло 7 чашечку 8. Затем, переместив вправо арретир 3, освобождают коромысло, рычагом 6 ставят отсчетную стрелку 5 на нулевое деление шкалы циферблата, вращением тарировочной головки 9 совмещают контрольную стрелку 4 с контрольным штрихом циферблата и фиксируют коромысло передвижением влево рычага арретира. Далее в мерный цилиндр 10 заливают дисперсионную жидкость (при анализе дисперсного состава пыли – обычно воду, керосин или спирты) до верхней отметки по шкале цилиндра, помещают в цилиндр чашечку 8.

Ее устанавливают симметрично стенкам цилиндра на расстоянии 2...3 см от дна. Замерив глубину погружения чашечки h, освобождают коромысло перемещением рычага арретира вправо и движением рычага 6 устанавливают контрольную стрелку 4 в нулевое положение. Тогда стрелка 5 покажет на шкале массу чашечки в жидкости m, мг. При этом перед взвешиванием надо проследить за тем, чтобы на чашечке и ее нити не было пузырьков воздуха. При наличии их необходимо устранить, например, подъемом и опусканием чашечки с вращением нити.

Рис. 4.1. Торсионные весы ВТ-500

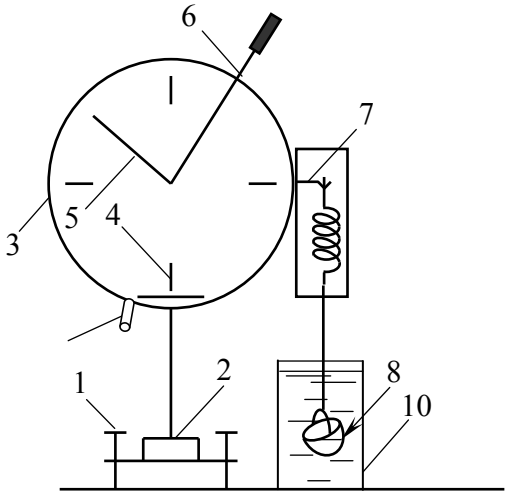


Рис. 4.2. Схема опытной установки непрерывного определения массы оседающей в жидкости пыли

После взвешивания коромысло весов арретируют и сливают жидкость в химический стакан. Затем приступают к приготовлению суспензии. Для этого берут около 1,0 г сухого порошка. В работе могут быть использованы каолин, тальк, бронза, серебрянка, известняк с соответствующей дисперсией. Навеску пробы для седиментационного анализа помещают в фарфоровую чашечку. Приливают к пробе дисперсионную жидкость из химического стакана до консистенции густой пасты. Затем ее осторожно, не допуская измельчения отдельных частиц порошка, растирают в течение 1…2 мин стеклянной палочкой, разбавляют дисперсионной жидкостью и переносят в

цилиндр. Доливают жидкость до получения 0,5…1 % суспензии, измеряют ее объем и перемешивают мешалкой 2…5 мин, не допуская образования пузырьков. При этом нужно добиваться равномерного распределения частиц суспензии по всей высоте цилиндра. По окончании перемешивания мешалку извлекают, быстро погружают в суспензию измерительную чашечку на глубину *h* и подвешивают её к петле коромысла весов. Время установки чашечки весов не должно превышать 15 с.

С этого момента включают секундомер и через промежутки времени, указанные в табл. 4.1, записывают показания весов. Эксперимент продолжают до тех пор, пока масса чашечки с осадком не станет постоянной.

Таблица 4.1

Опытные данные седиментационного анализа

Регистрируемая величина	Время регистрации τ, с, отсчет от начала опыта							
	15	30	60	120	240	360	480	*
Масса чашечки с осадком, мг								
Масса осадка, мг								
Относительная масса осадка, %								

*При необходимости далее через каждые 120 с до постоянства массы

При анализе в производственных условиях измельченных материалов как сырья или продукции, время оседания частиц может регистрироваться автоматически или визуально. В последнем случае временные интервалы, через которые необходимо фиксировать изменение массы осадка, устанавливаются технологическими регламентами, отраслевыми и международными стандартами и другой нормативно-методической документацией. Так например, [13] устанавливает следующие интервалы регистрации массы осадка: 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; 45,0; 60,0; 70,0; 90,0; 120 мин.

4.3.1.5 Обработка результатов

По результатам взвешивания строят кривую оседания, т.е. график зависимости массы осадка *m* от времени оседания τ.

Для монодисперсной системы эта зависимость выражается прямой *OA* (рис. 4.3).

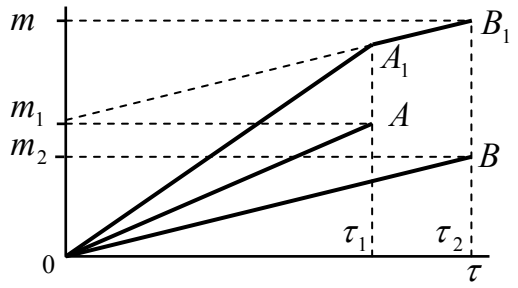


Рис. 4.3. Оседание монодисперсных материалов *OA*, *OB* и их смеси OA_1B_1

При заданной концентрации пылевых частиц в жидкости и величине *h* угол наклона линии ОА зависит только от размера частиц. Радиус частиц определяется по формуле (4.1) , где за параметры *h* и τ принимаются высота и время осаждения частиц с поверхности жидкости на чашку весов.

Седиментация в системе, состоящей из частиц двух размеров, протекает сложнее. Оседание более крупных частиц с радиусом r_1 описывается прямой OA_1, более мелких (с радиусом r_2 – прямой OB_1. Ломаная OA_1B_1, полученная суммированием ординат графиков *OA* и *OB*, характеризует процесс суммарного осаждения частиц разных фракций.

В момент времени τ_1 в точке A_1 появляется излом, соответствующий полному осаждению крупной фракции. Точка B_1 отвечает полному осаждению более мелкой фракции. Продлив линию A_1B_1 до пересечения с осью ординат, получим точку M_1, соответствующую массе частиц с радиусом r_1. Ордината точки *A* соответствует массе осевшей пыли крупной фракции m_1, ордината точки B_1 – массе всей осевшей пыли *m*, а разность ординат точек B_1 и *A* – массе осадка с радиусом частиц r_2, т.е. $m_2 = m - m_1$

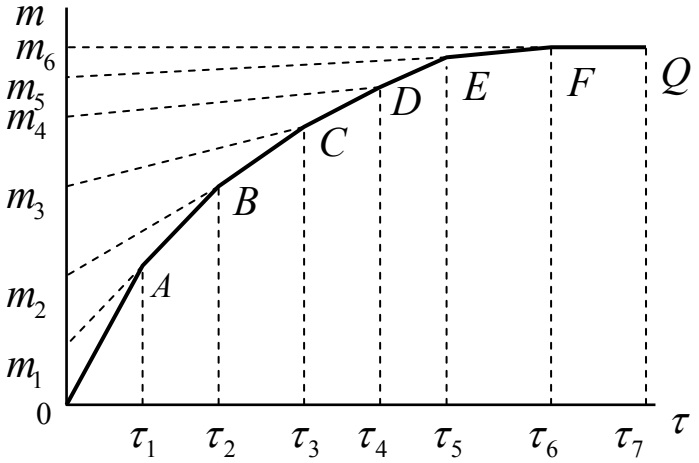


Рис. 4.4. Оседание полидисперсной системы частиц

В общем случае для полидисперсной системы, размеры частиц которой могут принимать любое значение в определенном интервале, график оседания выражается плавной кривой, близкой к параболе – пределу ломаной линии с бесконечно малыми прямыми участками (рис. 4.4).

Опытные данные по оседанию полидисперсной системы обрабатывают следующим образом. На седиментационном графике (рис. 4.4) в местах наибольшего изменения кривизны линии выбирают ряд точек (*A*, *B*, *C*...), проводят касательные к кривым в этих точках и опускают из них перпендикуляры на ось абсцисс.

Участок *OA* соответствует осаждению самых крупных частиц общей массой m_1 за время τ_1. Следующая, более мелкая, фракция с массой m_2 - m_1, осаждается за время τ_2. Ордината τ_6 отвечает точке *F,* т.е. полному оседанию всей фазы, и ей соответствует время τ_6. Время τ_7 с точкой *Q* знаменуют окончание эксперимента. По избранным точкам с помощью уравнения (4.1) рассчитывают размеры частиц соответствующих фракций.

Длина отрезка на оси ординат является мерой доли фракции порошка. Ордината m_6 соответствует массе всех частиц, осевших на чашечку. Приняв ее за 100%, выражают содержание p_i отдельных фракций дисперсной системы в процентах от общей массы вещества в интегральном (4.5) или дифференциальном 4.6) представлении:

$$p_i = 100 m_i / m_6, \qquad (4.5)$$

$$p_i = 100\,(m_i - m_{i-1})/m_6. \qquad (4.6)$$

Вместе с тем зачастую на полученной в опыте седиментационной линии бывает невозможно объективно установить места наибольшего изменения кривизны для выбора точек, представляющих фракции испытуемой пробы измельченного материала. Тогда, в соответствии с указаниями [13], следует рассчитать по формуле (4.1) ряд значений времени τ_1, τ_2,… τ_n оседания частиц порошка с размерами r_1, r_2,… r_n, ограничивающими выбранные классы крупности (фракции) частиц. При этом фракции могут устанавливаться так, чтобы средние диаметры классов, начиная с минимального, подчинялись геометрической прогрессии. Допускается также использовать равномерную разбивку на классы. Количество классов *n* должно быть не менее 5.

Значения τ_1, τ_2,… τ_n откладывают по оси абсцисс. Из этих точек восстанавливают перпендикуляры к оси абсцисс до пересечения с седиментационной кривой. В точках пересечения проводят касательные к седиментационной кривой до пересечения с осью ординат. Если начальный участок кривой прямолинейный, то его продлевают, и из точки отрыва касательной от кривой опускают перпендикуляр на ось абсцисс. Дальнейшие действия аналогичны описанным выше. Отрезок ординаты от 0 до пересечения с первой касательной соответствует массе наиболее крупной фракции m_1, а последний отрезок (на рис. 4.4 это отрезок m_5-m_6) даст массу частиц самой мелкой фракции.

На рис. 4.5 результаты седиментационного анализа представлены в виде дифференциальной кривой распределения, построенной по графику оседания. Для этого на оси абсцисс отложены рассчитанные радиусы r_1… r_6,

а на оси ординат – значения $\Delta m/\Delta r$ для каждой фракции. Массовое содержание каждой фракции выразится площадью соответствующего прямоугольника $F = (\Delta m/\Delta r)\Delta r$. Построив их для выбранных фракций и соединив точки верхних оснований, получают кривую распределения.

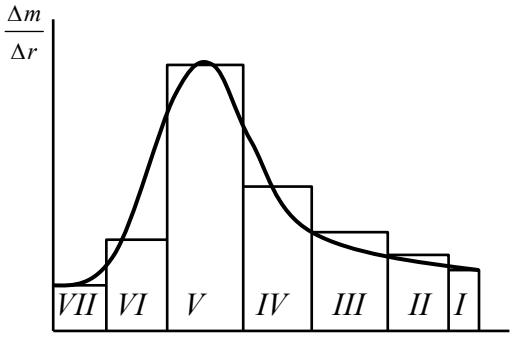


Рис. 4.5. Дифференциальное представление фракционного состава полидисперсной системы по результатам седиментации

Интегральную кривую распределения строят в вероятностно-логарифмической системе координат, откладывая по оси ординат процентные содержания p_i фракций, а по оси абсцисс – их радиусы, найденные по формулам (4.5) и (4.1) соответственно. Полученные данные заносятся в таблицу 4.2.

Если получившийся график имеет вид прямой линии, свидетельствующей о логарифмически нормальном характере изучаемого распределения, то можно отобразить это распределение параметрами D_m и $lg\sigma$.

Таблица 4.2

№ фракции	Время осаждения, с		Радиус фракции, мкм		Δr, мкм	p_i, %	$\Delta m/\Delta r$, мг/мкм	Δp, %
	τ_{min}	τ_{max}	r_{min}	r_{max}				

4.3.1.6 Протокол испытаний

Анализ порошка проводят не менее двух раз. Отклонение результатов параллельных определений не должно превышать 10% от среднего арифметического значения. За конечный результат принимают среднее арифметическое значение параллельных определений.

Результаты анализа оформляют в виде протокола, который должен содержать следующие данные: наименование порошка; наименование дисперсионной жидкости; плотность дисперсионной жидкости; пикнометрическую плотность порошка; температуру анализа; вязкость дисперсионной жидкости; высоту оседания; результаты анализа.

4.3.2 *Процедура определения скорости оседания частиц из суспензии по скорости изменения оптической плотности*

Процедура определения скорости оседания частиц фотоседиментационным методом по [13] приведена в Приложении Г.2.

4.3.3 *Определение скорости оседания частиц из суспензии по массе отобранных проб осадка (по «пипеточному» методу)*

В Приложении Г.3 приведены примеры использования пипеточного метода для определения скорости оседания частиц из суспензии по [12].

Вопросы для самоконтроля

- Какими способами может быть осуществлен седиментационный анализ дисперсного состава пыли?
- Что означают точки излома на графике зависимости массы осадка от времени?
- Как находят время осаждения отдельных фракций на графике оседания полидисперсных систем?
- Расскажите о последовательности замеров при выполнении седиментационного анализа.
- Как определить процентное содержание фракций пыли по данным опытных замеров?

5 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА АЭРОЗОЛЯ СТРУЙНЫМ (КАСКАДНЫМ) ИМПАКТОРОМ

5.1 Методы определения дисперсного состава взвешенных частиц в потоке

Широкое применение в исследованиях по определению дисперсного состава твердых частиц размером более 5 мкм, взвешенных в гетерогенных выбросах, нашли каскадные, или струйные, импакторы. Среди подобного класса приборов они наиболее просты. Другие приборы реже используются для измерения распределения по размерам твердых частиц, содержащихся в отходящих газах. Это отмечается также в материалах зарубежных организаций (см. напр., методические материалы АООС США (USEPA) – Агентства США по охране окружающей среды (United States Environmental Protection Agency), [14]).

Кроме большей сложности, другие методы замеров и типы приборов более специфичны или менее точны. Например, импакторы и циклонные пробоотборники малого диаметра работают в одном и том же диапазоне диаметров частиц. Однако существенный недостаток последних – неопределенность диаметра отсекания, не позволяет провести исследование с той точностью, которую может обеспечить импактор.

В российских нормативных документах, связанных с контролем воздушной среды, указывается на возможность применения как непосредственных, так и косвенных методов классификации взвешенных частиц размером более 5 мкм (т. наз. «макрочастиц»). Так, по [15], из непосредственных могут использоваться следующие методы определения концентрации макрочастиц: накопление частиц путем фильтрации или использования инерционных эффектов, за которыми следуют измерение числа и размера частиц под микроскопом или измерение массы собранных частиц. Из косвенных методов стандартом устанавливается возможность определения в потоке концентрации и размера взвешенных в нем макрочастиц по месту прохождения потока с помощью времяпролетного счетчика или дискретного счетчика частиц. При этом указывается на недопустимость сравнения результатов непосредственного и косвенных методов исследования по причине того, что корреляции между данными, полученными разными методами, могут отсутствовать. Остановимся подробнее на этом вопросе.

При использовании непосредственных методов накопление частиц путем фильтрации с последующим измерением под микроскопом дает информацию о макрочастицах с размерами, превышающими установленные. В то же время сбор частиц с помощью каскадного импактора с последующим измерением массы дает информацию о макрочастицах с размерами, соответствующими аэродинамическому диаметру.

При использовании косвенных методов применение дискретного счетчика частиц дает информацию о макрочастицах с размером, соответствующим эквивалентному оптическому диаметру, тогда как использование времяпролетного счетчика частиц дает информацию о макрочастицах с размером, соответствующим аэродинамическому диаметру.

Взвешенные в газовом потоке частицы диаметром менее 0,5 мкм (т.е. в диапазоне, неприемлемом для импакторов и циклонов), можно классифицировать в диффузионных батареях и анализаторами подвижности. Диффузионные батареи могут состоять из плоскопараллельных щелей, параллельных трубок или сит. Время осаждения частиц зависит от способности частиц к диффузии, которая характеризуется коэффициентом диффузии. Проскок частиц через батарею определяют детектором, обычно – счетчиком ядер конденсации. Диффузионные батареи используются для специальных задач и требуют предварительного разбавления аэрозоля.

Анализатор электрической подвижности основан на принципе зарядки частиц до определенного уровня и последующего измерения их подвижности. Диапазон измерения диаметров частиц для таких приборов от 2 до 800 нм; при этом максимальная концентрация частиц размером 10 нм в пробе – порядка 100 шт. на 1 мл. Кроме того, подвижность частиц сильно зависит от параметров несущей среды, которые в реальной ситуации проблематично поддерживать одинаковыми в разных сериях замеров. Поэтому анализаторы подвижности сложно использовать для замеров реальных производственных выбросов. Наиболее приспособленными к таким условиям оказываются струйные (каскадные) импакторы. Вместе с тем даже в идеальных условиях замеры при помощи каскадных импакторов могут давать ощутимую погрешность.

5.2 Погрешности измерений

5.2.1 Ошибки по месту отбора, ведущие к непредставительности пробы: не изокинетический отбор, стратификация взвеси, малое число точек отбора

Прежде всего должна быть обеспечена представительность отбираемого потока. Одно из условий представительности – проведение изокинетического отбора (см. лаб. работу 1), гарантирующее идентичность распределения частиц по размерам в исследуемом аэрозоле и пробе. Еще более существенной может быть ошибка из-за стратификации потока и определение его профиля при малом числе точек отбора в сечении или неправильном назначении мест отбора в целом. Следовательно, для надлежащего выполнения замеров импактором крайне важен тщательный выбор места и числа точек пробоотбора (см. также лаб. работу 1). Необходимо иметь в виду, что при выполнении замеров только в одной точке ошибка из-за стратификации может быть от ±50 % до нескольких порядков величины. Поэтому при небольшой концентрации крупных фракций частиц, например, в потоках после первой ступени очистки, по методическим материалам USEPA, рекомендуется лучше пренебречь условием изокинетичности, но провести отбор в многих точках сечения (в том числе в пристенной области, где скорость потока небольшая). Если отклонения от изокинетического отбора не превысят 30 %, то статистический показатель погрешности окажется вполне приемлемым.

Также необходимо иметь в виду, что анализ пыли с большим содержанием средних и крупных фракций требует большего количества точек и серий замеров. Так, при 2…4 точках отбора пыли с $d_m < 10$ мкм и $\sigma \sim 2…2{,}5$ с надлежащей организацией всего комплекса натурных замеров суммарная погрешность ±25 % вполне обеспечиваема, тогда как в тех же

условиях для средней и крупной пыли такой точности скорее всего окажется недостижимой.

Чтобы исключить грубые ошибки (промахи), полезно также запомнить, что для сильно запыленных потоков размер сменного наконечника, время и скорость пробоотбора должны быть меньше, чем для потоков с низкой концентрацией пыли. Такие ситуации возникают, например, при одновременном отборе на входе и выходе пылезолоулавливающего устройства для определения эффективности его работы.

5.2.2 Ошибки при отборе проб

Согласно с оценками американских специалистов в сфере отбора проб и статистикой опытных исследований, при надлежащем определении массовой концентрации с выполнением всех стадий отбора проб с шестнадцати точек и использованием приборов «наибольшей точности», систематическая погрешность составляет ±16 %. Такую оценку можно рассматривать как идеальное измерение с минимально возможной погрешностью.

Главными источниками ошибок являются отклонения от изокинетического отбора, неидентичность пробоотборных зондов, определение профиля скорости и ошибки при измерении скорости газа в каналах. В производственных условиях большую неопределенность в измерения вносит неизбежная нестационарность параметров выбросов.

По мнению USEPA, в большей части суммарной погрешности есть вклады ошибок со всех этапов исследований: отбора пробы, взвешивания и обработки данных.

Ошибки в системе отбора проб до импактора: неизокинетическая скорость отбора; непараллельность пробоотборного зонда потоку газа; неучет осадка пыли на стенках пробоотборного зонда и/или пробоотборной линии; конденсация в пробоотборном зонде или на линии отбора.

Ошибки в осадителе (импакторе): эффективность осаждения ниже 100 % (наличие проскока пыли через импактор или потери при переносе к месту взвешивания); конденсация влаги в осадителе; унос смазки со ступеней импакции.

Ошибки измерения потока: утечки и присосы вследствие негерметичности системы; недостаточная точность расходомера.

5.2.3 Ошибки при обработке проб

Ошибки при взвешивании: гигроскопические потери или прирост массы пробы или вещества фильтра; потери пробы при разборке импактора и неаккуратном обращении с дисками; недостаточная точность весов.

Ошибки при суммировании по сечению результатов взвешивания: неучет изменения по времени и/или пространству количества пыли и/или скорости газа; ошибки при суммировании; недостаточное число точек в плоскости сечения по месту отбора.

Субъективные ошибки персонала («человеческий фактор»): недостаток знаний; ненадлежащее исполнение инструкций, требований; ошибки при считывании и записи показаний; ошибки при расчетах.

Ошибки при обработке данных: неправильный выбор метода обработки данных; рост погрешности вследствие недостаточного количества проведенных замеров.

5.3 Струйная импакция и конструкции импакторов

5.3.1 Общие сведения о конструкциях импакторов

Классификация частиц по фракциям в каскадных импакторах показывает дисперсный состав взвеси близким к тому, каким он был в исследуемом газовом потоке до отбора пробы. Каскадные импакторы используются с целью сбора дисперсной части выбросов и последующего измерения под микроскопом размеров отдельных частиц, или/и для последующего измерения массы и определения доли каждой фракции взвеси, классифицированной на разделительных (каскадных) дисках.

При использовании микроскопа оператор определяет непосредственный размер частиц, сопоставляя их с частицами эталонных взвесей, размер которых точно известен (например, у спор гриба-дождевика настоящего, Lycoperdon perlatum – 3,5…4,4 мкм, у головача продолговатого, Cahatia excipuliformis – 5…6 мкм, у плауна булавовидного, Lycopodium clavatum – около 30 мкм; в США для этих целей производят специальные эталонные смеси частиц полимерных материалов). По второму способу (при измерении массы частиц, осевших на дисках) получают информацию о фракционном составе дисперсной части аэрозоля с размерами фракций, соответствующими аэродинамическим диаметрам осаждаемых частиц. При этом могут использоваться конструкции импакторов с двумя типами каскадных дисков. Один из типов снабжен пьезоэлектрическим датчиком микровесов, определяющих массу частиц, осевших на каждую ступень импакции, и показывающих изменение массы диска непосредственно во время отбора пробы. Для другого типа дисков, не оборудованных датчиками, необходима информация об их начальной массе. После завершения отбора пробы диски также извлекаются из корпуса и взвешиваются. Оба типа дисков являются съемными и приспособлены для выполнения процедуры определения размеров отдельных частиц под микроскопом.

Типичный импактор со съемными дисками представлен схематично на рис. 5.1. Принцип действия импакторов основан на инерционной сепарации

частиц по размерам при просасывании запыленного потока. Сначала проба поступает через пробоотборный канал 13 со сменным наконечником 14 на несколько разделительных ступеней – каскадов, состоящих из одиночных сопл 1, 2 со следующими за ними осадительными поверхностями (подложками) 12.

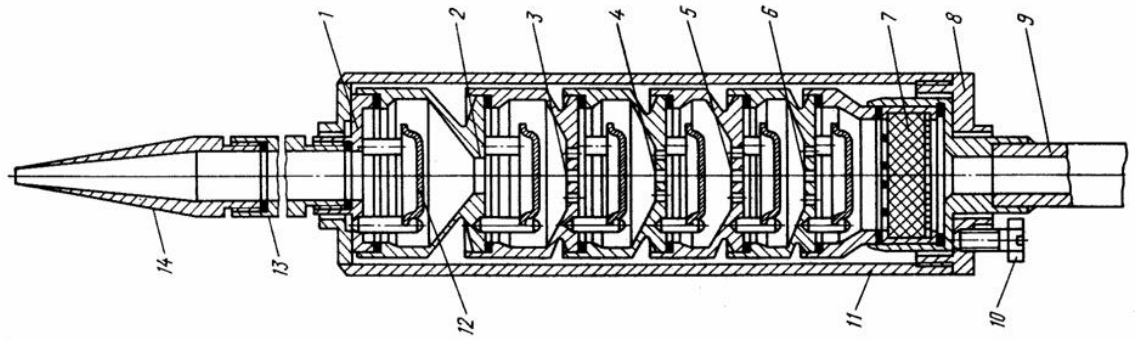


Рис. 5.1. Импактор со сменными подложками (модели НИИОГАЗ): 1…6 – сопла и сопловые решетки; 7 – фильтр; 8 – крышка; 9 – выходной патрубок; 10 – поджимной болт; 11 – корпус; 12 – сменная тарельчатая подложка; 13 – пробоотборный канал; 14 – сменный наконечник

Частицы классифицируются вследствие инерционного осаждения при обтекании подложек 12, представляющих собой препятствия на пути исследуемого потока. При изменении его направления некоторые частицы из-за инерции не могут следовать по линиям тока газа и, продолжая поступательное движение, осаждаются на подложке. По мере продвижения по импактору проба поступает на каскады 3…6 с несколькими соплами. Вместе с тем от ступени к ступени суммарные площади прохода уменьшаются, и скорость потока возрастает. Поэтому на каждой последующей ступени сепарации осаждаются все более мелкие частицы. На выходе 9 из импактора устанавливают пористый (обычно волокнистый или тканевый) фильтр 7, обеспечивающий полное улавливание частиц анализируемого диапазона размеров. Все ступени собираются в газоплотном цилиндрическом корпусе 11 и фиксируются крышкой 8 с поджимным болтом 10, обеспечивающим ее герметичное прилегание к корпусу через прокладку.

Размеры частиц, осаждаемых на той или иной ступени импакции, представляются через их аэродинамические диаметры по Стоксу, т.е. диаметры сферических частиц, имеющих такую же плотность и оседающих с той же скоростью, как и взвешенные в исследуемом потоке.

Существуют также различные конструкции импакторов со съемными дисками, отличающиеся формой сопл, их числом, расположением, способом фиксации, герметизации и т.д. Так например, каскадные импакторы Андерсена производительностью 30…90 л/мин (рис. 5.2.) нашли широкое применение в фармацевтике РФ для измерения дисперсности порошков

Рис. 5.2. Типовой импактор Андерсена

Из отечественных разработок в промышленном производстве используются импакторы НИИОгаз и института им. Л.Я. Карпова (НИФХИ). Импактор института им. Л.Я. Карпова представляет собой ряд последовательно расположенных усеченных конусов с соплами, установленных в цилиндрическом корпусе. За каждым конусом по пути потока воздуха расположена пластинка (диск), служащая приемником пыли определенной фракции по крупности. Скорость воздуха, поступающего в импактор, по мере прохождения через сопла с постепенно уменьшающимися сечениями скачкообразно возрастает от ступени к ступени, достигая максимального значения при выходе из сопла последней ступени. Струя запыленного воздуха, встречая на своем пути пластину, обтекает ее. При этом частицы пыли, обладая значительно большей инерционностью, чем молекулы воздуха, смещаются с линий тока и сталкиваются с диском.

Для того, чтобы осевшая фракция пыли не отскакивала и не сдувалась, пластину покрывают тонким слоем масла или на лобовую поверхность пластины устанавливают подложку из фильтра АФА. Размер частиц, осевших на пластине данной ступени, определяется их скоростью движения, размерами и плотностью. Количество дисперсной фазы аэрозоля, осевшей на пластине, определяют весовым способом или другими высокочувствительными методами. Калибровку импактора производят с помощью полидисперсного масляного тумана осаждением его на стеклянные пластины и измерением размеров частиц под микроскопом (при этом учитывают величины краевого угла смачивания и коэффициент растекания для используемой марки масла).

В НИИОгазе разработано несколько разновидностей импакторов. Для сред высокотемпературных и высокой запыленности (температура до 800 °С, запыленность до 50 г/м^3) разработан восьмиступенчатый импактор [16] с цилиндрическими ступенями, не требующий при отборе проб применения специальных подложек. Это достигается благодаря тому, что осаждение частиц происходит на вогнутой металлической поверхности. Прибор состоит

из трех блоков, каждый из которых набран из вставленных друг в друга стаканов. На выходе последнего блока размещен фильтр. Переход из первого (по ходу газа) блока во второй и из второго в третий осуществляется через плоскую ступень. Сопло первой ступени одновременно служит пробоотборным патрубком. Остальные сопла ступеней выполнены либо в виде отверстий, либо в виде щелей в стенках стаканов, внутренние поверхности которых служат поверхностями осаждения. Размеры импактора (диаметр 45 мм, длина 400 мм) позволяют размещать его внутри газоходов.

5.3.2 Конструкция импактора «Озон-1»

На рис. 5.3 представлена конструкция одной из распространенных модификаций импакторов НИИОГАЗ – «Озон-1», которая используется в данной работе. Импактор устроен следующим образом. Входная проботборная трубка 2 со сменным наконечником 1 прикреплена к корпусу 3, в котором размещены 9 дисков (экранов) 1.1…5.1 и выходной фильтр, представляющий собой кассету 5.2 с фильтрующим материалом. В каждом из 9 дисков и в кассете 5.2 предусмотрены одно или несколько центральных или периферийных сопл 4, выполненных в виде отверстий различного диаметра с буртами. Соответственно, в дисках с центральными отверстиями выемки 5 для установки подложек располагаются периферийно, а с периферийными отверстиями – по центру. Для подложки первого диска соплом является отверстие входной трубки 1. Последним диском служит кассета 5.2, подложкой для отверстий которой является фильтровальная набивка 6. Отвод газа из импактора производится через выходную трубку 7. Элементы импактора собираются в корпусе 3 так, чтобы диски с центральными и периферийными отверстиями следовали поочередно. Фиксация сборки и герметичность конструкции обеспечиваются накидной гайкой 8 с прокладкой и прижимным болтом 9.

Для точной фиксации в канале самого пробоотборника используется порт 10, соответствующий по исполнению требованиям приложения F [5] (см. прил. А), который обеспечивает надежное и герметичное закрепление выходной трубки 7 на стенке газохода.

К прибору прилагается набор сменных наконечников 1 с различными диаметрами входного отверстия. Время отбора для соблюдения условия изокинетичности и подбора сменных наконечников нужного размера определяют по формуле (1.17) (лабораторная работа 1), где оптимальную массу привеса m и объем просасываемого воздуха V_n выбирают по конкретным характеристикам импактора. Ориентировочно можно принимать m в пределах 1000…300 мг.

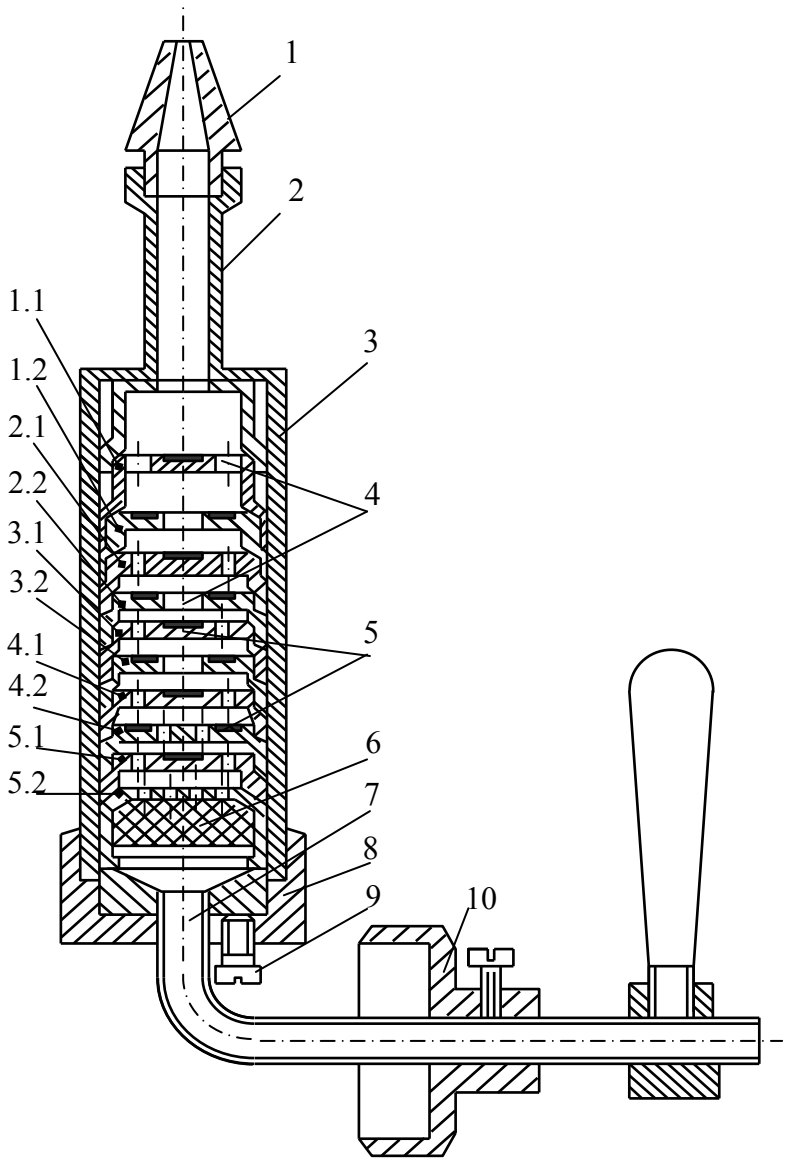


Рис. 5.3. Каскадный импактор «Озон-1»

5.3.2.1 Рабочие характеристики импактора «Озон-1»

Для предотвращения упругого отскока и сдувания частиц взвеси на улавливающие поверхности дисков (экранов) импактора «Озон-1» наносят специальную смазку или/и закрепляют на этих поверхностях круги из волокнистого материала.

Основным недостатком смазок является необходимость внесения довольно грубых поправок на летучесть жидкой фазы смазки, особенно при повышенных температурах и большой длительности отбора проб. Однако, с другой стороны, вязкая жидкость обеспечивает смачивание и удержание ударяющихся о поверхность подложки частиц, а ткань предотвращает разбрызгивание масла и его унос воздушными струями. Поверхность экрана из тонковолокнистого материала можно рассматривать как состоящую из

множества так называемых «потенциальных ям», то есть таких точек поверхности, в которых энергия удара частицы гасится деформацией волокон, а силы адгезии превышают силы сдувающего действия потока.

В импакторе «Озон-1» шесть ступеней импакции составлены пятью парами дисков и фильтром. Номер каждой ступени импакции условно соответствует осадительной подложке диска с тем же номером. Маркировка диска с порядковым номером ступени импакции нанесена на его боковой поверхности.

Отобранный на анализ поток газа после входной трубки 1 поворачивает к периферийным соплам первого диска 1.1, частично ударяясь о его центральную подложку. При этом наиболее крупная часть взвеси под действием инерционных сил остается на ней, сталкиваясь с материалом подложки и/или прилипая к поверхности смазочного материала. Более мелкие, т.е. менее инерционные, частицы проходят с газовым потоком через периферийные сопла первого диска 1.1, суммарное сечение которых равно сечению входного отверстия. Следовательно, скорость газового потока после сопл первого диска останется такой же, как и перед ним. Поэтому при повороте перед периферийной подложкой второго диска 1.2 к его центральному соплу осядут частицы того же диапазона размеров, которые не остались на подложке первого диска. Таким образом, входное отверстие 1 с центральной подложкой и периферийными соплами первого диска 1.1, а также с периферийной подложкой второго диска 1.2, составит первую ступень импакции с границей разделения более 15 мкм (см. табл. 5.1).

Далее поток проходит через центральное сопло второго диска 1.2 с диаметром, несколько меньшим диаметра входного отверстия. Здесь с увеличением скорости истечения инерционное действие усилится, ввиду чего на центральной подложке третьего диска 2.1 при повороте к его периферийным соплам осядут частицы меньшего размера, чем на предшествующей ступени импакции. Суммарная площадь периферийных сопл третьего диска 2.1 сохраняется той же, что и у сопла второго диска 1.2. Следовательно, дальше на периферийной подложке четвертого диска 2.2 будут осаждены частицы того же диапазона размеров, как и на центральной подложке третьего диска 2.1. И аналогично первой ступени, центральное сопло второго диска 1.2 с центральной подложкой и периферийными соплами третьего диска 2.1, а также с периферийной подложкой четвертого диска 2.2, составит вторую ступень импакции с границей разделения 7…15 мкм (см. табл. 5.1). По ходу потока от ступени к ступени площадь сопл уменьшается, и на каждой последующей ступени требуемый для столкновения с экраном импульс придается все меньшему по размеру диапазону частиц.

Наиболее мелкие частицы на выходе из последней ступени улавливаются фильтровальным материалом. Таким образом, анализируемая

пыль разделяется на фракции, число которых равно общему числу ступеней, включая фильтр.

Диапазоны размеров частиц, улавливаемых каждой ступенью импакции, могут представляться непосредственно границами разделения, или вычисляться через константы ступеней C_i, если таковые указаны (см. прил. Д). Границы разделения по ступеням используемого импактора при условиях калибровки и соответствующие им номера дисков приведены в табл. 5.1. Границы разделения по ступеням импакции других типов и конструкций импакторов также указываются в паспортах.

Таблица 5.1

Ступени импакции и границы разделения для импактора «Озон-1»

№ ступени импакции	1	2	3	4	5	6
Маркировка дисков	Вход;1.1; 1.2	1.2; 2.1; 2.2	2.2;3.1;3.2	3.2;4.1; 4.2	4.2; 5.1	5.2; фильтр
Границы разделения*, мкм	более 15	7,2...15	3,5...7,2	1,7...3,5	0,8...1,7	менее 0,8
*Условия калибровки: интенсивность отбора Q_c = 10 л/мин, плотность частиц ρ_{pc} = 1900 кг/м^3, температура воздуха t_c = 20 ºС, разрежение в канале p_{vc} = 200 Па, барометрическое давление p_{bc} = 101325 Па						

5.4 Процедура подготовки и выполнения пробоотбора

5.4.1 Предварительная подготовка

До начала подготовительных работ на предприятии, где будут производиться отборы проб и обследования, следует ознакомиться с производственными условиями и выбрать место пробоотбора с целью сбора информации, необходимой для подготовки исследования. Место должно выбираться в строгом соответствии со стандартами, рассмотренными в лабораторной работе 1, вплоть до оборудования портами надлежащей конструкции. Должно учитываться максимально возможное обеспечение стационарности и представительности отбираемых проб как по пространству, так и по времени отбора. Рекомендуется (российскими нормативами и USEPA) еще до подготовительных работ выполнить серию опытов как часть предварительного обследования с тем, чтобы правильно подобрать тип подложки и получить оценочную информацию о концентрации загрязнителя.

В данной работе запыление воздуха в воздуховоде создается пылепитателем, подающим исследуемый вид пыли (обычно тальк, каолин или известь) в воздушный поток так, чтобы запыленность пробы, проходящей через импактор, была в пределах 1 г/м^3. В этом случае для

устройства улавливающих подложек на дисках хорошо зарекомендовали себя волокнистые фильтровальные ткани типа ФП, пропитанные вазелиновым маслом (или подобными маслами, напр., МС-20) в качестве адгезионной смазки.

Все используемое оборудование должно быть осмотрено с целью обнаружения повреждений. Весы следует установить и откалибровать в условиях отведенного для взвешивания помещения. Необходимо определить заранее профиль скорости потока по сечению канала и проставить на выходной трубке 7 пробоотборника метки, соответствующие ее положению относительно порта 10 при установке наконечника 1 импактора в точки отбора. При этом количество точек должно быть минимальным (но не меньше двух). Это связано с тем, что в производственных условиях скорость потока по сечению канала как правило достаточно сильно изменяется, и при большом количестве точек не всегда возможно поддержать во всех них изокинетические условия отбора.

По получении оценочных данных о массовой концентрации загрязнителя и профиле скорости потока можно выбрать типоразмер сменного наконечника и определить продолжительность пробоотбора, обеспечивающую достаточный привес осадка на всех ступенях импактора. Рассчитывать диаметр сменного наконечника из условия изокинетичности отбора пробы следует согласно [5, приложение D] (см. лаб. работу 1). Оптимальные значения продолжительности отбора и массы отобранной пробы зависят от конкретных производственных условий, в частности, от запыленности исследуемых выбросов и характера технологического режима. При средней запыленности можно ориентировочно принять время отбора около 10 мин, а массу осажденной в импакторе пыли – порядка 100…300 мг.

Калверт и Инглунд ([17]) со ссылкой на отчет USEPA 1977 г. [18] (действующий в США по настоящее время – 2012г.), рекомендуют находить продолжительность отбора по номограмме, представленной на рис. 5.4. Время, требуемое для получения 50 мг осадка аэрозоля, находят по ней следующим образом. От значения ориентировочной массовой концентрации взвешенных частиц в отходящих газах (верхняя шкала) опускают перпендикуляр до пересечения с наклонной линией, соответствующей заданной интенсивности отбора, значения которой приведены на нижней шкале. Интенсивность отбора пробы импактором на практике представляет собой среднее за время опыта значение установленного расхода, контролируемое по шкале расходомера, используемого в исследовании побудителя расхода (вакуум-насоса, аспиратора). Требуемая продолжительность отбора в минутах считывается с левой стороны номограммы как ордината полученной точки пересечения.

Рис. 5.4. Время, необходимое для получения 50 мг пробы [17]

Номограмма составлена для широкого диапазона запыленности. Использованная в ней единица измерения концентрации пыли «гран на стандартный кубический фут» (grain per standard cubic feet, gr/ft^3, GSCF) соотносится с соответствующей единицей измерения СИ следующим образом:

$$1\ \text{gr/ft}^3\ (\text{GSCF}) = 2{,}28 \cdot 10^{-3}\ \text{кг/м}^3 = 2{,}28\ \text{г/ м}^3 \qquad (5.1)$$

Собственно, при измерении запыленности в США тоже теперь пользуются метрической системой, тогда как для расхода сохраняется английская система мер. Использованная в номограмме единица измерения расхода «стандартный кубический фут в минуту» (Standard cubic feet per minute, ft^3/m, SCFM) соотносится с соответствующей единицей измерения СИ «кубометры (при нормальных условиях) в секунду» следующим образом:

$$1\ \text{ft}^3/\text{min}\ (\text{SCFM}) = 0{,}472 \cdot 10^{-3}\ \text{м}^3/\text{с} = 28{,}3\ \text{л/мин} \qquad (5.2)$$

5.4.2 Подготовительные работы

После подбора сменного наконечника и определения требуемой продолжительности пробоотбора приступают к подготовке дисков и сборке импактора. Чтобы отобранная проба была пригодной и данные, полученные с помощью каскадного импактора, оказались полезными, необходимо его проверить на герметичность при температуре, близкой к температуре отбора в полевых условиях и откалибровать. При невыполнении надлежащей калибровки достоверность результатов измерений дисперсного состава

пробы может быть подвергнута сомнению, и они могут быть признаны ненадежными. Надлежащие методы калибровки, рекомендуемые USEPA, приведены в приложении.

До начала отбора проб импактор разбирают, очищают диски, очищают или заменяют подложки, пропитывают их маслом, заменяют фильтровальный материал в кассете. После этого фильтр и диски необходимо довести до постоянной массы при температуре пробоотбора. Если она намного отличается от комнатной, то лучше применять сухие подложки и термостатировать их в сушильном шкафу при соответствующей температуре. Вместе с тем по [19] в таких случаях рекомендуется смесевая смазка из 1 весовой части масла М-20, предварительно выдержанного в течение 1,5 часа в сушильном шкафу при температуре 70-80 °С, и 3,2 весовых частей корунда М-3.

По завершении обработки каждый диск с подложкой и фильтровальную кассету кладут в заранее приготовленные (чистые, высушенные и промаркированные соответственно номерам дисков и фильтра) емкости-контейнеры и взвешивают вместе с ними на аналитических весах. Допустимая погрешность взвешивания не должна превышать 0,001 г. Массу каждой емкости с диском и подложкой или с кассетой и фильтровальным материалом заносят в табл. 5.2.

После взвешивания диски вместе с фильтром собирают в порядке, соответствующем их маркировке, а контейнеры временно убирают, предохраняя от любого загрязнения.

5.4.3 Процедура отбора

Далее будет рассмотрена процедура отбора проб для схемы с фильтрованием внутри газохода, или методом внутренней фильтрации, т.е. в случае, когда импактор при выполнении исследования находится в газоходе (см. лаб. работу 1).

5.4.3.1 Сборка и проверка готовности системы отбора проб

Перед началом работы необходимо проверить всю линию пробоотбора на утечку. Собранный импактор соединяют резиновым шлангом с аспиратором, включают его и убеждаются в герметичности сборки при рабочем расходе, временно заглушив заборный наконечник 1 входной трубки 2. По рекомендациям USEPA, допустимая утечка должна быть менее 2 % от объемного расхода пробоотбора (при вакууме порядка 35 кПа, если в качестве побудителя расхода используется вакуум-насос). Устранив по необходимости неполадки и, выключив аспиратор, освобождают наконечник и устанавливают его в нужную точку отбора (в данной работе – по центру газохода). Если отбор проб выполняется с обогреваемым импактором, то его необходимо предварительно продержать в трубе нагретым до температуры

отбора не менее 45 мин. При этом наконечник с входной трубкой должны быть направлены по потоку. Перед началом отбора (по окончании прогрева) наконечник с входной трубкой необходимо развернуть навстречу потоку отбираемого газа. Затем выходную трубку импактора 7 закрепляют в требуемом положении при помощи порта 10.

5.4.3.2 Проведение процедуры отбора

С момента начала пробоотбора убеждаются в том, что импактор развернут входной трубкой против потока, включают аспиратор и устанавливают на ротаметре требуемое значение расхода, соответствующее заданной скорости пробоотбора. Затем отмечают время начала отбора и начинают вести записи в журнале данных. Во время отбора через определенные интервалы времени (например, при отборе пробы в течение 1 часа записи делают каждые 10 мин, а при отборе в течение 10 мин – каждую минуту) записывают показания аспиратора. По ходу отбора пробы необходимо регистрировать еще скорость, температуру и давление запыленного газа в канале, зафиксировать атмосферное давление и температуру наружного воздуха. Скорость и давление потока в воздуховоде определяются по показаниям микроманометра, соединенного с трубкой Пито. Скорость потока на входе в систему определяется при помощи микроманометра и входного коллектора.

5.4.3.3 Завершение процедуры отбора

Процедура отбора пробы завершается на каждой точке строго по истечении расчетного времени. При необходимости, непосредственно перед отключением аспиратора, ослабляют крепление выходной трубки импактора 7 в порте 10 и разворачивают его вертикально наконечником вверх. Затем аспиратор отключают и извлекают импактор из газохода, не допуская отклонения от данного вертикального положения. Сохраняя это положение, выполняют процедуру проверки на утечку, аналогичную той, что проводилась до начала отбора. В таком же положении импактор оставляют остывать, и, если необходимо, осушают. После остывания импактор осторожно переносят к месту взвешивания так же сменным наконечником и входной трубкой вверх, не допуская тряски, чтобы исключить возможность высыпания или переброса уловленных частиц с одной ступени на другую.

5.4.4 Обработка и взвешивание дисков импактора с пробой

Импактор осторожно разбирают, не допуская повреждения подложек и стряхивания осадка аэрозоля с дисков. Разборку ведут последовательно по ступеням. Сначала из корпуса импактора извлекают кассету 5.2 с фильтровальным материалом 6 и помещают ее в свой контейнер. Затем последовательно извлекают и помещают в емкости диски 5.1, 4.2, 4.1 … 1.1.

Кассета и диски до взвешивания должны принять температуру помещения, в котором находятся весы. В это время проверяется правильность их установки и производится процедура определения чувствительности по инструкции фирмы-изготовителя. Остывшие диски и кассету взвешивают вместе со своими контейнерами в удобной последовательности, записывая каждый результат в таблицу 5.2.

5.4.5 Обработка опытных данных

5.4.5.1 Приведение границ разделения ступеней импактора к актуальным условиям

Результаты взвешивания заносят в таблицу 5.2. По ним определяют привес на каждом диске и фильтре. Затем, суммируя привесы соответствующих дисков, находят привесы на ступенях импакции. Во избежание грубых ошибок контролируют расчеты, суммируя все привесы на дисках $\Sigma_Д$ и ступенях $\Sigma_С$.

Далее необходимо привести границы разделения каждой ступени импактора, представленные в табл. 5.1 по условиям калибровки, к актуальным условиям:

$$d_a = d_c \sqrt{\frac{\eta_a \rho_c Q_c}{\eta_c \rho_a Q_a} \cdot \frac{(273 + t_c)(p_{ba} - p_{va})}{(273 + t_a)(p_{bc} - p_{vc})}}, \qquad (5.3)$$

где d_a, d_c – актуальные и калибровочные диаметры частиц на границах разделения, мкм; η_c, η_a – вязкость газов при температуре калибровки t = 20 °С и отбора t °С, Па·с; ρ_{pc} = 1900 кг/м^3, ρ_{pa}, кг/м^3 – плотность частиц при калибровке и в пробе; Q_c= 0,167·10^{-3} м^3/с, Q_a, м^3/с – интенсивность отбора при калибровке и в опыте; p_{bc} = 101325 Па, p_{ba}, Па – барометрическое давление при калибровке и в опыте; p_{vc} = 200 Па, p_{va}, Па – разрежение в канале при калибровке и в опыте.

Конкретные значения необходимых параметров потока и частиц в условиях калибровки принимаются по паспортным данным используемых импакторов, а рабочих условий – по данным пробоотбора.

5.4.5.2 Определение фракционного состава частиц отобранной пробы

После занесения результатов пересчета границ разделения в табл. 5.2 переходят к определению дифференциального и интегрального фракционных составов (в %) частиц отобранной пробы. Принимая суммарный привес (массу всей осевшей в импакторе пыли) $\Sigma_Д$ = $\Sigma_С$ за 100%, определяют процентное содержание пыли на каждой паре дисков, образующей свою ступень импакции.

Затем сверяют расчеты: сумма значений процентного содержания пыли по дифференциальному составу и значение процентного содержания пыли на 6 ступени по интегральному составу должны быть равны 100%.

Таблица 5.2

Результаты анализа дисперсного состава аэрозоля

Характеристики дисков				Характеристики ступеней				Фракционный состав, %	
номер	масса диска с контейнером, мг			номер	привес массы, мг	границы разделения, мкм		дифференциальный	интегральный
	до отбора	после отбора	привес			d_c	d_a		
1.1				1		>15			
1.2									
2.1				2		7,2...15			
2.2									
3.1				3		3,5...7,2			
3.2									
4.1				4		1,7...3,5			
4.2									
5.1				5		0,8...1,7			
5.2				6		<0,8			100
Ф									
$\Sigma_Д$				$\Sigma_С$				100	

5.4.5.3 Определение медианного диаметра D_m, стандартного отклонения σ и концентрации частиц отобранной пробы

Построение линий дифференциального и интегрального составов исследованной пробы пыли выполняется в вероятностно-логарифмической сетке координат. Процентные содержания частиц, осажденных на ступенях импакции, откладывают по оси ординат, а границы разделения соответствующих ступеней – по оси абсцисс. Нанесенные на график точки, соответствующие значениям дифференциального состава, представляют в виде гистограммы, по которой делают вывод о степени приближенности распределения размеров частиц пробы к ЛНР. Точки, соответствующие значениям интегрального состава, аппроксимируют прямой линией по методу наименьших квадратов, затем по ней определяют медианный диаметр D_m и стандартное отклонение lgσ.

По массе всей осевшей в импакторе пыли, определенной путем суммирования масс пыли на всех ступенях, и объему отобранной пробы воздуха, подсчитанному по расходу и продолжительности отбора и приведенному к нормальным условиям, находят среднюю за время опыта концентрацию пыли в воздушном потоке.

5.4.6 Протокол испытаний

Результаты проведенных испытаний должны быть занесены в протокол испытаний, который должен содержать:

а) информацию о дате проведения испытаний; наименовании и адресе предприятия, где проводились испытания; местах расположения точек отбора проб; стандартной или нормативной методике испытаний и отклонениях от нее, включая все особые условия проведения испытаний; об идентификации измерительного оборудования и действующих сертификатах по его калибровке;

б) результаты испытаний и заключение, касающееся соответствия испытаний установленным требованиям;

в) другую информацию, касающуюся конкретного вида испытаний.

При определении дисперсного состава и концентрации частиц размером более 5 мкм должны быть внесены следующие данные: тип испытаний – классификация, определение М-дескриптора[4] или мониторинг; указание параметров частиц, соответствующих ступеням импактора; описание каждого вида использованного оборудования и данные о его калибровке; диапазон размеров макрочастиц и результат расчета содержания каждого из размеров; расход воздуха через пробоотборник и измерительную камеру оборудования; положение точки (точек) отбора проб; схема отбора проб; стабильность концентрации макрочастиц за время отбора; другие данные, существенные для испытания.

Форма и пример заполнения протокола измерения дисперсного состава летучей золы каскадным импактором (по [19]) приведены в приложении Д.

Вопросы для самоконтроля

- Расскажите об устройстве импактора «Озон-1».
- С какой целью производится смазка улавливающих подложек импактора?
- Как подготовить импактор к работе?
- Расскажите о порядке отбора пробы.
- Как определить медианный диаметр и дисперсию по опытным данным?

---

[4] М-дескриптор (M-descriptor) – здесь это определенная импактором концентрация «макрочастиц» (Macro-particles, аэрозольных частиц с пороговым размером более 5 мкм), в 1 м^3 воздуха, выраженная через эквивалентный диаметр, который характеризует используемый метод измерения (в данном случае это импакторный аэродинамический диаметр). М-дескриптор может рассматриваться как верхний предел средних значений в точках отбора проб (или как верхний доверительный предел, зависящий от числа точек отбора проб при испытаниях).

6 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 6. КОСВЕННЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАПЫЛЕННОСТИ ГАЗОВОЙ СРЕДЫ

6.1 Методы измерения концентрации пыли

Анализ запыленности атмосферы, воздуха производственных помещений или газовых потоков в коммуникациях, соединяющих пылящее промышленное оборудование с очистными устройствами, может выполняться при классификации, аттестации, мониторинге источников и средств очистки дисперсных выбросов. Методы классификации взвеси по размерам частиц с определением М-дескриптора рассмотрены в предыдущих работах.

Методы измерения концентрации пыли делят на две основные группы: прямые (непосредственные) и косвенные. Формулировки определения данных методов в разных нормативных документах могут не совпадать. Так, например, в [20] к прямому методу измерения относят метод, основанный на выделении дисперсной фазы из воздуха с последующим определением ее массы путем взвешивания, а под косвенным понимают любой метод как с выделением, так и без выделения твердой фазы из воздуха, основанный на относительном определении ее массы путем использования различных явлений: интенсивности излучения электростатического поля оптической плотности и т.п. Однако в настоящее время к прямым методам чаще относят методы определения запыленности по выделенной из выброса твердой фазе, производимые взвешиванием (массовая концентрация) и/или подсчетом числа частиц с помощью микроскопа (счетная концентрация). Под косвенным методом сейчас обычно подразумевается определение массовой и/или счетной концентрации любым способом, как с осаждением, так и без осаждения твердой фазы выброса, кроме взвешивания и подсчета числа частиц под микроскопом.

Опытное определение массовой или счетной концентрации частиц аэрозоля может проводиться непосредственным подсчетом частиц или взвешиванием (в частности, гравиметрическим методом – см. лаб. работу 2) отобранной пробы, или же косвенными методами – путем наблюдения за изменением тех либо иных физических свойств потока, коррелирующих с его запыленностью (например, посредством замеров электростатических параметров частиц, параметров потока лучистой энергии и т.д.). Косвенные методы менее точны, но выполняются быстрее и используются в экспресс-анализах.

6.2 Нормативные требования к оборудованию для измерения параметров аэрозольных систем

Производители приборов и устройств для косвенного определения запыленности часто рекомендуют их и для мониторинга. Однако необходимо

иметь в виду, что изменения физических свойств запыленных потоков (например, величина электростатического потенциала частиц, рассеяние луча лазера) зависят не только от концентрации, но также от дисперсности, химического состава, др. характеристик пыли и параметров газового потока, в первую очередь – температуры и влажности. По этой причине надежность калибровки приборов косвенного определения запыленности может быть подвергнута сомнению даже в одной серии замеров, если за это время могли происходить заметные изменения отмеченных выше или каких-либо других, возможно, специфичных, параметров потока или воздушной среды. Во избежание таких ошибок, результаты косвенных методов должны сопоставляться с контрольными замерами, выполненными с помощью методов непосредственного определения запыленности, или же использоваться как оценочные или сравнительные.

В качестве типового для современных международных (ISO) и гармонизированных с ними российских стандартов рассмотрим набор указаний о применении приборов и устройств для косвенных методов определения запыленности по [15]. Цитируемый стандарт является одним из нормативных документов с наиболее обстоятельной проработкой требований к методикам определения запыленности, поскольку он распространяется на производственные помещения, к чистоте воздушной среды которых предъявляются специальные требования.

Чистые помещения широко применяются в электронной, космической, фармацевтической, пищевой промышленности и подобных объектах. Предъявляемые к ним требования представляют собой предельные значения параметров воздушной среды в помещениях установленного класса чистоты. Концентрация аэрозольных частиц не должна превышать установленных пределов, обусловленных особенностями выполняемых в них технологических процессов и требованиями к выпускаемой продукции. Исходя из соображений обеспечения максимально возможной на настоящее время надежности и достоверности результатов измерений, стандартом [15] достаточно жестко обозначен круг оборудования и методик испытаний для определения класса чистоты чистых помещений и чистых зон, включая альтернативные методики для особых условий. Вместе с тем допускается, по соглашению между заказчиком и исполнителем, применение методов, не включенных в стандарт, хотя бы и не всегда обеспечивающих эквивалентности измерений.

Типы приборов, предписываемые к использованию стандартом, зависят от размера исследуемых частиц. При проведении обязательного метода испытаний – определения концентрации аэрозольных частиц при классификации и аттестации чистых помещений или чистых зон и оборудования для очистки воздуха, выполняется определение концентрации аэрозольных частиц с пороговым размером от 0,1 до 5 мкм. Это испытание

может включать в себя, как дополнительные методы к классификации, определение концентраций «ультрамелких» (ultrafine particles, аэрозольных частиц с пороговым размером до 0,1 мкм) и «макрочастиц» (macro-particles, аэрозольных частиц с пороговым размером более 5 мкм). Последние испытания могут быть использованы не для целей классификации.

Установленные далее в стандарте требования к измерительному оборудованию, которое применяется при использовании рекомендованных методов, носят справочный характер и направлены на то, чтобы не препятствовать использованию улучшенных видов оборудования, если таковые имеются. По соглашению между заказчиком и исполнителем могут быть также использованы альтернативные виды измерительного оборудования.

Минимально необходимые требования к оборудованию для определения концентрации аэрозольных частиц с пороговым размером от 0,1 до 5 мкм при классификации и аттестации следующие. Может применяться дискретный счетчик частиц, в основе работы которого лежит принцип рассеяния света. Используемый тип приборов, позволяющий проводить счет отдельных взвешенных в воздухе частиц, определять их размер и выдавать данные о размере частиц, под которым понимается эквивалентный оптический диаметр. Требования к его характеристикам, приведенные в табл. Е.1 Приложения Е, показывают, что максимально допустимая погрешность составляет ±20% значения концентрации частиц.

Минимально необходимые требования к оборудованию для определения концентрации частиц «ультрамелких» при дополнительных испытаниях следующие. Может применяться дискретный счетчик частиц, в основе работы которого лежит счет ядер конденсации и определение числа всех капель, образующихся при конденсации пересыщенного пара на взвешенных частицах пробы. Измеряется суммарная концентрация всех частиц, размеры которых не менее минимального размера, определяемого чувствительностью счетчика.

Требования к его характеристикам, приведенные в табл. Е.2, Е.3 Приложения Е, показывают, что максимально допустимая погрешность составляет ±20% значения концентрации частиц при минимальном пороговом размере. В этом же приложении приведены сведения об области применения метода, оценке и корректировке эффективности счета (табл. Е.4) данным типом счетчика.

Минимально необходимые требования к оборудованию для определения концентрации «макрочастиц» при дополнительных испытаниях следующие. Отмечается существование двух основных групп методов измерения макрочастиц. Прежде всего предписывается применение методов непосредственного исследования состава и концентрации взвеси – микроскопа для счета частиц, собранных на фильтровальной бумаге, и

каскадного импактора. Кроме того, допускается применение косвенных методов с дискретным и времяпролетным счетчиками «макрочастиц». Правда, ранее было отмечено (см. лаб. работу 5), что здесь возникают затруднения при попытке сравнения результатов различных методов определения размеров частиц. Остановимся подробнее на данной проблеме касательно случая замеров концентраций.

Времяпролетный счетчик частиц позволяет производить счет дискретных частиц и определять их аэродинамические диаметры. Метод реализуется посредством замера времени, за которое изменяется скорость частицы как отклик на изменение скорости несущей среды. Для этого измеряют (обычно оптическими средствами) время пролета частицы после изменения скорости потока. Требования к характеристикам времяпролетного счетчика, приведенные в табл. Е.5 Приложения Е, показывают, что максимально допустимая погрешность по эффективности счета составляет ±40% при минимальном пороговом размере и ±20% для частиц с диаметрами от 1,5 минимального порогового размера. Следовательно, косвенными методами определяется только счетная концентрация взвеси «макрочастиц».

Дискретный счетчик позволяет измерять размер и (по необходимости) проводить счет отдельных взвешенных в воздухе частиц. Требования к его характеристикам, приведенные в табл. Е.6 Приложения Е, показывают, что максимально допустимая погрешность по эффективности счета составляет ±40% при минимальном пороговом размере и ±20% для частиц с диаметрами от 1,5 минимального порогового размера. Таким образом, непосредственными методами может определяться и счетная, и массовая концентрация «макрочастиц», ввиду чего результаты непосредственных и косвенных методов при необходимости могут быть сравнены. В Приложении Е.2 приведены методики измерения параметров «макрочастиц» косвенными методами без их предварительного накопления, а также позиции протокола испытаний по [15].

6.3 Характеристика приборов косвенного определения параметров пыли некоторых зарубежных производителей

6.3.1 Пылемеры EP1000A фирмы OLDHAM(США-Франция)

В последнее время находят применение приборы косвенного определения параметров пыли зарубежного производства. Примерный перечень подобных пылемеров, приведенный в Приложении Е.3, показывает, что они сопоставимы наряду с отечественными пылемерами как по ценам, так и по характеристикам.

Действие пылемера EP1000A американо-французской фирмы OLDHAM основано на принципе обратного рассеяния лазерного луча частицами пыли. Направленный в атмосферу с содержанием взвеси лазерный

луч отражается от взвешенных частиц и возвращается на источник (рис. 6.1). Количество отраженного света используется для определения концентрации пыли в атмосфере. Измерения выполняются непрерывно, мгновенно считываются и выводятся на индикатор (рис. 6.2). EP1000A обеспечивает линейность сигнала, особенно при измерениях очень низких концентраций. Имеются внутренние настройки по колебаниям температуры (диапазон рабочих температур от -25 °С до +55 °С) и скорости потока в дымовой трубе. Выпускаются конфигурации OBSERVER EP 1000A без клавиатуры, со встроенной и с дистанционной клавиатурой. Имеются цифровые выходы RS 485 и RS 422 протокол MODBUS. Другие технические характеристики пылемеров EP1000A приведены в Приложении Е.3.

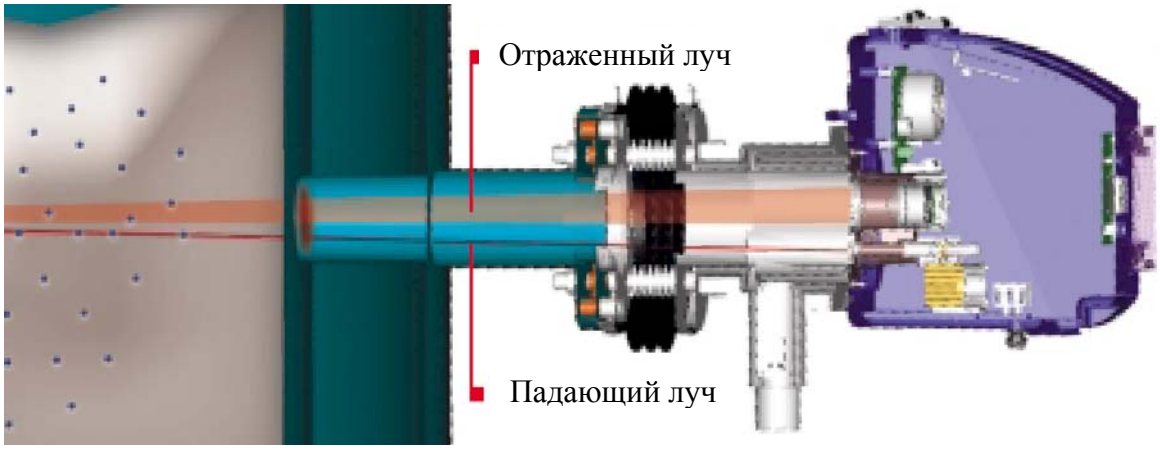


Рис. 6.1. Принципиальная схема действия пылемера EP1000A

Рис. 6.2. Пылемер EP1000A

Оптический анализатор концентрации пыли DUSTHUNTER S (Германия) предназначен для непрерывного измерения низких и средних концентраций пыли по принципу измерения рассеянного света. Принципиальная схема действия пылемеров DUSTHUNTER S приведена на

рис. 6.3 . Может применяться для мониторинга, в т.ч. в системах фильтрации и очистки дымовых газов, содержания взвешенных частиц, например, в выбросах ТЭС и котельных, мусоросжигательных печей, печей металлургических, плавильных, литейных, производства цемента и др.

Анализатор выпускается в виде модульной системы в четырех модификациях. Пылемеры DUSTHUNTER SB50, SB100 «Отраженный рассеянный свет» (рис. 6.4 а, б) и SP100 «Зондовая версия» (рис. 6.4в) работают без использования приемного устройства – светопоглотителя, и монтируются с одной стороны газохода. Пылемер DUSTHUNTER SF100 «Луч рассеянного света» предназначен для измерения концентраций от очень низких до средних. Имеет светопоглотитель и монтируется с двух сторон газохода (рис. 6.4 г). Основные компоненты системы: блок приемопередатчика, управляющий модуль MCU-P со встроенным блоком продувки; соединительный кабель; шланг блока продувки; патрубок с фланцем. Выводятся следующие сигналы: работа/неисправность, обслуживание, проверка функционирования, предельные значения. Интерфейсы – USB, RS232, RS485 (опция).

Другие технические характеристики четырех модификаций пылемеров DUSTHUNTER S приведены в приложении Е.3., табл. Е.7.

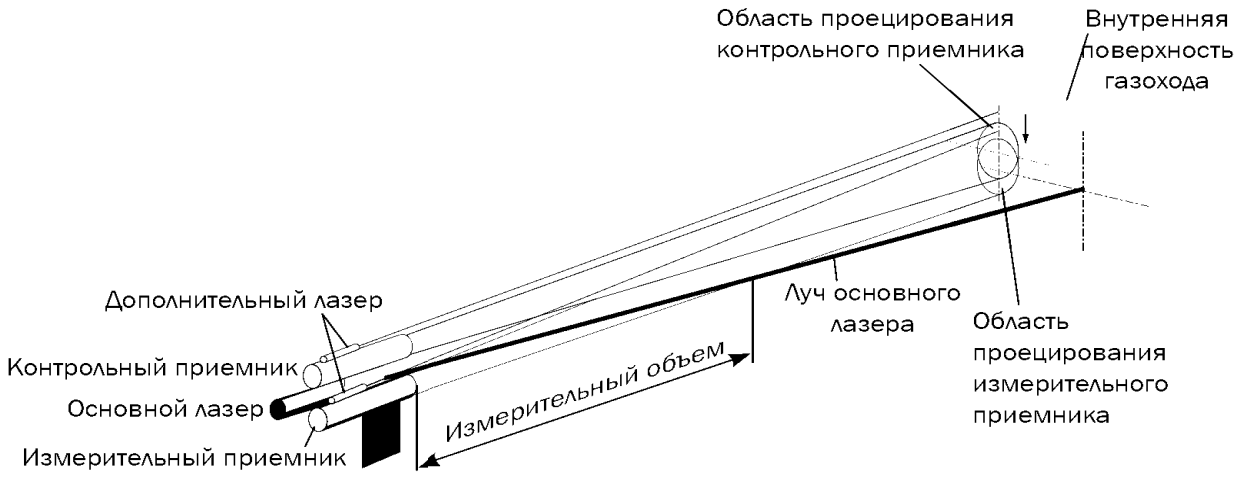
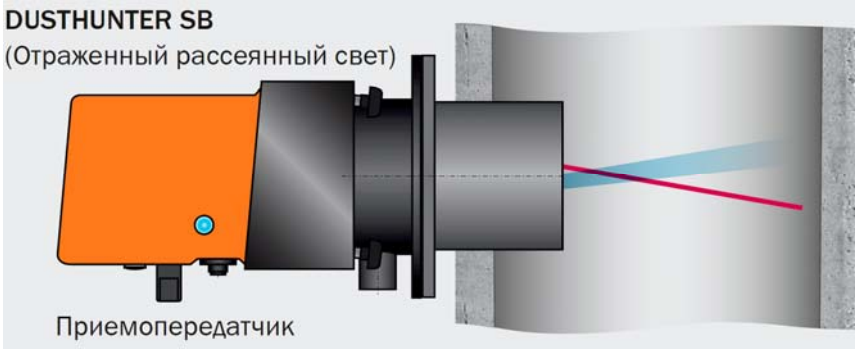
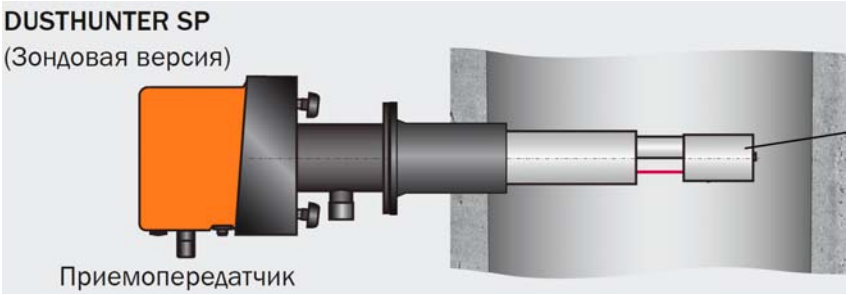


Рис. 6.3 Принципиальная схема действия пылемеров DUSTHUNTER S

а

б 

в 

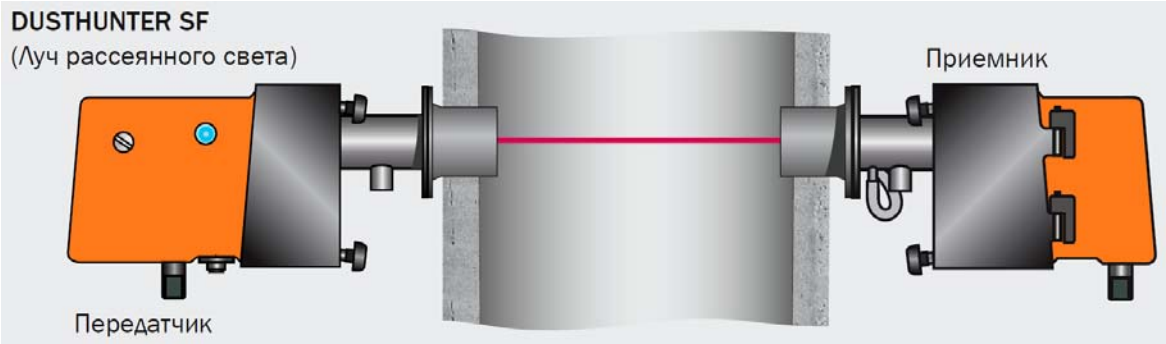
г 

Рис. 6.4. Модификации пылемеров DUSTHUNTER S и их установка на газоходе: а, б – SB50, SB100 «Отраженный рассеянный свет», в – SP100 «Зондовая версия», г – SF100 «Луч рассеянного света»

6.3.2 Переносные оптические и пьезоэлектрические пылемеры фирмы KANOMAX Inc. (США)

Фирмой KANOMAX Inc., США, выпускаются переносные оптические (мод 3443) и пьезоэлектрические (мод. 3521) пылемеры. Анализаторы аэрозоля KANOMAX мод. 3443 предназначены для измерения массовой концентрации аэрозоля любого химического состава и происхождения при контрольных замерах соблюдения предельно допустимых концентраций в воздухе рабочей зоны, качества воздуха чистых помещений и зон, технологическом контроле систем вентиляции и кондиционирования на объектах различного назначения, при проведении других видов санитарно-гигиенического и технологического контроля воздушной среды.

Принцип действия анализаторов аэрозоля KANOMAX мод. 3443 – оптический и основан на регистрации рассеянного излучения. Излучаемый источником свет с длиной волны 780 нм (это граничное значение диапазона видимого электромагнитного излучения) попадает в измерительную камеру. Находящиеся в траектории луча аэрозольные частицы рассеивают падающее излучение. Регистрация рассеянного света осуществляется фотоприемником, расположенным под углом 70 градусов по отношению к источнику излучения. Прямое излучение попадает в световую ловушку, в которой поглощается. Интегральные значения интенсивности рассеянного излучения считаются пропорциональными массовой концентрации аэрозольных частиц. Отбор пробы осуществляется встроенным насосом. Устанавливаемое время отбора пробы зависит от массовой концентрации аэрозоля и составляет 1, 3 или 10 мин. Диапазон измерений массовой концентрации от 0,1 до 10 мг/м^3, относительная погрешность измерений ± 20%.

Анализаторы аэрозоля KANOMAX мод. 3443 состоят из одного блока с цифровой индикацией результатов измерений и имеют аналоговый выход по напряжению 0-4 В. Основные технические характеристики пылемера приведены в приложении Е.3.

Анализаторы аэрозоля KANOMAX мод. 3521 предназначены для измерения массовой концентрации аэрозоля при контроле предельно допустимых концентраций в атмосферном воздухе и в воздухе рабочей зоны, а также при технологическом контроле чистоты воздуха. Область применения: санитарно-гигиенический и технологический контроль воздушной среды в лабораторных и полевых условиях.

Принцип действия анализаторов аэрозоля KANOMAX мод. 3521 – пьезобалансный и основан на заряде аэрозольных частиц в поле коронного разряда, создаваемого электродом, с последующим их осаждением на кварцевый пьезоэлемент. Отбор аэрозольной пробы осуществляется встроенным насосом. При осаждении частиц на поверхность кварцевого пьезоэлемента происходит изменение частоты его колебаний, которое принимается пропорциональным массе осажденной пыли. регенерация поверхности пьезоэлемента осуществляется путем механической чистки.

Пробоотборное устройство пылемера имеет набор сменных импакторов для замеров массовой концентрации аэрозоля с размерами частиц менее 10 и 4 мкм (для стандартов PM 10, PM 4 US EPA). Диапазон измерений массовой концентрации от 0,1 до 10 мг/м^3, относительная погрешность измерений ± 20%.

Номинальное значение объемного расхода анализируемой пробы 10^{-3} м^3/мин. Устанавливаемое время отбора пробы зависит от массовой концентрации аэрозоля и составляет 24 с , 120 с или от 1 до 60 мин. Анализаторы аэрозоля KANOMAX мод. 3521 состоят из одного блока с цифровой индикацией результатов измерений и имеют цифровой выход для

подключения к персональному компьютеру (ПК) посредством интерфейса RS 232. Основные технические характеристики пылемера приведены в приложении Е.3.

6.4 Характеристики приборов косвенного определения параметров пыли некоторых отечественных производителей

6.4.1 Радиоизотопные пылемеры

Для косвенного измерения концентрации промышленной пыли в воздухе используются также приборы отечественного производства, реализующие самые различные классы явлений. Так, например, ряд отечественных пылемеров относится к радиоизотопным приборам. Это ранее выпускавшиеся измерители запыленности воздуха типа ИЗВ, переносной радиоизотопный измеритель запыленности ПРИЗ-1, современный переносной анализатор пыли ДАСТ-1. Последний предназначен для измерения массовой концентрации аэрозольных частиц (пыли) различного происхождения и химического состава при контроле превышения предельно допустимых концентраций в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе, воздухе санитарно-защитной зоны (СЗЗ), а также в промышленных выбросах в соответствии с МВИ №242-159-05. Пылемер ДАСТ-1 измеряет массовую концентрацию фиброгенно опасной фракции пыли с использованием импактора (размер частиц менее 10 мкм) или общую массовую концентрацию пыли с размером частиц не более 100 мкм. Принцип действия радиоизотопный, основан на измерении величины бета-излучения, поглощенного пылью, прошедшей в зоне действия закрытого источника бета–излучения и осажденной на аналитическом фильтре АФА.

6.4.2 Оптический счетчик аэрозольных частиц АЗ-10

Группой приборов используется свойство снижения оптической прозрачности запыленного потока газа. Счетчик аэрозольных частиц АЗ-10 (№ 26918-04 в Государственном реестре средств измерений РФ) предназначен для измерения счетной концентрации аэрозольных частиц различного происхождения и химического состава с диаметрами 0,3...10 мкм при аттестации рабочих мест и определении класса чистоты чистых помещений и чистых зон по [21].

Принцип действия счетчика аэрозольных частиц АЗ-10 основан на регистрации рассеянного оптического излучения. В качестве источника света в счетчике используется лазерный излучатель. Частицы, попадая в освещенный рабочий объем, рассеивают излучение. С помощью конденсорной системы рассеянное излучение регистрируется фотоприемником. Интенсивность светового импульса принимается пропорциональным размеру частицы, а число аэрозольных частиц

определяется по количеству световых импульсов. Допускаемая погрешность – 15%. Счетчик может быть подключен к персональному компьютеру посредством интерфейса RS 232. Основные технические характеристики счетчика приведены в табл. Е.3.5 Приложения Е.

6.4.3 Нефелометр ОМПН-10,0

Комбинированный полуавтоматический пылемер-нефелометр ОМПН-10,0 предназначен для измерения массовой концентрации аэрозольных частиц различного происхождения и химического состава при контроле соблюдения предельно-допустимых концентраций (ПДК) в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны.

В работе пылемера используется оптический метод проведения замера, который при необходимости контроля дополняется гравиметрическим методом. Принцип действия косвенного (оптического) метода заключается в регистрации рассеянного излучения оптическим датчиком. Для реализации прямого (гравиметрического) метода ведется параллельное осаждение на аналитический фильтр АФА-ВП-10 пыли из анализируемой пробы, отбираемой с помощью электроаспиратора.

Диапазон измерения массовой концентрации аэрозоля 0,01-100 мг/м^3. Предел допускаемой относительной погрешности измерений ± 20%. Оптический блок обеспечивает измерение концентрации взвешенных частиц в непрерывном режиме в стандарте PM-10, PM 2,5. При выполнении контрольных замеров по соблюдению ПДК на оптическом блоке нефелометра ОМПН-10,0 устанавливают значение пороговой (контролируемой) концентрации, при превышении которой автоматически включается электроаспиратор и начинается отбор проб анализируемого воздуха также на аналитический фильтр (см. рис. Е.2 Приложения Е.3). Такое дополнительное определение массовой концентрации взвешенных частиц гравиметрическим методом производится с целью корректировки градуировочной характеристики оптического блока, чтобы исключить возможность признания получаемых данных некорректными. Основные технические характеристики нефелометра приведены в приложении Е.3.6.

6.4.4 Пылемеры типа ИДИП-01

Принцип действия пылемеров типа ИДИП-01, предназначенных для контроля за запыленностью отходящих дымовых газов технологических процессов, основаны на измерении ослабления или рассеяния инфракрасного излучения в запыленной среде. Как и другие типы приборов косвенного измерения концентрации пыли, пылемер типа ИДИП-01 нуждается в постоянном метрологическом обеспечении путем калибровки для каждого состава (химического и дисперсного) пыли и газовой части

выбросов, весовым (гравиметрическим) методом. Поэтому они больше подходят не для исследовательской работы, а в качестве прибора для стационарного мониторинга запыленности выбросов одного и того же технологического процесса. Вместе с тем по способу эксплуатации прибор является переносным и состоит из измерительного зонда с блоком индикации, которые имеют небольшие размеры и вес (рис. 6.5).

Рис. 6.5. Пылемер типа ИДИП-01

Некоторая несогласованность предназначения и устройства прибора заложена также в принципе его действия, которое основано на затенении частицами пыли потока инфракрасного (ИК-) излучения в оптическом канале зонда прибора, установленного в газоходе. Концентрация пыли принимается пропорциональной измеренной величине поглощенного или рассеянного излучения. Вместе с тем прибор рассчитан на работу в горячей среде с температурой до +300 °С. Такая среда создает достаточно высокий шум в виде фонового ИК-излучения. При этом мгновенная температура в конкретной точке неизотермического турбулентного потока претерпевает, как известно, существенные изменения за небольшие промежутки времени. При использовании ИК – излучения в изотермических потоках также не следует забывать, что оптическая прозрачность частиц для потоков электромагнитного излучения в диапазонах видимого и инфракрасного спектров могут не совпадать, что требует метрологического сопровождения каждой серии замеров.

Принцип действия пылемера ИДИП-01ПМ, предназначенного для определения больших концентраций пыли в высокотемпературных газовоздушных потоках, основан на измерении поглощения инфракрасного излучения частицами пыли. При включении пылемера ИДИП-01ПМ генератор импульсов и излучающий светодиод формируют инфракрасное излучение в оптическом канале прибора, и происходит измерение интенсивности инфракрасного излучения (см. рис. Е.3 Приложения Е.3.7). Степень его ослабления из-за поглощения и рассеяния пылью служит показателем концентрации пыли в газовоздушном потоке.

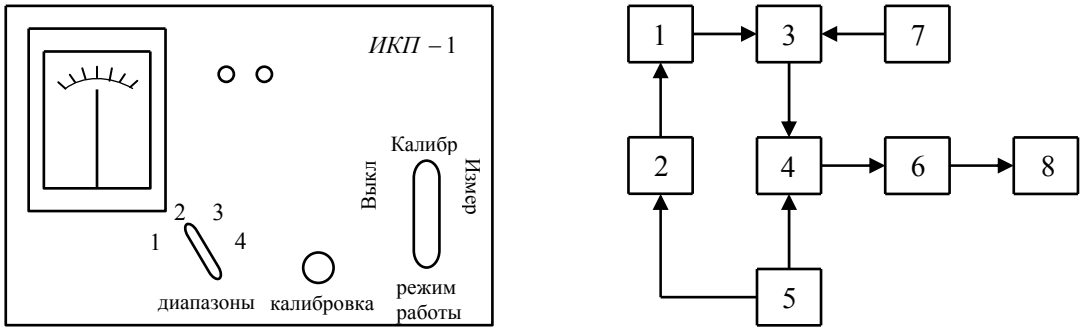
Принцип действия пылемера ИП-01, предназначенного для измерения малых концентрации пыли и оценки размеров пылевых частиц в

высокотемпературных газовоздушных потоках, основан на измерении величины излучения, рассеянного частицами пыли. При включении пылемера ИП-01 происходит облучение частиц пыли инфракрасным излучением под разными углами и измеряется интенсивность излучения, рассеянного частицами пыли (см. рис. Е.4 Приложения Е.3.7). Величина рассеянного излучения служит показателем концентрации пыли в газовоздушном потоке, а соотношение интенсивности излучения, рассеянного под разными углами, позволяет дать оценку размеров частиц.

Технические характеристики и схемы установки пылемеров ИДИП-01ПМ, ИП-01 приведены в Прил. Е.3.7.

6.4.5 Анализатор ИКП-1

Используемый в работе анализатор ИКП-1 (измеритель концентрации пыли) – один из первых приборов отечественного производства, реализующих метод косвенного определения параметров пыли. Его выпуск продолжается по настоящее время на Украине. Он предназначен для измерения и/или непрерывного контроля концентраций механических примесей в закрытых отапливаемых помещениях. Может также использоваться на открытом воздухе при невысокой влажности и отсутствии каких-либо атмосферных явлений. Измеряемый прибором диапазон концентраций пыли составляет 0,1...500 мг/м^3. При этом его паспортная погрешность сравнительно невелика – до 12 %.



а б

Рис. 6.6. Прибор для измерения концентрации пыли в воздухе ИКП-1: а – панель, б – структурная схема прибора

Принцип действия прибора аналогичен принципу зарядки пыли в электрофильтрах. Он основывается на электризации аэрозольных частиц под действием импульсного отрицательного коронного разряда и последующем измерении их суммарного заряда. Величина этого заряда коррелирует с концентрацией пыли в объеме воздуха, прошедшего через зарядную камеру. Прибор ИКП-I имеет гидравлическую и электрическую линии. Воздух с частицами аэрозоля протягивается через пылемер при помощи

микронагнетателя. Проходя с потоком воздуха через зарядную камеру, частицы пыли получают в поле коронного разряда, в основном за время импульса, отрицательный заряд, адсорбируя на своей поверхности электроны, положительные и отрицательные ионы молекул газа (воздуха). Информация о величине полученного заряда частицы передается его наведением посредством индукции на «осадительные» электроды – стенки камеры измерительного устройства пылемера. Возникающий при этом электрический ток регистрируется микроамперметром и считается пропорциональным концентрации пыли. Однако способность частиц пыли накапливать электрический заряд зависит от множества причин – их морфологии, дисперсности, удельного электрического сопротивления (УЭС), поляризуемости, влажности; от температуры, влажности и состава газовой фазы потока, других параметров. Поэтому линейность зависимости величины тока может наблюдаться только при низких концентрациях.

Метрологическое обеспечение прибора заключается в калибровке зависимости величины тока от концентрации пыли весовым способом для определенного вида аэрозоля и для его определенного дисперсного состава с использованием фильтров АФА (см. лаб. работу 2). Поэтому наличие в воздухе конденсационных аэрозолей с частицами менее 0,1 мкм (дымовые газы и др.) приводит к значительному увеличению погрешности измерения.

Поэтому точность определения концентрации пыли электризационным методом зависит от совпадения этих параметров при градуировке прибора и рабочих замерах. Вследствие этого электризационный метод в общем случае рекомендуется для оценочных или сравнительных замеров запыленности воздуха, или должен иметь метрологическое сопровождение каждой серии замеров.

Панель и структурная схема прибора приведены на рис. 6.6. Частицы аэрозоля, содержащиеся в воздухе, попадают в зарядную камеру 1, где расположен импульсный коронирующий электрод. Они получают в электрическом поле коронного разряда, создаваемого преобразователем 2, отрицательный заряд. Попадая в измерительную камеру 3, соединенную со входом усилителя 4, частицы индуцируют на ее стенках заряд, создающий на входе усилителя напряжение, пропорциональное концентрации пыли в воздухе. Усиленный сигнал преобразуется детектором 6 и подается на измерительный прибор 8. Имеется вывод для непрерывной фиксации сигнала на самопишущем приборе.

Блок 5 служит для подачи питания на измерительную схему. Микронагнетатель 7 создает поток аэрозольных частиц в воздухозаборной части прибора.

6.5 Процедура подготовки прибора ИКП-1 и выполнения пробоотбора

6.5.1 Предварительная подготовка

При подготовке прибора к работе до подсоединения его к сети с помощью трехполюсной вилки необходимо убедиться, что переключатель "Режим работы" находится в положении "Выкл."

Перед измерением прибор необходимо откалибровать, установив для этого переключатель "Диапазоны" в положение 1, а переключатель "Режим работы" – в положение "Калибр". Далее вращением ручки калибровки следует установить стрелку микроамперметра на 50 ± 5 делений шкалы. После завершения калибровки прибор считается готовым к рабочим измерениям.

6.5.2 Отбор проб и замер концентрации пыли

В работе выполняется замер концентрации пыли в пробе, отобранной из камеры, которая поочередно имитирует производственное помещение и воздушную среду на границе СЗЗ предприятия – источника гетерогенного выброса. Сперва производится запыление камеры с таким расчетом, чтобы концентрация оказалась в пределах 40-80 мг/м^3, затем приступают к отбору проб.

Во избежание выхода из строя микроамперметра при замерах следует начинать измерения на минимальной чувствительности прибора. Для этого необходимо переключатель "Диапазоны" перевести в положение 4, а переключатель "Режим работы" – в положение "Измерение". Если чувствительность слишком низка, то последовательно переводят переключатель "Диапазоны" в положения 3, 2, 1, и определяют по характеру отклонения стрелки оптимальный диапазон измерения. Далее убеждаются по характерному шуму в работе электродвигателя, а по наличию воздушного потока на выходе микронагнетателя – в прохождении пробы через измерительную камеру. Затем через 10-15 с после начала опыта (начала поступления пыли в прибор) снимают показания микроамперметра и заносят в табл. 6.1. Показания прибора записывают каждые 15 с в течение 1,5 минут и отсоединяют прибор от камеры. После этого в течение 15 с продувают камеру с таким расчетом, чтобы запыленность снизилась на порядок. По окончании продувки вновь соединяют камеру с прибором ИКП-1 и повторно проводят все замеры в той же последовательности.

После завершения опытов необходимо выключить прибор.

6.6 Обработка опытных данных

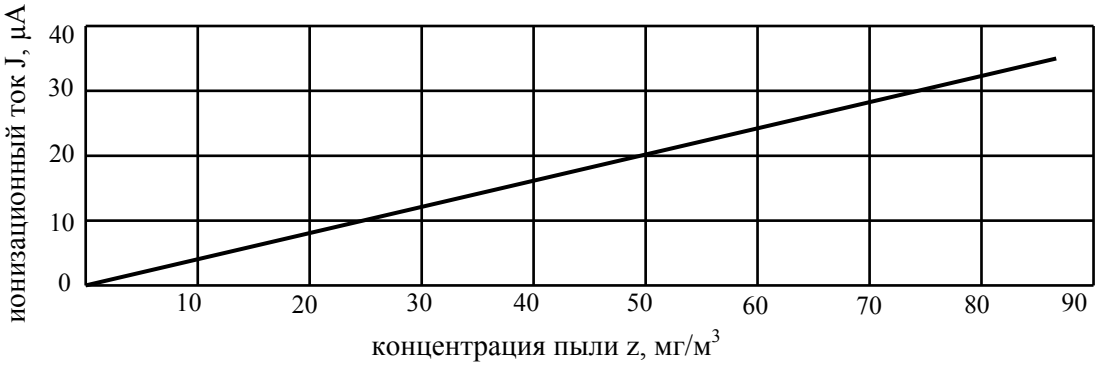


Рис. 6.7. Градуировочная характеристика прибора ИКП-1

По полученным опытным данным величины ионизационного тока J определяют концентрации пылевых частиц z_1, z_2, мг/м^3, в воздухе помещения и на границе СЗЗ предприятия. С этой целью используют градуировочную характеристику прибора ИКП-1 для молотого кварцевого песка (рис. 6.7). Найденные значения концентраций заносят в табл. 6.1 .

Таблица 6.1

Результаты замеров концентрации пыли

N опыта	Величина ионизационного тока прибора *J*, μA	Концентрация пыли в воздухе помещения z_1, мг/м^3	Концентрация пыли в воздухе на границе СЗЗ предприятия z_2, мг/м^3

6.7 Протокол испытаний

Найденные значения концентрации пыли необходимо сравнить с данными, полученными при помощи других методов измерения. По данным измерений следует дать заключение о состоянии запыленности воздуха, сравнив z_1 с ПДК$_{рз}$, а z_2 – с ПДК$_{мр}$ и ПДК$_{сс}$.

Результаты проведенных испытаний должны быть занесены в протокол испытаний, который должен содержать:

а) информацию о дате проведения испытаний; наименовании и адресе предприятия, где проводились испытания; местах расположения точек отбора проб; стандартной или нормативной методике испытаний и отклонениях от нее, включая все особые условия проведения испытаний; об идентификации измерительного оборудования и действующих сертификатах по его калибровке;

б) результаты испытаний и заключение, касающееся соответствия испытаний установленным требованиям;

в) другую информацию, касающуюся конкретного вида испытаний.

Вопросы для самоконтроля

- Какие методы определения концентрации пыли относят к прямым?
- К каким методам определения концентрации пыли относятся приборы EP1000A, DUSTHUNTER S, KANOMAX?
- К каким методам определения концентрации пыли можно отнести пылемеры типа ИДИП-01? Назовите их преимущества и недостатки.
- С какой целью при превышении значения пороговой (контролируемой) концентрации на оптическом блоке нефелометра ОМПН-10,0 автоматически включается электроаспиратор?
- В чем заключается принцип действия прибора ИКП-1? Расскажите о порядке обращения с прибором.
- Как проводится калибровка, и с какой целью составляется градуировочная характеристика прибора, работающего по косвенному методу определения запыленности?
- Исследования какого характера можно проводить приборами косвенного измерения при отсутствии данных о калибровке?
- Назовите наиболее точный метод определения концентрации пыли в воздухе.

7 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7. ГРАВИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАСЫПНОЙ ПЛОТНОСТИ ПЫЛИ

7.1 Общее понятие о насыпной плотности дисперсного материала и ее измерении

7.1.1 Терминологическое определение понятия насыпной плотности дисперсного материала

Плотность пыли – одна из основных характеристик, без знания которой невозможно надлежащее проектирование пылеулавливающих устройств. К примеру, при обработке аэрозолей в гравитационных и сухих инерционных аппаратах степень очистки растет с увеличением плотности материала дисперсной фазы, что объясняется возрастанием интенсивности осаждения взвешенных частиц.

Вместе с тем плотность измельченного вещества не является такой же однозначной характеристикой, как плотность его материала в компактном состоянии. Поэтому в практике проектирования используется несколько видов плотности дисперсных материалов. За истинную плотность вещества принимают массу единицы объема частиц, не имеющих пор и промежутков. Кажущейся плотностью называют массу единицы объема частиц, включающего объем закрытых пор. Объемной плотностью называют массу

единицы объема частиц, включающего объем закрытых и открытых пор. Эти виды плотности используют для расчетов параметров таких процессов и явлений, на которые не оказывает влияния величина промежутков между частицами, например, при расчетах процессов, связанных со скоростью витания или седиментации.

Необходимость учета размера промежутков между элементами большой совокупности частиц измельченного материала возникает при определении конструктивных и эксплуатационных параметров бункеров, выгрузных и транспортных механизмов, других элементов систем пылегазоочистки. Тогда используется понятие насыпной плотности дисперсного материала. При этом различают его плотность в свеженасыпанном и слежавшемся состояниях.

Величину плотности свеженасыпанного дисперсного материала, называемую обычно просто насыпной плотностью, определяют опытным путем как массу единицы объема дисперсного материала, свободно насыпанного в измерительную емкость. Этот объем учитывает открытые и закрытые поры частиц, а также промежуточные пространства между ними. Величину плотности слежавшегося дисперсного материала, называемую также насыпной плотностью в уплотненном состоянии, определяют опытным путем как массу единицы объема дисперсного материала, свободно насыпанного в измерительную емкость, и затем подвергшегося определенному числу (порядка сотни) встряхиваний с определенной интенсивностью и амплитудой. Здесь в объем дисперсного материала также входят открытые, закрытые поры и промежутки между частицами. При этом, определённо, размер промежутков уменьшается, однако величина уменьшения, как показывает опыт, сильно зависит от морфологии частиц, их среднего диаметра d_{50} и дисперсии σ.

В некоторых случаях, связанных с коммерческим определением объема сыпучего (товарного) материала при длительном хранении, могут использоваться более скрупулезные характеристики его уплотнения. Применяемая при этом терминология может не совпадать с приведенной выше. Так например, определение насыпной плотности продуктов молочных сухих по [22] устанавливает метод измерения насыпной плотности сухих молочных продуктов, основанный на вычислении насыпной плотности по результатам измерений объема сухого продукта непосредственно после помещения его в мерный цилиндр, и затем после уплотнения продукта установленным числом ударов дна мерного цилиндра о твердую поверхность. При этом применяются следующие терминологические определения: объемная насыпная плотность, г/см^3 – отношение массы продукта к его объему в мерном цилиндре без уплотнения продукта; рыхлая насыпная плотность, г/см^3 – отношение массы продукта к его объему в

мерном цилиндре после 100 ударов; насыпная плотность, г/см^3 – отношение массы продукта к его объему в мерном цилиндре после 625 ударов.

7.2 Источники погрешностей измерений насыпной плотности

Процедура определения насыпной плотности включает субъективную составляющую, которая может значимо сказываться на результатах измерений. Однако значимые погрешности могут возникать, помимо того, и как результат различной упаковки частиц слоя в разных опытах. Поэтому при надлежащем выполнении требований стандартных методик может быть обеспечена воспроизводимость и высокая точность определения насыпной плотности дисперсного материала из частиц одинакового размера и формы, а с ростом величины дисперсии σ результаты становятся все менее детерминированными.

Поэтому нормативные методики и процедуры определения насыпной плотности проработаны для измельченных материалов, состоящих из одинаковых элементов. Существующие ГОСТы, регламентирующие процедуру определения насыпной плотности измельченных материалов, представляющих собой сырье, полуфабрикат или товарный продукт, привязаны конкретно к той или иной продукции. Возможность их применения к другому измельченному материалу ограничивается, в основном, различием d_{50}, σ, и свойств, определяющих сыпучесть – угла естественного откоса, слипаемости, истинной плотности.

Промышленная пыль в общем случае представляет собой часть не вошедших в товарный продукт материалов, участвовавших в производственном процессе. Поэтому ее характеристики как измельченного материала существенно отличаются от характеристик исходных материалов. Одно из существенных отличий – в большом разбросе размеров частиц. В среднем величина σ пылей составляет около 2,5…3, что может приводить к спонтанной переупаковке частиц с уменьшением объема даже в свеженасыпанном слое. Другое отличие в том, что производственная пыль состоит, как правило, из частиц различных материалов, иногда сильно различающихся по морфологии и истинной плотности. К определению плотностных характеристик таких систем пока нет и теоретических подходов. Кроме того, пришлось бы создавать стандарты надлежащей процедуры анализа практически для каждого из сотен видов пыли. Пока таковых нет.

7.3 Основные принципы действующих стандартных методик определения насыпной плотности сырья и продукции, гармонизированных с евростандартами

В Приложении Ж приведены, с соответствующими ссылками на электронные ресурсы, гармонизированные с аналогичными евростандартами

действующие стандартные методики по определению насыпной плотности измельченных материалов. Методики используются для материалов, которые представляют собой сырье или продукцию. Содержащиеся в них требования, призванные обеспечить надлежащее определение насыпной плотности измельченных материалов, позволяют выделить следующие общие принципы подобного исполнения процедуры анализа.

В основе стандартных методов анализа, включая арбитражные методы, принимаемые во внимание всеми инстанциями ЕС, лежит гравитационный принцип определения насыпной плотности. Анализ выполняется при помощи гравиметра, конструктивные размеры и устройство которого должны обеспечить максимальную воспроизводимость результатов опытного исследования конкретного материала. Это возможно при создании стабильных условий загрузки материала в мерную емкость, что обеспечит повторяемость его укладки и степени уплотнения. Во всех стандартах регламентируются конструктивные размеры гравиметров, обеспечивающие стабильность высоты загрузки, интенсивности и размеров потока конкретного сыпучего материала, с учетом угла естественного откоса, слипаемости и среднего размера его частиц. К таким конструктивным размерам относятся: положение (высота закрепления и соосность, иногда – угол наклона) загрузочного устройства относительно мерной емкости; при наличии воронки – угол раскрытия ее конуса и диаметр выходного отверстия. Объем мерной емкости для материала с характерным размером частиц порядка 1 мм и менее принимается 50 или 100 см^3.

7.4 Методика анализа насыпной плотности производственных пылей.

7.4.1 Основные принципы

Процедура анализа, принятая в данной работе, придерживается принципов, использованных в трех стандартных методиках определения насыпной плотности измельченных систем, которые по таким характеристикам, как размеры и морфология, наиболее близки к типичным видам производственной пыли, и охватывают практически весь возможный диапазон значений ее истинной плотности. Это порошки металлические [23], продукты молочные сухие [22] и пропанты алюмосиликатные [24]. Еще принято во внимание, что цитируемые стандартные методики являются одними из наиболее полно разработанных. Это позволяет выполнять анализы насыпной плотности пылей максимально близко к надлежащей процедуре анализа. Вместе с тем необходимо иметь в виду, что из-за объективно присущих различным видам производственных пылей отличиям, упомянутым выше, результаты их анализов не всегда могут удовлетворять требованиям точности и воспроизводимости. Вследствие этого получаемые по данной методике результаты следует рассматривать как имеющие

оценочный характер, а требования воспроизводимости, обязательные для стандартных методик, здесь упоминаются как справочные для выявления грубых ошибок (промахов).

7.4.2 Процедура определения насыпной плотности с цилиндроконическим бункером (с бункером и воронкой)

7.4.2.1 Назначение и область применения

В настоящем разделе устанавливается процедура надлежащего определения насыпной плотности порошков и пылей с использованием стандартизированного цилиндроконического бункера (или цилиндрического бункера и воронки). Методика распространяется на пробы порошков и пылей, свободно высыпающихся из бункера или воронки через отверстие диаметром 2,5 мм, и может быть использована для порошков и пылей, которые плохо протекают через отверстие диаметром 2,5 мм, но свободно протекают через отверстие диаметром 5 мм. Процедура надлежащего определения насыпной плотности порошков и пылей, которые не протекают через отверстие диаметром 5 мм, установлена в разделе 7.4.3. Аналог – Часть 1 цитированного ранее стандарта [23] – пригоден для сертификации.

7.4.2.2 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении массы такого количества порошка или пыли, которое в свободно насыпанном состоянии полностью заполняет емкость (стакан) известного объема. Отношение измеренной массы к этому объему представляет собой насыпную плотность. Свободно насыпанное состояние получается при заполнении емкости через отверстие бункера или воронки, устанавливаемых на определенном расстоянии над ней.

7.4.2.3 Аппаратура

1. Цилиндроконическая емкость – бункер, с углом раскрытия конуса воронки 60° и диаметром выходного отверстия $5_0^{+0,2}$ мм со сменной вставкой $2,5_0^{+0,2}$ мм или сменные воронки, одна с отверстием диаметром $2,5_0^{+0,2}$ мм, другая – $5_0^{+0,2}$ мм;
2. Цилиндрическая емкость вместимостью (100 ± 0,2) см^3 и внутренним диаметром (30 ± 1) мм. Емкость и воронки должны быть изготовлены из устойчивого к коррозии металла (например, из стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632) со стенками достаточной толщины и твердости, чтобы противостоять деформации и чрезмерному износу. Внутренние поверхности емкости и воронок должны быть отшлифованы.
3. Весы лабораторные, позволяющие взвешивать контрольное количество порошка с погрешностью не более 0,05 г.

4. Горизонтальное виброустойчивое основание для крепления установленных соосно емкости и воронки, с фиксацией отверстия воронки на высоте 25 мм от верхнего края измерительной емкости.

Конструкция применяемого в настоящей работе гравиметра представлена на рис. 7.3. Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а по качеству – не ниже вышеуказанных.

7.4.2.4 Отбор проб

Проба каждого из трех испытуемых видов пыли или порошков должна быть объемом не менее 150 $см^3$ для обеспечения заполнения загрузочного бункера.

7.4.2.5 Порядок испытаний

1. Цилиндроконический бункер со сменной вставкой на выходе с отверстием диаметром 2,5 мм, или цилиндрический бункер со сменной воронкой с отверстием диаметром 2,5 мм, заполняют порошком при закрытой заслонке.
2. Открывают выходное отверстие воронки и пропускают порошок через отверстие до полного заполнения емкости и до начала пересыпания из нее порошка. Одноразовым движением с помощью линейки выравнивают в емкости поверхность порошка, не оказывая на него давления. Следят, чтобы не было встряхивания и вибрации емкости. Линейка при выравнивании поверхности порошка должна быть повернута ребром к верхнему торцу емкости.

Если порошок не вытекает из бункера в измерительную емкость, необходимо удалить сменную вставку на выходе цилиндроконического бункера, а при наличии цилиндрического бункера – поставить воронку с отверстием диаметром 5,0 мм.

Если порошок также не проходит и через отверстие 5,0 мм, допускается одноразовая попытка вызвать его течение, протолкнув один раз через воронку в направлении снизу вверх проволоку диаметром 1 мм на высоту не более 50-55 мм.

3. После выравнивания поверхности порошка необходимо удалить с наружной поверхности прилипшие частицы и слегка постучать по емкости, чтобы порошок осел и не высыпался при транспортировке на взвешивание.

Массу порошка определяют с точностью до 0,05 г. Определение выполняют на трех испытуемых порциях.

7.4.3 Процедура определения насыпной плотности с волюмометром Скотта

7.4.3.1 Назначение и область применения

В настоящем разделе устанавливается процедура надлежащего определения насыпной плотности порошков и пылей с использованием волюмометра Скотта. Метод распространяется на порошки и пыли, которые свободно не протекают через воронку с отверстием диаметром 5 мм. Аналог – Часть 2 цитированного ранее стандарта [23] – пригоден для сертификации. Процедура надлежащего определения насыпной плотности порошков, которые протекают через отверстие диаметром 5 мм, установлена в разделе 7.4.2.

7.4.3.2 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении массы такого количества пробы порошка или пыли, которое в свободно насыпанном состоянии полностью заполняет емкость (стакан) известного объема. Отношение измеренной массы к этому объему представляет собой насыпную плотность. Свободно насыпанное состояние получается при заполнении емкости путем последовательного прохождения порошка через систему наклонных пластин волюмометра Скотта (рис. 7.1, 7.2).

7.4.3.3 Аппаратура

1. Волюмометр Скотта, состоящий из трех узлов:

а) воронка с большим и малым конусами, разделенными цилиндрической частью, и имеющая латунное сито с отверстиями размером 1,18 мм. Допускается применение латунного сита с отверстиями размером 1,25 мм;

б) коробка квадратного сечения с четырьмя стеклянными наклонными пластинками, которые размещены и удерживаются с помощью пазов на противоположных (боковых) ее сторонах так, чтобы их можно было легко вынимать и чистить. Пластинки установлены таким образом, чтобы порошок последовательно падал на каждую из них, вследствие чего падение порошка прерывается, а скорость его потока уменьшается.

Стеклянные пластинки должны быть установлены так, чтобы порошок не просыпался между верхним краем стеклянных пластинок и сторонами коробки, а также чтобы нижние края стеклянных пластинок находились или на одной линии, или немного перекрывались в вертикальной плоскости. Типовая конструкция волюмометра Скотта приведена на рис. 7.1, 7.2. Указанные на них размеры с допусками являются обязательными. Другие размеры могут незначительно изменяться, но при условии, что будут соблюдены указанные ранее основные требования;

в) стойка и горизонтальное виброустойчивое основание, обеспечивающее крепление емкости, коробки и воронки на одной оси и на высотах (расстояниях), указанных на рисунках.

2. Цилиндрическая емкость вместимостью (25 ± 0,05) см^3 и внутренним диаметром (30 ± 1) мм. Емкость и воронки должны быть изготовлены из устойчивого против коррозии металла (например, из стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632) со стенками достаточной толщины и твердости, чтобы противостоять деформации и чрезмерному износу, внутренние поверхности емкости и воронок должны быть отшлифованы.

3. Весы лабораторные (ГОСТ 24104 или др.), обеспечивающие взвешивание с погрешностью не более 0,05 г.

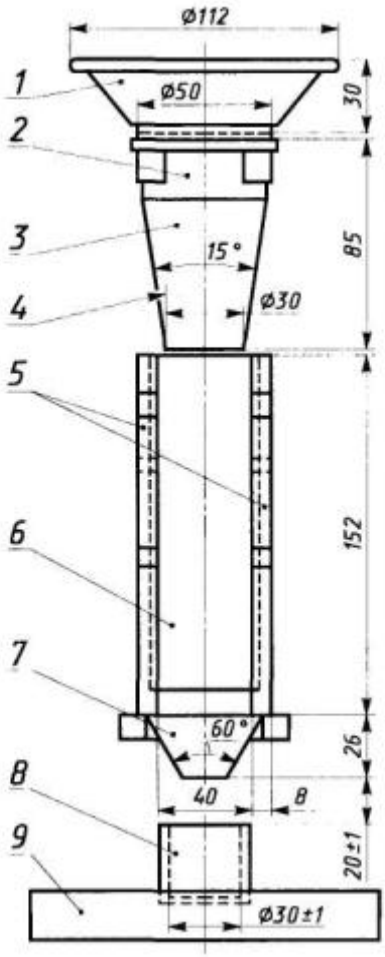


Рис. 7.1. Вид спереди прибора для испытания. 1 – большой конус воронки; 2 – цилиндрическая часть воронки; 3 – малый конус воронки; 4 – внутренний диаметр; 5 – боковые стороны коробки с размерами приблизительно 8×58×152 мм из дерева или другого материала; 6 – передняя и задняя стороны коробки с размерами приблизительно 2×44×142 мм из стекла; 7 – нижняя воронка квадратного сечения с размерами приблизительно от 45 до 12,5 мм; 8 – цилиндрическая емкость; 9 – основание прибора

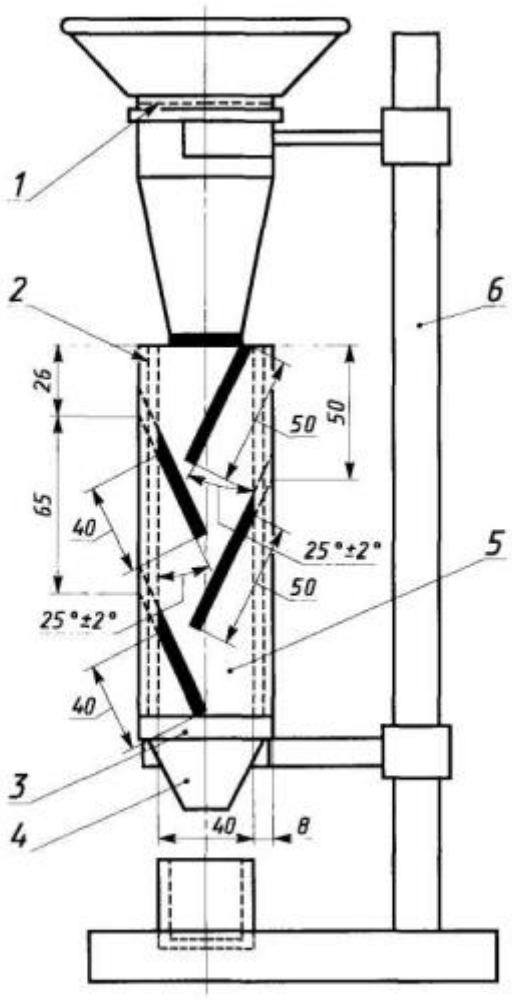


Рис. 7.2. Вид сбоку прибора для испытания. 1 – латунное сито; 2 – сторона коробки из стекла; 3 – деталь нижнего соединения; 4 – нижняя квадратная воронка; 5 – сторона коробки из дерева; 6 – стойка

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а по качеству – не ниже вышеуказанных.

7.4.3.4 Отбор проб

Проба каждого из трех испытуемых видов пыли или порошков должна быть объемом не менее 150 см^3 для обеспечения заполнения загрузочного бункера.

7.4.3.5 Порядок испытаний

1. С помощью шпателя пробу порошка или пыли осторожно насыпают или подают в воронку до полного заполнения ими емкости (стакана) и до начала высыпания из нее пробы.

2. Если проба порошка или пыли свободно не течет (через сито), их прохождение может быть облегчено легким протиранием мягкой щеточкой (кисточкой). Если легкого протирания недостаточно для прохождения пробы через сито, считают, что метод определения с помощью волюмометра Скотта неприменим к данному порошку или пыли.

3. Поверхность порошка выравнивают одноразовым движением с помощью линейки, повернутой ребром к верхнему торцу емкости. При этом следят, чтобы не было уплотнения или вычерпывания, а также толчков и вибрации емкости.

4. После выравнивания поверхности порошка необходимо удалить с наружной поверхности емкости прилипшие частицы и слегка постучать по емкости, чтобы порошок осел и не высыпался при транспортировке на взвешивание.

5. Массу порошка определяют с точностью до 0,05 г. Определение выполняют на трех испытуемых порциях.

7.5 Выполнение опытных замеров процедуры определения насыпной плотности

7.5.1 Используемые приборы, оборудование и материалы

В данной работе используется латунный гравиметр с цилиндроконическим бункером и/или волюмометр Скотта.

Используемый гравиметр показан на рис. 7.3. Его конструктивные размеры и исполнение удовлетворяют следующим требованиям. Гравиметр имеет цилиндр 1 с воронкой 2, угол раскрытия конуса которой составляет 60°. Диаметры выходного отверстия воронки и сменной вставки 5/2,5 мм. При заполнении цилиндроконического бункера выходное отверстие перекрывается секторным затвором 3 (шибером). Мерный цилиндр 4 ориентировочно имеет объем 100 см^3, который по завершении замеров необходимо уточнить по указанной ниже процедуре. Соосность деталей после сборки обеспечивается их надлежащим закреплением, предусмотренным конструкцией данного гравиметра.

Для выполнения работы также необходимы: весы лабораторные, позволяющие взвешивать контрольное количество порошка с погрешностью не более 0,05 г; мягкая проволока диаметром 1 мм и длиной порядка 100 мм; линейка; обезжиренная стеклянная пластинка шириной 35-40 мм; дистиллированная вода.

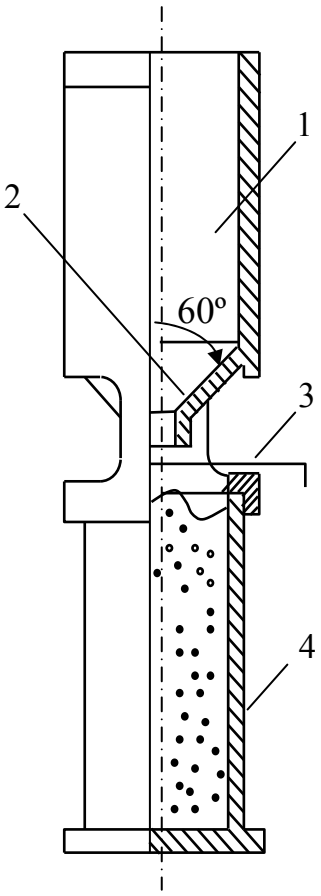


Рис. 7.3. Гравиметр с цилиндроконическим загрузочным бункером

7.5.2 Процедура заполнения мерного цилиндра

На аналитических весах определяют массу очищенного от загрязнений пустого мерного цилиндра m_1 с точностью до 0,05 г. Затем устанавливают в отверстие бункера сменную вставку, собирают и закрепляют соосно все детали гравиметра, закрывают секторный затвор. После этого засыпают в бункер 1 сухую пыль, открывают секторный затвор 3 и ждут наполнения[5] мерного цилиндра 4. Струя пыли из воронки 3 должна, равномерно загружаясь в цилиндр, несколько переполнить его. После этого закрывают секторный затвор и снимают бункер с воронкой. Затем одноразовым

[5] Пыль может не вытекать через отверстие 2,5 мм. Тогда следует удалить сменную насадку. В случаях, когда пыль не проходит через отверстие 5,0 мм, допускается ее одноразовое проталкивание проволокой диаметром 1 мм в соответствии с п. 7.3.5. Если и таким способом не удается добиться свободного прохода пыли, то делают вывод о невозможности применения к ней данной процедуры и необходимости использования волюмометра Скотта. Затем переходят к измерению насыпной плотности другого вида пыли.

движением с помощью линейки или другим твердым плоским предметом (но не стеклянной пластинкой!) срезают горку пыли с верха мерного цилиндра, не оказывая давления на пыль. При выравнивании поверхности засыпки линейка должна быть повернута ребром к верхнему торцу емкости.

Во время заполнения мерного цилиндра и срезания излишков пыли следят, чтобы не было его встряхивания и вибраций. В работе определяют насыпную плотность ρ_{fil} трех видов пыли, выполняя для каждого вида по 3…5 замеров.

7.5.3 Процедура взвешивания

После выравнивания поверхности засыпки необходимо слегка постучать по дну мерного цилиндра, чтобы порошок немного осел и не высыпался при транспортировке к месту взвешивания. Удалив до взвешивания прилипшие к наружной поверхности частицы и другие загрязнения, определяют на аналитических весах массу цилиндра с пылью *i*-го замера m_{2i}. Взвешивания выполняют с точностью до 0,05 г для трех испытуемых видов пыли. Полученные данные заносят в таблицу 7.1.

Таблица 7.1

Результаты замеров гравиметрического определения насыпной плотности пыли

Вид пыли	N опыта	Масса мерного цилиндра, кг		Масса пыли, кг		Насыпная плотность ρ_{fil}, кг/м^3
		пустого m_1	с пылью m_{2i}	измеренная m_i	средняя m	
1	1					
	2					
	3					
2	1					
	2					
	3					
3	1					
	2					
	3					

7.5.4 Процедура замеров при определении емкости мерного цилиндра

Процедуру выполняют при температуре 20 ± 5 °С. После определения массы всех испытуемых проб пыли удаляют их видимые остатки из мерного цилиндра и промывают его. Затем вытирают цилиндр насухо и взвешивают вместе с обезжиренной стеклянной пластиной, определяя общую массу сухого цилиндра и пластины m_d с точностью до 50 мг. Наполняют цилиндр

дистиллированной водой и проводят стеклянной пластиной по верхнему краю цилиндра. Не снимая пластины, осторожно удаляют излишки воды с наружной поверхности цилиндра и пластины (с помощью салфеток, фильтровальной бумаги и т.п.) и с той же точностью определяют общую массу цилиндра с водой и пластиной m_{aq}.

7.6 Обработка опытных данных

7.6.1 Определение объема цилиндра

Объем цилиндра V, м^3, вычисляют по формуле:

$$V = (m_{aq} - m_d)/ \rho_{aq}, \qquad (7.1)$$

где m_{aq} – общая масса цилиндра с водой и пластиной, кг; m_d – общая масса сухого цилиндра и пластины, кг; ρ_{aq} – плотность воды при температуре испытания (997…999 кг/м^3).

Все вычисления проводят с точностью до третьей значащей цифры после запятой с последующим округлением результатов до двух значащих цифр.

7.6.2 Определение насыпной плотности пыли

Вычисляют измеренные значения массы данного вида пыли:

$$m_i = m_{2i} - m_1, \text{ кг}, \qquad (7.2)$$

и усредняют как среднее арифметическое из 3…5 измерений:

$$m = \Sigma m_i /(3\ldots5), \text{ кг}. \qquad (7.3)$$

Вычисления проводят с точностью до 50 мг, а среднее арифметическое округляют с точностью до 100 мг. Затем вычисляют насыпную плотность пыли ρ_{fil}:

$$\rho_{fil} = m/V, \text{ кг/м}^3, \qquad (7.4)$$

где V – объем мерного цилиндра, м^3.

Заносят в табл. 7.1 полученное значение ρ_{fil} пыли с точностью до 1 кг/м^3, а также наибольший и наименьший результаты, если расхождение между ними превышает 1 % среднего значения.

7.7 Тестирование метрологических характеристик

7.7.1 Общие положения

Данный раздел методики применяется при анализе сыпучих материалов с зерновым составом, близким к монодисперсному, при значении σ до 1,25. Для процедуры анализа производственной пыли и других полидисперсных материалов приводимые ниже сведения имеют справочный характер и используются для оценки достоверности получаемых результатов с позиции выявления и исключения грубых ошибок (промахов).

7.7.2 Поверка сходимости

Разность двух отдельных результатов определений, полученных при испытании одного и того же образца одной и той же группой испытателей на той же аппаратуре за короткий промежуток времени, не должна превышать 2,5% их среднего арифметического значения. Если разность превышает 2,5%, то определение повторяют.

7.7.3 Поверка воспроизводимости

Разность двух единичных и независимых результатов, полученных двумя группами испытателей, работающих в разных лабораториях с одним и тем же образцом, не должна превышать 4%. Если разность превышает 4%, то результаты измерений могут быть подвергнуты сомнению и признаны ненадежными.

При повторном невыполнении тестовых требований вследствие особенностей технологии, таких как нестационарности производственных процессов и т.п., условия несоответствия должны быть отражены в протоколе испытаний.

7.7.4 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

а) ссылку на настоящую методику анализа;

б) все детали, необходимые для идентификации исследуемой пробы;

в) порядок выполнения сушки, если порошок подвергался сушке;

г) номинальный диаметр отверстия цилиндроконического бункера и применение проволоки для обеспечения прохода материала, если это имело место;

д) полученный результат;

е) все операции, не оговоренные настоящей методикой, или операции, рассматриваемые как необязательные;

ж) детали любого явления, которое могло бы повлиять на результат.

Вопросы для самоконтроля

- Что называют истинной, кажущейся, объемной и насыпной плотностью?
- Основные причины, вызывающие погрешность определения насыпной плотность полидисперсного сыпучего материала.
- Расскажите об устройстве гравиметра с цилиндроконическим загрузочным бункером.
- Почему при сборке гравиметра важно соблюдать соосность деталей?
- Расскажите об устройстве волюмометра Скотта.

- Для каких сыпучих сред волюмометр Скотта неприменим?
- Как определяется объем мерного цилиндра?
- Для чего при проведении опытов замеряют массу пустого мерного цилиндра?

8 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8. ОТБОР И АНАЛИЗ ГАЗОВЫХ ПРОБ

8.1 Организационные основы надлежащей лабораторной практики при испытаниях в сфере экологической безопасности

Приобретение навыков испытаний с отбором и анализом проб химических веществ промышленного назначения необходимо для специалистов, осуществляющих пуско-наладку и технологический контроль различных производственных процессов, эксплуатацию и контроль газоочистных систем, надзор за состоянием воздушной среды.

8.1.1 Общие принципы надлежащей лабораторной практики

Согласно с гармонизированным по международным нормативам стандартом РФ [1], принципами надлежащей лабораторной практики охватываются любые неклинические испытания в области медицинской и экологической безопасности, с целью получения достоверной информации о безопасности испытуемых объектов для здоровья людей и/или окружающей среды. Аналогичный документ Организации экономического сотрудничества и развития (ОЭСР) «Принципы надлежащей лабораторной практики (GLP)» направлен на международную гармонизацию методов испытаний и надлежащей лабораторной практики путем обеспечения сопоставимости уровня качества данных, получаемых в результате испытаний в разных странах. Поэтому государствами–членами ОЭСР установлены критерии качества проведения неклинических исследований, на результатах которых основывается оценка уровня опасности испытуемых объектов в отношении здоровья человека и окружающей среды. При условии, что одни страны могут довериться данным испытаний, проведенных в других странах, можно избежать дублирования испытаний и создания технических барьеров при проведении торговой деятельности, одновременно способствуя защите здоровья человека и окружающей среды.

8.1.2 Назначение и область применения нормативов надлежащей практики

Принципами надлежащей лабораторной практики охватываются неклинические испытания в области медицинской и экологической безопасности, проводимые в лабораторных и полевых условиях. Принципы

надлежащей практики направлены также на обеспечение приемлемости результатов научных исследований на этапе экспериментального изучения новых объектов с позиций доказательности и надежности данных, соблюдения принципов гуманного обращения с животными.

Принципы представляют собой систему норм, правил и указаний, необходимых для обеспечения согласованности и достоверности результатов исследований. Это система обеспечения качества в сфере организации процесса испытаний. Она касается условий, в рамках которых должны быть спланированы, выполнены, проконтролированы и зарегистрированы неклинические исследования безопасности в области охраны здоровья и экологической безопасности.

8.1.3 Структура исследовательской группы

Принципы регламентируют функции и компетенции руководителя исследования (study director) как лица, несущего полную ответственность за проведение неклинического исследования, и персонала, выполняющего исследования. При разделении одного исследования от имени руководителя исследования в его отдельных эпизодах могут действовать ответственные исследователи (principal investigator) как лица, которые несут ответственность за переданные в его ведение фазы исследования. При этом ответственным исследователям не передается ответственность руководителя исследования по утверждению плана исследования с поправками, заключительного отчета и по гарантии соответствия всех исследований принципам надлежащей лабораторной практики.

Весь персонал, вовлеченный в проведение исследования, должен знать принципы надлежащей лабораторной практики в части, которая имеет отношение к выполняемому им исследованию. Персонал, выполняющий исследования, должен иметь доступ к плану исследования и соответствующим стандартным операционным процедурам. Обязанностью персонала является выполнение инструкций, содержащихся в этих документах. Любое отклонение от этих инструкций должно быть зарегистрировано; о таком отклонении должно быть сообщено непосредственно руководителю исследования и/или ответственному исследователю. Персонал, выполняющий исследования в соответствии с настоящими принципами надлежащей лабораторной практики, обязан своевременно и точно вести записи первичных данных и нести ответственность за достоверность представленной им информации. Персонал, выполняющий исследования, должен принимать меры предосторожности, чтобы снизить риск для собственного здоровья и обеспечить полноту проведения исследования. Обо всех случаях заболевания или недомогания следует незамедлительно сообщить руководству, чтобы отсутствие заболевшего не могло повлиять на проведение исследования.

8.1.4 Содержание плана исследования

Основные принципы организации надлежащей практики проведения исследований заключаются в соблюдении ряда процедур. До начала исследования должен быть разработан план исследований, который утверждается датированными подписями руководителя исследования и руководством испытательного центра. Поправки с датированной подписью руководителя исследования должны храниться вместе с планом исследования. Отклонения от плана исследования должны быть описаны, объяснены, признаны и своевременно подписаны руководителем исследования и/или ответственным исследователем с указанием даты. Отклонения от плана должны храниться вместе с первичными данными исследования. В плане исследования должны содержаться, как минимум, следующие сведения.

1. Информация об исследовании, испытуемом и стандартном объектах: полное наименование исследования; суть и цель исследования; описание испытуемого объекта с указанием кода или наименования вещества (по номенклатуре Международного союза теоретической и прикладной химии (IUPAC), и т.п.); используемый стандартный (контрольный) объект.

2. Информация о спонсоре и испытательном центре: информация о спонсоре с указанием адреса; наименования и адреса всех испытательных центров и испытательных площадок, где предусмотрено проведение исследования; фамилия, имя, отчество и адрес руководителя исследования; фамилия, имя, отчество и адрес ответственного исследователя и этапы исследования, переданные ему руководителем исследования для ответственного выполнения.

3. Даты утверждения плана исследования с подписями руководителя исследования, руководства испытательного центра и спонсора; предполагаемые даты начала и окончания эксперимента.

4. Методы испытаний: ссылки на соответствующие разделы методического руководства Организации экономического сотрудничества и развития (OECD), другие руководства и методики.

5. Другие проблемы, например, уровни доз и/или концентраций, частота и продолжительность введения; детальная информация о проекте эксперимента, включая описание процедур исследования в хронологическом порядке, все используемые методы, вещества и условия проведения исследования, виды и частоту анализов, измерений, наблюдений и проверок, статистические методы обработки данных.

8.1.5 Требования к организации исследований

Организация надлежащей практики проведения собственно исследований должна предусматривать выполнение следующих требований.

1. Каждому исследованию должен быть присвоен уникальный идентификационный номер (код). Всем объектам, имеющим отношение к данному исследованию, также должен быть присвоен идентификационный номер (код). Образцы, используемые в исследовании, должны быть идентифицированы для подтверждения их происхождения. Такая идентификация должна позволить осуществлять прослеживаемость соответствующего образца и исследования.

2. Исследование должно быть проведено в соответствии с планом исследования.

3. Все данные, полученные в ходе исследования, должны быть своевременно, быстро, точно и разборчиво записаны, а затем подписаны и датированы лицом, ведущим эти записи.

4. Любые изменения первичных данных должны быть проведены таким образом, чтобы не были потеряны предыдущие данные; должна быть указана причина внесения изменений. Запись об изменениях должна быть заверена датированной подписью внесшего их лица.

5. Данные, зарегистрированные путем прямого ввода в компьютер, должны быть идентифицированы во время их ввода ответственным за эту процедуру лицом. Устройство компьютеризированной системы должно обеспечивать сохранение всех аудиторских отчетов, чтобы показать все изменения, не скрывая первичных данных. Должна быть предусмотрена возможность проследить, кто именно внес эти изменения, с использованием, например, синхронизированных и датированных (электронных) подписей. Должны быть приведены причины внесения изменений.

8.1.6 Требования к надлежащему оформлению отчета о результатах исследований

По окончании каждого исследования должен быть подготовлен заключительный отчет. В случае краткосрочных исследований в стандартизованный заключительный отчет может быть включено соответствующее приложение. Ответственные исследователи, а также научные сотрудники, участвующие в исследовании, заверяют свои отчеты датированной подписью. Заключительный отчет должен быть подписан и датирован руководителем исследования, который принимает на себя ответственность за достоверность данных, приведенных в отчете. Должно быть также указано, соответствует ли отчет принципам надлежащей лабораторной практики. Исправления и дополнения к заключительному отчету должны быть представлены в форме поправок. Должны быть четко указаны причины внесения исправлений или дополнений. Каждая из поправок должна быть подписана и датирована руководителем исследования.

8.1.7 Содержание заключительного отчета группы

В заключительном отчете должна содержаться, как минимум, следующая информация.

1. Идентификационные данные относительно исследования, испытуемого и стандартного объектов: развернутое наименование; идентификационные данные относительно испытуемого объекта – код или наименование (по номенклатуре IUPAC и т.п.); наименование стандартного объекта; характеристики испытуемого объекта.

2. Информация по испытательному центру: наименования и адреса спонсора и испытательных центров и испытательных площадок, участвующих в исследовании; наименование и адрес; фамилия, имя, отчество и адрес руководителя исследований, ответственного исследователя и сотрудников, отчеты которых вошли в заключительный отчет; этапы исследования, переданные ответственному исследователю для выполнения.

3. Даты начала и окончания эксперимента.

4. Отчет по инспектированию обеспечения качества – сведения о типах и датах проведенных проверок, датированные результаты инспектирования и т.п., необходимые для подтверждения того, что в заключительном отчете достоверно отражены первичные данные.

5. Материалы и методы исследования: описание материалов и методов, используемых в исследованиях; справочная информация, полученная из методического руководства Организации экономического сотрудничества и развития (OECD) или иных официальных руководств и методик, которые были использованы в исследовании.

6. Результаты: краткая сводка полученных результатов; вся информация и данные, полученные при выполнении плана исследования; представление результатов, включая вычисления и статистическую обработку полученных данных; оценка и обсуждение результатов, выводы, заключения.

8.2 Методическое обеспечение контроля газового состава производственных выбросов

8.2.1 Основные цели и задачи анализа газового состава производственных выбросов

Измерения концентраций компонентов газовых выбросов могут проводиться соответствующими службами предприятий и инспектирующих организаций непрерывно (мониторинг), периодически в заранее определенные сроки или по мере производственной необходимости, а также внепланово и экстренно (экспресс-анализ) – при возникновении инцидентов,

аварийных или чрезвычайных ситуаций, при объявлении неблагоприятных метеорологических условий (НМУ) и др. [25].

Мониторинг состава газовых выбросов работниками служб предприятия предназначен для текущего контроля концентраций вредных веществ путем сравнения их с нормативами удельных выбросов (НУВ), определения массовых выбросов вредных веществ в атмосферу и расчета платы за них, а также для контроля с целью регулирования параметров и совершенствования основного технологического процесса и процессов, происходящих в газоочистных системах. Инспектирующими организациями может проводиться мониторинг воздуха санитарно-защитной зоны проблемных предприятий, а также атмосферного воздуха в определенных (как правило, наиболее загрязненных) точках населенных пунктов.

Периодические замеры концентраций компонентов газовых выбросов работниками служб предприятия производятся при плановом контроле технологического и газоочистного оборудования, КИП и А, при пусковой и технологической наладке в процессе приемки и сдачи в эксплуатацию законченных строительством, реконструированных и модернизированных промышленных и очистных устройств, составлении экологического паспорта предприятия, определении предельно допустимых и временно согласованных выбросов (ПДВ и ВСВ), внедрении воздухоохранных мероприятий, проведении научных исследований и т.п. Периодические замеры концентраций загрязнителей газовых выбросов на предприятиях могут выполняться службами инспектирующих организаций в порядке очередного регулярного и внеочередного контроля работы очистных сооружений, соблюдения ПДВ и ВСВ.

8.2.2 Подготовка к выполнению анализов газового состава производственных выбросов

8.2.2.1 Организация подготовки измерений при мониторинге газового состава производственных выбросов

До начала исследования должен быть составлен план исследований, согласно с которым разрабатывается техническое задание (ТЗ) на систему мониторинга состава газовых выбросов. Она должна быть смонтирована в соответствии с рабочим проектом, выполненным по ТЗ. После пуско-наладочных испытаний составляется регламент по эксплуатации и подписывается акт о приемке системы мониторинга, служащий основанием сертификации.

При необходимости вносятся поправки и отклонения от плана исследования, которые должны быть описаны, объяснены, и подписаны руководителем исследования и/или ответственным исследователем с

указанием даты. План исследования должен минимально содержать следующие сведения.

1. Полное наименование исследования; цель проведения мониторинга; описание испытуемого объекта – источника выброса, с указанием кода или наименования вредных веществ.

2. Наименования и адреса всех испытательных центров и площадок, где предусмотрено проведение мониторинга; фамилия, имя, отчество и адрес руководителя исследования и ответственного исследователя с этапами, переданными ему для ответственного выполнения.

3. Даты утверждения плана исследования; даты начала и окончания мониторинга.

4. Ссылки на соответствующие методические руководства по мониторингу.

5. Виды и частота анализов, измерений, статистические методы обработки данных.

8.2.2.2 Организация подготовки измерений при периодических плановых замерах газового состава производственных выбросов

До начала исследования должен быть разработан план исследований, который утверждается датированными подписями руководителя исследования и руководства испытательного центра. Поправки и отклонения от плана должны быть описаны, объяснены, признаны и своевременно подписаны руководителем исследования и/или ответственным исследователем с указанием даты. Поправки должны храниться вместе с планом исследования, отклонения – с первичными данными исследования. План должен минимально содержать следующие сведения: полное наименование исследования; цели и задачи испытаний; описание испытуемого объекта – источника выброса, с указанием кода или наименования вредных веществ; наименования и адреса всех испытательных центров и площадок, где предусмотрены замеры; сведения о руководителе исследования и ответственном исследователе; объем планируемых экспериментов; порядок, условия и сроки выполнения работ, схемы и методы отбора проб и анализа; ссылки на соответствующие методические руководства по проведению замеров и статистической обработке данных.

Предварительно производится полный осмотр испытательной площадки для оценки ее состояния, оснащенности средствами регулирования, КИПиА. В соответствии с задачами испытаний определяются сечения газового тракта для отбора проб отбросных газов на анализ или установки измерительных блоков. Определяется наиболее рациональное расположение газоанализаторов и других временных средств измерений с учетом удобства их обслуживания, защиты от внешних факторов и техники безопасности. В соответствии с планом исследований выполняется монтаж

пробоотборных линий и электрических кабелей, установка аппаратуры, средств измерений, пробоотборного и другого оборудования и проверка их на исправность. Пробоотборные линии испытываются на герметичность, силовые – проверяются на исправность изоляции и отсутствие разрыва цепей, корпуса электрооборудования – на надежность заземления.

Проверяются комплектация испытательной группы и компетентность ее членов по своим обязанностям и технике безопасности, проводится инструктаж по порядку ведения работ. Подготовка к испытаниям завершается пробным пуском с внесением необходимых корректировок.

8.2.2.3 Организация подготовки измерений при внеплановых замерах (экспресс-анализа) газового состава производственных выбросов

В соответствии с конкретной ситуацией по испытательным центрам (площадкам) определяются объекты проведения экспресс-анализа и круг решаемых для них задач. К выполнению экспресс-анализа отбирается персонал, имеющий соответствующую подготовку и лицензию, и производится его инструктаж по порядку проведения работ и технике безопасности. Для экспресс-анализа состава выбросов по газовым трактам технологических и/или газоочистных установок выбираются сечения со стационарными лючками и др. гарнитурой, позволяющей быстро и безопасно устанавливать и использовать устройства для отбора газовых проб.

8.2.3 Надлежащие средства и методы газового анализа

8.2.3.1 Общие требования к средствам и методам измерений газового состава выбросов

Для определения газового состава выбросов должны применяться газоанализаторы, включенные в Государственный реестр средств измерений РФ и допущенные к применению в текущем году. Перечень приборов обновляется ОАО “НИИ АТМОСФЕРА” и выкладывается на сайте новостей: http://www.nii-atmosphere.ru/files/news.htm.

До начала эксплуатации приборы должны пройти предварительную поверку в специальных лицензированных сервисных службах. Дальнейшее обслуживание газоанализаторов должно осуществляться в строгом соответствии с инструкцией по их эксплуатации. Для калибровки газоанализаторов используются аттестованные поверочные газовые смеси (ГС), имеющие действующие паспорта. Приготовление градуировочных ГС, в соответствии со стандартом РФ ГОСТ Р ИСО 6142-2008 [26], должно выполняться путем количественного переноса исходных газов (чистых газов, серийно производимых в баллонах, или смесей известного состава, приготовленных гравиметрическим методом) в баллон, в котором будет

находиться градуировочная газовая смесь. Количество введенного компонента определяют взвешиванием после каждого добавления.

У некоторых типов газоанализаторов для калибровки предусмотрено использование интерференционных светофильтров или других имитаторов.

Процедура анализа состава газовых выбросов должна проводиться по методике, включенной в действующий на период выполнения исследований Перечень методик выполнения измерений концентраций загрязняющих веществ в выбросах промышленных предприятий, например [27], периодически обновляемый ФГУП “НИИ АТМОСФЕРА”. Сведения о некоторых из методик цитируемого Перечня с указанием разработчиков приведены в Приложении З.1.

8.2.3.2 Надлежащие (официально допущенные к применению) методы измерения состава гомогенных выбросов

Для определения состава газовых выбросов разработано множество способов, основанных на различии физических и химических свойств токсичных и нейтральных компонентов анализируемых проб. К настоящему времени в распоряжении химиков-аналитиков имеются спектроскопические, хроматографические, хемолюминесцентные, фотометрические, оптико-акустические и другие методы газового анализа. При выполнении исследовательских и наладочных работ, контрольных замеров состав промышленных газовых выбросов определяют строго по методикам, внесенным в действующий на настоящее время Перечень, аналогичный цитированному выше [27]. В него включаются методики, обеспечивающие нормативы точности, воспроизводимости, неопределенности результатов замеров, соответствующие международным стандартам. Для измерения количества загрязнителей в гомогенных выбросах с соблюдением указанных требований наиболее применимы газохроматографические, фотометрические (фотоколориметрические, турбидиметрические), спектральные и потенциометрические методы анализа, что нашло отражение и в цитируемом Перечне.

Газо-твердофазная хроматография с наиболее распространенными детекторами – пламенно-ионизационным и детектором по теплопроводности (катарометром) используется для определения летучих органических соединений, сокращенно ЛОС (VOC, volatile organic compounds) – углеводородов, альдегидов, спиртов, кетонов и др., хлорорганических веществ, компонентов продуктов сгорания топлива. По цитированному в предыдущем разделе Перечню это №№ 73 «Методика выполнения измерений оксида углерода в промышленных выбросах методом газовой хроматографии с катарометром или термохимическим детектором», 153 «Методика газохроматографического выполнения измерений массовой концентрации хлорорганических соединений в промышленных выбросах (МВИ-03-2002)»,

154 «Методика газохроматографического выполнения измерений массовой концентрации акролеина в промышленных выбросах (МВИ-01-2002)» и множество других методик.

Среди них в Перечне содержится также ряд методов измерений массовой концентрации 3,4-бензпирена газо-твердофазной хроматографией с другими детекторами, напр., №84 «Методика выполнения в выбросах промышленных предприятий методом газовой хроматографии с масс-селективным детектором (хромато-масс-спектрометрии)». Вместе с тем для 3,4-бензпирена используются и нехроматографические методы, например, спектрально-флуоресцентный, по №141«Методика выполнения измерений массовой концентрации бенз[а]пирена в промышленных выбросах (спектрально-флуоресцентный метод)».

Неоднократно используется метод высокоэффективной газо-жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), напр., в № 69 «Методика выполнения измерения массовой концентрации полиароматических углеводородов в воздухе рабочей зоны и промышленных выбросов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии».

Весьма широко представлены в Перечне фотометрические и турбидиметрические методы. В свое время они были приведены в соответствие с требованиями [8], напр., №№ 44 «Методика выполнения измерений массовой концентрации фенола в промышленных выбросах в атмосферу фотоколориметрическим методом», 46 «Методика выполнения измерений массовой концентрации гидроцианида в промышленных выбросах в атмосферу фотоколориметрическим методом (М-17)», 55 «Методика выполнения измерений массовых концентраций сероводорода в источниках загрязнения атмосферы фотоколориметрическим методом с отбором проб в поглотители Рыхтера М-1» в 2007 г. Близкие к фотометрии турбидиметрические методы, используются, напр., в №№ 48 «Методика выполнения измерений концентрации хлористого водорода в промышленных выбросах в атмосферу турбидиметрическим методом», 179 «Методика выполнения измерений массовой концентрации серной кислоты, паров и аэрозолей триоксида серы (в пересчете на серную кислоту) в пробах промышленных выбросов турбидиметрическим методом».

Заметное место в Перечне занимает потенциометрия и потенциометрическое титрование, напр., №№ 1 «Методика выполнения измерений массовой концентрации фтористого водорода в промышленных выбросах (потенциометрический метод)», 175 «Методика выполнения измерений массовых концентраций сероводорода и метилмеркаптана в парогазовых выбросах предприятий методом потенциометрического аргентометрического титрования». Используется и корректированный в соответствии с требованиями [22] титрометрический метод, напр., № 8 «Методика выполнения измерений массовой концентрации диоксида серы в

отходящих газах от котельных, ТЭЦ, ГРЭС и других топливосжигающих агрегатов».

Единично представлены в Перечне некоторые другие методы анализа. Среди них можно отметить атомно-абсорбционный – № 68 «Методика выполнения измерений массовой концентрации паров ртути в промышленных выбросах атомно-абсорбционным методом» и экспресс-метод с индикаторными трубками №148 «Методика выполнения измерений содержания оксидов азота, оксида углерода и кислорода с использованием комплекта индикаторных трубок в организованных выбросах котельных, ТЭЦ и ГРЭС, работающих на природном газе».

В Перечень также вошли методики, которые могут задействоваться для тестовых экспресс-анализов продуктов горения, в т.ч. в экстренных ситуациях – это №№207 «Методика выполнения измерений и определения массового выброса загрязняющих веществ в отходящих газах топливосжигающих установок с применением газоанализаторов «ДАГ-16», «ДАГ-500», «ДАГ-510»» и 208 «Методика измерений массовой концентрации и определения массового выброса загрязняющих веществ в отходящих газах топливосжигающих установок с применением газоанализаторов «АГМ-505»». Характеристики последних приведены в Приложении З.2.

8.2.4 Физико-химические принципы официально допущенных к использованию методов измерения состава выбросов

8.2.4.1 Газохроматографические методы

Газохроматографические методы основаны на разделении компонентов пробы вследствие различия анализируемых газов по адсорбируемости или растворимости и их дальнейшей идентификации путем определения специфичных физических характеристик. В зависимости от способа разделения различают газо-твердофазную и газо-жидкостную хроматографию. В первом случае неподвижной фазой является твердый сорбент, во втором – твердая поверхность служит только носителем жидкой фазы, в которой абсорбируются компоненты анализируемой пробы.

В хроматографическом газо-твердофазном методе (рис. 8.1) компоненты газовых смесей разделяются по времени прохождения через хроматографические колонки 4, заполненные твердым сорбентом. В качестве сорбирующих материалов используют активированный уголь, силикагель, оксид алюминия, хроматон, молекулярные сита типа *CaX,* и др.

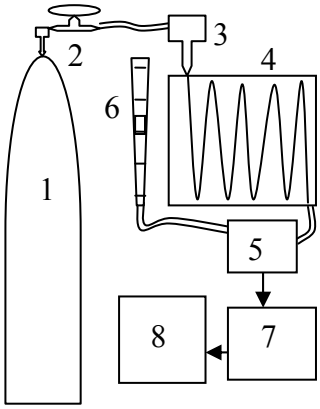


Рис. 8.1. Схема газового хроматографа
1 – баллон с газом-носителем, 2 – регулятор расхода газа-носителя,
3 – устройство ввода пробы, 4 – хроматографическая колонка с термостатом,
5 – детектор, 6 – расходомер, 7 – электронный усилитель,
8 – регистрирующий прибор (самописец, компьютер)

Колонки выполняются U-образной или спиральной формы. Они могут иметь диаметр до 10…15 мм и длину до нескольких десятков метров. Колонки могут быть изготовлены из нержавеющей стали, меди, фторопласта, кварца. Так как скорость адсорбции, и с ней – время задержки компонентов, зависят от температуры, применяется термостатирование колонок.

Продвижение исследуемой пробы через хроматографические колонки осуществляется за счет энергии газа-носителя. Обычно он содержится в баллонах 1 под давлением до 15 МПа. Расход газа-носителя регулируется редуктором 2 и контролируется расходомером 6. В качестве газа-носителя могут использоваться гелий, азот, аргон, водород, другие газы. Цветовая маркировка баллонов, содержащих различные газы, приведена в Приложении З.3.

На выходе из колонки компоненты газовых смесей попадают в детектор 5, где их идентифицируют по тем или иным параметрам. Принцип действия детектора основан на измерении такого свойства анализируемого компонента, которым не обладают газ-носитель и неанализируемые компоненты пробы. В газовой хроматографии обычно используют детекторы: пламенно-ионизационный, по теплопроводности (катарометр), электронного захвата, пламенно-фотометрический, термоионный, фотоионизационный, масс-спектрометрический, ИК-Фурье спектрометр

Данные по замерам свойств анализируемых компонентов выводятся из детектора 5 в виде электрического сигнала через усилитель 7 на компьютер или самопишущие приборы 8; можно также использовать любые потенциометры со шкалой, отградуированной в милливольтах. Для определения полученных величин в объемных процентах или других единицах концентрации, предварительно выполняют калибровку

хроматографа с использованием градуировочных газовых смесей и строят калибровочный график.

8.2.4.2 Фотометрические методы

Не все газовые смеси можно разделять на хроматографических колонках, не превысив допустимую неопределенность результатов анализа. В ряде случаев более надежны фотометрические методы анализа. Фотометрия основана на зависимости, известной под названием закона Бугера-Ламберта-Бера, между количеством поглощенной энергии излучения и концентрацией анализируемого компонента смеси в жидкой или газовой фазе. Для фотометрии могут использоваться электромагнитные излучения как видимой, так и ультрафиолетовой и инфракрасной областей спектра. Если используется излучение видимой части спектра, то метод анализа называется колориметрией. Суть его в следующем.

Анализируемое вещество при помощи соответствующих реакций переводят в окрашенное соединение и измеряют его оптические характеристики. Так как светопоглощение зависит от числа поглощающих частиц (ионов, молекул, комплексов и т.д.), встречающихся на пути светового потока в окрашенном растворе, то его оптическая плотность объективно пропорциональна концентрации определяемого вещества. В определенных диапазонах концентрации зависимость может быть линейной.

Чувствительность анализа в растворах, подчиняющихся линейному закону, оценивается порядка $10^{-3}...10^{-4}$ моль/л, а относительная погрешность в зависимости от устойчивости окрашенных комплексов и других факторов находится в пределах 0,5...10%. Обычно измерение концентрации анализируемого вещества проводят путем сравнения интенсивности окраски анализируемого и эталонного раствора, или реже, при известной исходной концентрации, начальную и последующую интенсивность окраски пробы.

В принципе, колориметрирование может проводиться как визуально, так и с помощью фотоэлектрических фотометров. Визуальное колориметрирование незаменимо, если растворы различной концентрации различаются не интенсивностью окраски, а оттенками цветов. Так, при определении альдегидов с фуксинсернистым реактивом окраска конечного продукта в зависимости от концентрации определяемого вещества изменяется от фиолетового до розового. Однако способ имеет худшие показатели по воспроизводимости и неопределенности результата, ввиду чего в официально используемых методиках не применяется.

В фотоэлектрических фотометрах измеряют интенсивность светового потока, проходящего через анализируемый н стандартный растворы, помещенные в прозрачные кюветы, имеющие одинаковые размеры и оптические свойства. Проходящие потоки попадают на фотоэлементы, электрические сигналы которых измеряются гальванометрами. Для расчета

концентрации анализируемого вещества заранее строят калибровочную кривую, которая представляет собой зависимость оптической плотности раствора от концентрации растворенного вещества. Калибровочный график периодически проверяют на свежеприготовленных растворах. Способ определения концентрации по калибровочному графику необходим также при нефелометрических и турбидиметрических анализах (измерение интенсивности светового потока, падающего на суспензию, или прошедшего через слой суспензии). Пример градуировочной кривой для нефелометрического определения азотсодержащих ионов реактивом Несслера приведен на рис. 8.2.

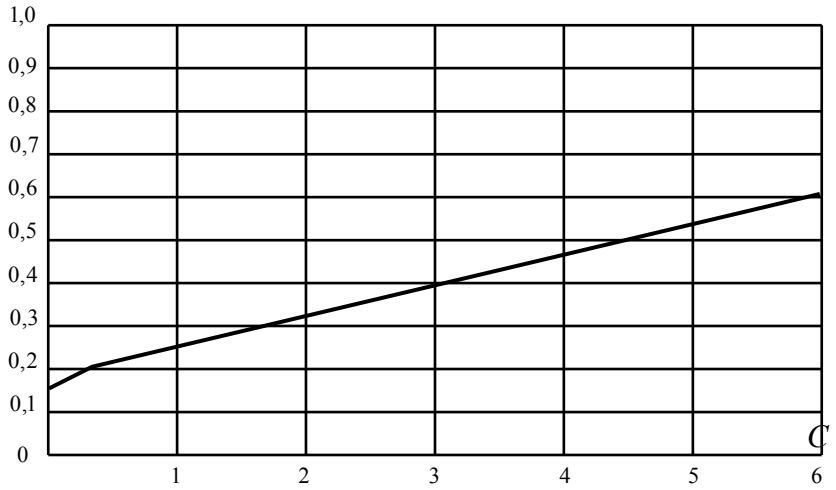


Рис. 8.2. Градуировочная кривая для нефелометрического определения азотсодержащих ионов в растворе с реактивом Несслера

Аналогично выполняются турбидиметрические измерения в случаях, когда харатеристические реакции дают не оптически прозрачные растворы, а коллоидные системы. Одной из разновидностей турбидиметрии является турбидиметрическое титрование по максимуму помутнения с помощью фотоэлектрических колориметров.

Следует иметь в виду, что процедуру непосредственного измерения концентрации веществ любыми видами химического анализа должны выполнять специалисты, имеющие специальную профессиональную подготовку. В Приложении З.4 в качестве справочного материала к выполнению данной лабораторной работы приведен для самостоятельного ознакомления пример подготовки лаборанта к выполнению фотометрических анализов по методической разработке [28].

8.2.4.3 Некоторые другие методы анализа, представленные в официальном Перечне

Принципы спектрально-флуоресцентного метода и потенциометрии кратко рассмотрены в Приложении З.6, З.7. Хотя эти методы используются

менее широко, чем хроматография и фотометрия, они представлены в Перечне [27] целым рядом методик. Атомно-абсорбционный, экспресс-метод с индикаторными трубками и другие методы, представленные в перечне единичными методиками, в данной работе не приводятся. Информация по ним широко распространена и доступна на любых ресурсах, в т.ч. электронных.

8.3 Отборы проб воздуха и газовых выбросов

8.3.1 Схемы отбора проб

Отбор проб воздуха и газовых выбросов, загрязненных влажным паром и возгонами жидких и твердых веществ, производят на фильтры аналогично отбору проб запыленного воздуха, часто по схеме с подогревом пробоотборников. При этом процедура отбора проб упрощается: как правило, необходимость соблюдения принципа изокинетичности (см. лаб. работу 1) отсутствует.

Некоторые средства анализа гомогенных газовых выбросов (например, АГМ-505) имеют собственные системы отбора и подготовки проб со встроенными побудителями расхода. В таких случаях отбор проб осуществляется в строгом соответствии с инструкцией к прибору. Если используемое средство измерения не имеет собственной системы отбора, то необходимо предусмотреть схему, обеспечивающую в данных условиях достоверность результатов анализа. Тогда в план исследований включают монтаж пробоотборных линий и электрических кабелей с установкой оборудования и проверкой их на исправность. Характеристики пробоотборных линий не должны противоречить нормативным требованиям по отбору проб, если таковые имеются, например, таким как [29]. Смонтированные пробоотборные линии испытываются на герметичность, силовые проверяются на исправность изоляции и отсутствие разрыва цепей, корпуса электрооборудования – на надежность заземления.

Схема отбора проб гомогенных газовых выбросов с температурой до 300 °С из газохода, работающего под небольшим разрежением, представлена на рис. 8.3.

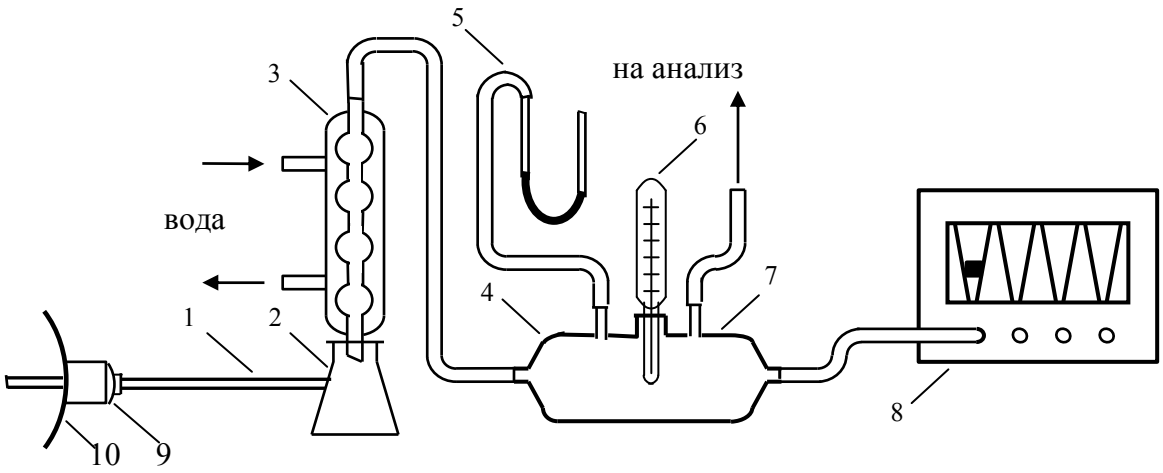


Рис. 8.3. Отбор газовых проб с температурой до 300 °С

Поток исследуемых газовых выбросов по неохлаждаемой газозаборной трубке 1 попадает в колбу со шлифом 2. Шариковый холодильник 3, герметично соединенный с колбой, охлаждает проходящие газы проточной водой до температуры окружающей среды. Давление и температура газов фиксируются в контрольном сосуде 4 U- образным манометром 5 и ртутным термометром 6. Штуцер 7 служит для отбора пробы на анализ. Газы протягиваются через систему электроаспиратором 8. Для надлежащей установки газозаборной трубки 1 служит порт 9, устраиваемый на стенке газохода 10 в соответствии со справочным приложением F [5]. Колба со шлифом 2 должна быть из термостойкого стекла. Газозаборная трубка 1 может быть изготовлена из термостойкого стекла или кварца, используются также трубки из латуни, нержавеющих сталей, реже – из фарфора.

При отборе проб воздуха, загрязненного токсичными газообразными веществами из атмосферы или производственного помещения, применяется упрощенная схема без холодильника.

При температурном режиме свыше 300 °С как правило применяют газозаборные трубки из нержавеющих сталей; колба со шлифом, шариковый холодильник 3 и контрольный сосуд 4 должны быть из пирексового или кварцевого стекла, а для контроля температуры лучше использовать термопару с потенциометром. Хотя контрольный сосуд находится после холодильника, в производственных условиях нельзя исключать возможность незапланированного повышения температурного режима в газоходе.

Для отбора проб гомогенных газовых выбросов из газохода с температурой выше 400...500 °С приходится использовать водоохлаждение пробоотборных трубок, иначе их материал начинает оказывать каталитическое действие на реакции между компонентами пробы в зоне отбора. Однако, водоохлаждаемые пробоотборники довольно велики – их наружный диаметр превышает 40 мм, поэтому они охлаждают окружающий объем, ингибируя происходящие там реакции. Искажения, вносимые

водоохлаждаемыми пробоотборниками, при температуре выше 800...900 °С дают уже заметную неопределенность по составу отбираемой пробы в виде виртуального смещения точки отбора вверх или вниз по потоку при преобладании эффекта, соответственно ингибирования или катализа.

Оптимальный вариант конструкции пробоотборника для таких условий представлен на рис. 8.4.

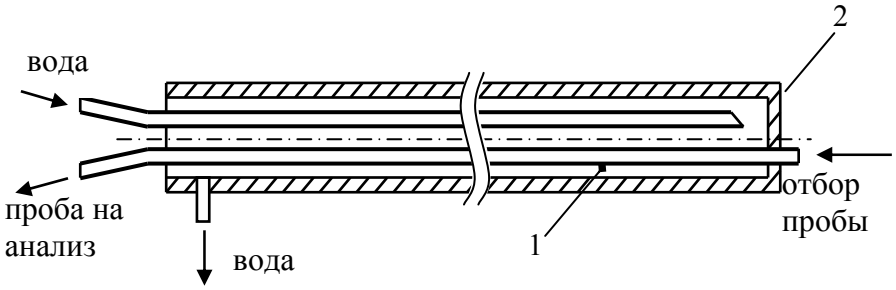


Рис. 8.4. Конструкция водоохлаждаемого пробоотборника

Газозаборная трубка 1 этого устройства имеет диаметр не более 10 мм. В зоне отбора она выступает (не далее, чем на 5...8 мм) за торец 2 корпуса пробоотборника, что значительно уменьшает его охлаждающее воздействие на отбираемую пробу. В то же время несущественно и каталитическое действие материала трубки, т.к. ее температура незначительно отличается от температуры охлаждающей воды.

При отборе проб газов из промышленных установок все элементы схемы отбора должны подбираться с учетом всей специфики исследуемого источника загрязнения. Вместе с температурой среды, конструкция и материал пробоотборника должны соответствовать и коррозионным свойствам. При температуре менее 300...400 °С и низкой коррозионной активности среды могут применяться трубки из латуни, нержавеющей стали, стекла, а при высоком содержании хлорида водорода HCl, оксида серы SO_2, оксидов азота NO_x и других агрессивных газов – из нержавеющей стали или стекла. При высокой коррозионной агрессивности среды и высокой температуре используют кварцевые или керамические (фарфор) трубки. При наличии в отбираемых газах соединений фтора стеклянное и кварцевое оборудование не используется.

8.3.2 Подготовка проб до анализа

Для ряда методов анализа, используемых во включенных в Перечень [27] методиках, требуется подготовка газовой пробы после ее отбора из газохода или окружающего воздуха. Для выполнения фотометрических, турбидиметрических, потенциометрических, ВЭЖХ-анализов необходимо представление пробы в жидкой фазе. Поэтому газовая проба должна быть растворена (абсорбирована) в соответствующем жидком растворителе. Часто процедуру растворения совмещают с отбором пробы, барботируя ее через слой соответствующего растворителя. Для создания максимального контакта

газ пропускают через стеклянный прибор специальной конструкции – поглотитель, наполненный определенным количеством растворителя.

При отборе проб воздуха из атмосферы или производственного помещения дополнительно решается и задача концентрирования. Обычное содержание загрязнителей в воздухе соизмеримо с ПДК и недостаточно для их количественной идентификации. Поэтому одной из основных задач отбора проб из окружающего воздуха является концентрирование вредных компонентов до степени, достаточной для чувствительности используемого газоанализатора.

Эффективность поглощения газообразных компонентов в поглотителях различных конструкций (рис. 8.5) неодинакова. Максимально возможный контакт отбираемой пробы с поглотительным раствором создают U-образные поглотители с пористыми стеклянными пластинками (а), однако они часто ломаются при транспортировке, зарядке, опорожнении и т.д.

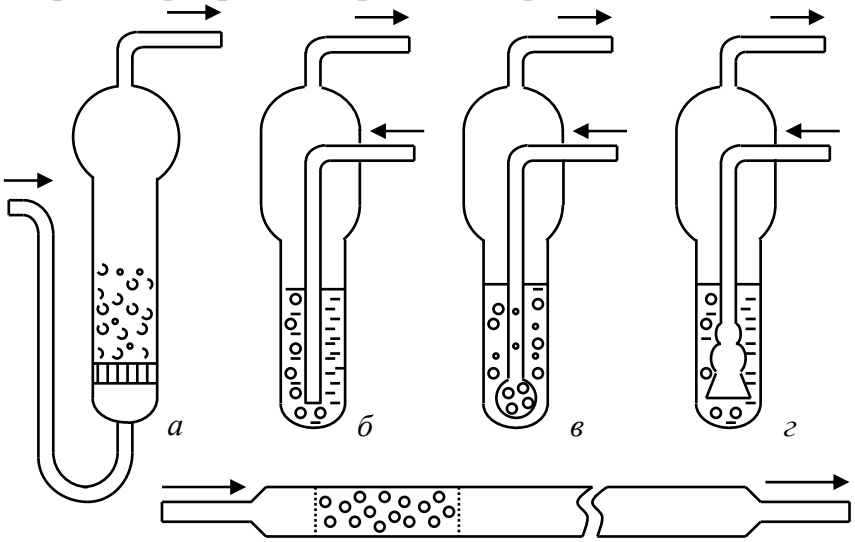


Рис. 8.5. Конструкции поглотителей для газообразных компонентов выбросов

Поглотители Полежаева и близкие к ним по конструкции поглотители Зайцева (б), Петри (в), Рыхтера (г) обеспечивают меньшую поверхность соприкосновения пробы с поглотительной средой, но надежнее в работе. В связи с этим они часто используются в официальных методиках анализа. Так например, во включенной в Перечень 2012 г. [27] методике № 55 выполнения измерений концентраций сероводорода в источниках загрязнения атмосферы фотоколориметрическим методом предусмотрен как надлежащий отбор проб в поглотители Рыхтера.

Весьма удачны в качестве поглотительных устройств сорбционные стеклянные трубки (д). Они изготавливаются длиной 170 мм и диаметром 8...10 мм. В один из концов трубки впаяны перфорированные стеклянные пластины-перегородки. Пространство между ними заполнено стеклянными гранулами, покрытыми невысыхающим сорбентом. Такие поглотители

позволяют использовать высокие скорости отбора (до 20 л/мин); сорбирующий раствор не замерзает при отрицательной температуре и длительное время сохраняет работоспособность. При отборе проб на хроматографический анализ ЛОС (летучих органических соединений) надлежит использовать, в соответствии с [29], сорбционные стеклянные трубки с запаянными концами длиной 70 мм, внешним диаметром 6 мм и внутренним диаметром 4 мм, имеющие две секции с сорбентом. При использовании древесного угля основная секция с сорбентом содержит 100 мг активированного угля, а контрольная – 50 мг. Секции отделены друг от друга, а их содержимое удерживается с помощью инертного материала, например пробок из стекловолокна (предпочтительно – спланированных).

8.3.3 Учет объемов отбираемых проб

Точность определения концентраций загрязнителей в выбросах существенно зависит от точности на анализ газов. В качестве измерителей расхода при отборе проб используются реометры, ротаметры и газовые счетчики. Принцип действия реометров основан на измерении разности давлений при прохождении газа через калиброванное отверстие (диафрагму) и сравнении ее с градуировочными данными. Принцип действия ротаметра основан на восприятии поплавком динамического напора потока газа, проходящего снизу вверх по конусной трубке. Показания ротаметра, соответствующие высоте подъема поплавка, переносят на его градуировочную характеристику и определяют по ней расход газа. Чаще всего при испытаниях используются ротаметры типа РМ и РС-7. Барабанные счетчики газа типа ГСБ-400 позволяют измерять расходы воздуха от 0,02 до 0,6 $м^3$/ч. Погрешность измерения ± 1 %. Ротационные счетчики газа РГ-40 применяют для замеров расходов газа от 4 до 40 $м^3$/ч. Погрешность измерения ± 3%. Объем прошедшего газа выводится на счетные механизмы этих приборов, а для определения расходов газа требуется засечь время между двумя отсчетами.

В качестве побудителей расхода можно использовать бытовые пылесосы, микрокомпрессоры, эжекторы и т.д. Наиболее широкое применение в измерительной технике нашли электроаспираторы различных конструкций, основными элементами которых являются ротаметры и побудители расхода – пластинчатые вакуум-насосы, вихревые вентиляторы или другие конструкции.

8.4 Выполнение процедуры газохроматографического и фотоколориметрического анализа состава воздуха производственного помещения

Работа выполняется в формате ознакомления с процедурами анализа проб воздуха, содержащих продукты сгорания, посредством газовой хроматографии и содержащих аммиак – посредством фотоколориметрии.

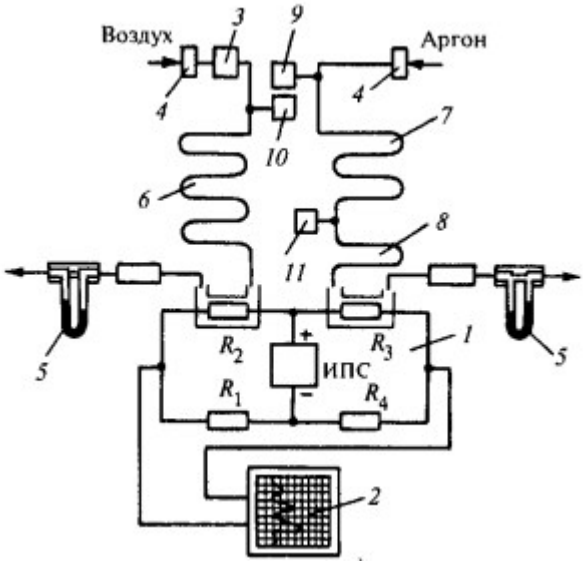
8.4.1 Газохроматографический анализ состава воздуха

Определение состава газовых смесей выполняется на переносном хроматографе «Газохром 3101» (рис. 8.6,)

8.4.1.1 Устройство и действие хроматографа «Газохром 3101»

Хроматограф «Газохром 3101» предназначен для экспрессного определения концентрации O_2, CO, N_2, H_2, CO_2, CH_4 и углеводородов, до C_4 включительно, в продуктах сгорания топлива. Относительная погрешность измерения составляет ±5% об. Принципиальная схема хроматографа «Газохром 3101» представлена на рис. 8.6, б.

а



б

Рис. 8.6. Внешний вид (а) и принципиальная схема (б) хроматографа Газохром 3101
1 – детектор, 2 – потенциометр, 3 – микрокомпрессор, 4 – фильтр-осушитель, 5 – реометр, 6, 7, 8 – разделительные колонки, 9 – точки ввода проб дозатором

Продвижение исследуемой пробы через хроматографические колонки осуществляется за счет энергии газа-носителя, в качестве которого в хроматографе "Газохром 3101" используют аргон и воздух. Хроматограф имеет комбинированный детектор 1 по теплопроводности и теплоте сгорания. Плечом R_2 моста служит термохимический элемент, реагирующий

на выделение теплоты при реакции каталитического окисления горючих компонентов. Плечо R_3 реагирует на изменения теплопроводности газа. Плечи R_1, R_4 представляют собой постоянные манганиновые сопротивления. Сигнал небаланса детектора, питаемого от источника стабилизированного питания (ИПС), подается на потенциометр 2, имеющий диапазон измерения 0...1 мВ.

Воздух в хроматограф подается микрокомпрессором 3, вмонтированным в прибор, аргон подается из баллона через стандартный регулятор давления. Газы-носители проходят через фильтры-осушители 4. Расход газа-носителя в обоих каналах контролируется реометрами 5. Разделение анализируемой смеси производится при комнатной температуре. Хроматограф имеет четыре фторопластовые разделительные колонки с внутренним диаметром 3 мм и длиной 0,5...3 м. В качестве адсорбента используются в колонках 6, 8 активированный уголь, в колонке 7 – молекулярные сита. Колонка, не показанная на рисунке, заполнена силикагелем. Ввод пробы дозатором осуществляется в точках 9 – 11.

Указанная на рис. 8.6, б компоновка колонок используется для детектирования в смеси H_2, CO, CH_4, O_2, N_2, CO_2. При этом через колонку 6 протекает воздух, а через 7, 8 – аргон. Расход каждого из газов составляет 80 см^3/мин. Для определения H_2, CO и CH_4 проба с предварительно удаленным CO_2 подается в точку 10. Поскольку при этом анализе N_2 и O_2 не разделяются, проба вводится в точку 9. Для измерения содержания CO_2 проба газа вводится в точку 11. Примерный вид хроматограммы представлен на рис. 8.7. В зависимости от анализируемых газов компоновка разделительных колонок может меняться.

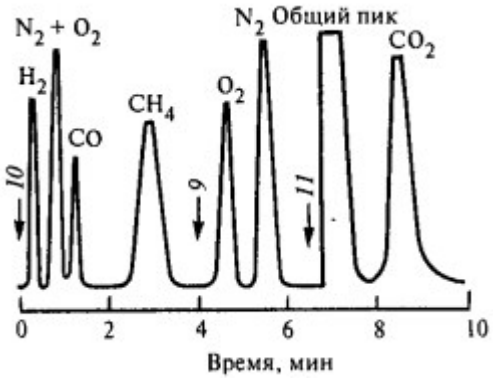


Рис. 8.7. Примерная хроматограмма разделения смеси H_2, CO, CH_4, O_2, N_2, CO_2

8.4.1.2 Проверка готовности системы отбора проб газов и хроматографа

Непосредственно перед началом работы необходимо установить готовность системы отбора проб газов и хроматограф. Систему отбора после сборки проверяют на герметичность, для чего при помощи электроаспиратора создают разрежение порядка 50...60 Па и наблюдают за

показаниями U-образного манометра. К работе можно приступать только после устранения всех неплотностей.

Подготовка хроматографа заключается в следующем. Проверяют работу потенциометра и подсоединяют к нему хроматограф, колонки которого заранее заполняют необходимыми сорбентами. Также заранее проверяют газовый тракт хроматографа на герметичность при рабочем давлении, подсоединив его к баллону и отрегулировав скорость подачи газа-носителя. Хроматограф необходимо включить за определенное время до начала работы, указанное в инструкции, и спустя некоторое время отрегулировать нулевую линию.

8.4.1.3 Выполнение процедуры отбора проб газов

Завершив подготовку системы отбора проб газов и приборов для анализа, можно начинать отбор. В начале отбора, а в дальнейшем – при каждом изменении исследуемого режима, необходимо протянуть электроаспиратором через систему отбора проб количество отбросных газов, равное ее 4 – 5 кратному геометрическому объему. При этом расход отбросных газов поддерживают на уровне 5... 10 л/мин, а перед взятием пробы снижают до 0,1...0,3 л/мин для того, чтобы разрежение в контрольном сосуде не превышало 15...20 Па.

Отборы проб для хроматографирования осуществляются дозаторами, в качестве которых могут использоваться медицинские шприцы с тонкими иглами. Для герметичности на внутреннюю поверхность корпуса шприца наносят вакуумную смазку. При отборе пробы из контрольного сосуда придерживаются следующих правил. Если в сосуде давление выше атмосферного, то вначале отбирают в шприц пробу несколько большего объема, а затем медленно выталкивают излишек, выравнивая тем самым давление в шприце с атмосферным. Если сосуд находится под разрежением, то вначале отбирают пробу в шприц большего размера, подсоединяя его при помощи резиновых трубок и стеклянного крана к штуцеру контрольного сосуда. Затем закрывают кран, и, слегка надавив на поршень, создают внутри шприца и резиновой трубки избыточное давление, прокалывают иглой рабочего дозатора резиновую трубку и отбирают в него пробу.

8.4.1.4 Выполнение процедуры хроматографирования

Введение пробы в колонку хроматографа производится через мембрану. Материал мембраны подбирают таким образом, чтобы он выдерживал до потери герметичности порядка 50 проколов. Пробу вводят быстро, без заметного изменения расхода газа-носителя, т.к. это может привести к нарушению теплового равновесия и смещению нулевой линии. Кроме того, при быстром вводе анализируемая проба попадает на начальный участок разделительной колонки с минимальным разбавлением и дает на

хроматографе четкие пики всех компонентов, что позволяет точно определять концентрации искомых веществ по калибровочному графику. Далее следят за записью хроматограммы на самопишущем потенциометре, контролируя пики по встроенному потенциометру (рис. 8.7а).

8.4.1.5 Расшифровка хроматограммы

Расшифровку хроматограммы выполняют по калибровочному графику. Если получены узкие пики анализируемых компонентов, то можно выполнять расчеты по высоте пиков. В противном случае расчеты ведут по площадям в пределах пиков анализируемых компонентов.

8.4.2 Фотоколориметрический анализ состава воздуха

Ознакомительная работа по определению состава газовых смесей выполняется на фотоэлектрическом колориметре типа КФК

8.4.2.1 Характеристики фотоколориметра КФК-3-01

Фотометр фотоэлектрический (фотоэлектроколориметр) КФК-3-01 (рис. 8.8) предназначен для измерения коэффициентов пропускания и оптической плотности прозрачных растворов, а также для измерения скорости изменения оптической плотности вещества и определения концентрации вещества в растворах. С помощью колориметров измеряются также коэффициенты пропускания рассеивающих взвесей, эмульсий и коллоидных растворов в проходящем свете. Имеет стандартный набор кювет № 4: 10 мм, 20 мм, 30 мм – по 3 штуки каждого размера. КФК-3-01 имеет цифровой интерфейс для связи с персональным компьютером. Прибор реализует диалог с оператором и производит расшифровку ошибок с отображением их на цифробуквенном жидкостно-кристаллическом индикаторе.

Технические характеристики фотоэлектроколориметров КФК-3-01, КФК-5М приведены в Приложении З.5.

8.4.2.2 Проверка готовности системы отбора проб газов и фотоколориметра.

Фотоэлектрический колориметр включают за 15 минут до начала работы и при необходимости устанавливают электрический нуль прибора. Затем готовят стандартный и исследуемый растворы, прочищают рабочие грани кювет, заливают в них приготовленные растворы и устанавливают в кюветное отделение колориметра. При обращении с кюветами их держат только за нерабочие (длинные) грани. Перед началом замеров в соответствии с методикой измерения устанавливают светофильтр с соответствующим максимумом пропускания. Обычно фотоколориметры снабжают набором светофильтров с максимумами пропускания от 315 до 630 мм. После выполнения указанных операций можно приступать к построению калибровочной кривой.

8.4.2.3 Выполнение процедуры отбора проб газов

Отбор проб для колориметрирования заключается в протягивании отбросных газов через поглотительные сосуды или трубки, заполненные соответствующими реагентами или растворителями. Количество отбираемых газов, скорость протягивания, количество и состав реагента в поглотителе, конструкция поглотителя строго регламентируется методиками анализа соответствующих веществ. Так, например, при определении аммиака в воздухе необходимо отобрать около 0,5 л исследуемых газов, протягивая их в течение 1 минуты через 2 последовательно соединенные поглотительные склянки Дрекселя, содержащие по 30 мл миллинормального раствора серной кислоты.

8.4.2.4 Выполнение процедуры колориметрирования

По окончании отбора поглотители надежно закупоривают и доставляют к месту анализа, как правило, в лабораторию или специально оборудованное для этих целей помещение. Здесь содержимое поглотителей переливают в пробирки и готовят растворы для колориметрирования (нефелометрирования, турбидиметрирования), добавляя растворители и реагенты, предусмотренные методикой анализа. К примеру, концентрации ионов азота в растворах можно определять турбидиметрически, для чего к лабораторным пробам добавляют реактив Несслера, переводя анализируемые вещества во взвешенное состояние. Готовые окрашенные растворы или взвеси помещают в колориметрические пробирки или кюветы и проводят фотометрические измерения, сравнивая интенсивность окраски или светопоглощение со стандартными растворами при помощи фотоэлектрических фотометров.

8.4.2.5 Обработка результатов колориметрирования

После определения концентрации анализируемого вещества в пробе C, мг/л, по калибровочному графику рассчитывают его концентрацию в воздухе C_y, мг/м^3, учитывая объем газовой пробы V_y, л, и объем поглотительного раствора V_x, мл:

$$C_y = C \cdot V_y / V_x. \quad (8.1)$$

8.5 Составление отчета

8.5.1 Требования к надлежащему оформлению отчетов о результатах исследований состава газа

По окончании каждого исследования (хроматографирования и колориметрии) должен быть подготовлен краткий отчет. Ответственные исследователи заверяют свои отчеты датированной подписью. Руководитель исследования, подписывая их, принимает на себя ответственность за достоверность приведенных данных и указывает на их соответствие принципам надлежащей лабораторной практики. Последующие исправления и дополнения к отчету с четким указанием причин их внесения представляются в форме поправок и также подписываются руководителем исследования.

8.5.2 Содержание заключительного отчета группы

Заключительный отчет должен минимально содержать следующую информацию.

1. Идентификационные данные испытуемых объектов – загрязнителей выбросов: развернутое наименование; код или наименование (по номенклатуре IUPAC и т.п.); характеристики испытуемого объекта.

2. Информация по испытательному центру – наименования и адреса испытательных центров и испытательных площадок, участвующих в исследовании; фамилия, имя, отчество и адрес руководителя исследований, ответственного исследователя и сотрудников, отчеты которых вошли в заключительный отчет; этапы исследования, переданные ответственному исследователю для выполнения.

3. Даты начала и окончания эксперимента.

4. Материалы и методы исследования – описание материалов и методов, используемых в исследованиях; справочная информация, полученная из методического руководства Организации экономического сотрудничества и развития (OECD) или иных официальных руководств и методик, которые были использованы в исследовании.

В данном разделе необходимо привести краткое описание методик хроматографического и колориметрического анализов со ссылками на

источники. Источником первого метода является паспортная инструкция используемого газоанализатора – хроматографа «Газохром 3101». По фотометрии необходимо составить алгоритм (последовательность операций) процедуры анализа на основании самостоятельного ознакомления с соответствующей информацией на электронных или бумажных носителях. Можно задействовать для этого материал по данной теме для фотометра КФК – 2, размещенный в приложении З.4.

5 Результаты – краткая сводка полученных результатов; вся информация и данные, полученные при выполнении плана исследования; представление результатов, включая вычисления и статистическую обработку полученных данных; оценка и обсуждение результатов, выводы, заключения.

Вопросы для самоконтроля

- Какие приборы используются для отбора проб атмосферного воздуха?
- В чем заключаются особенности отбора проб из промышленных установок?
- Какие газозаборные устройства используются для отбора газов с различными температурами?
- Какими методами определяют состав отобранных проб газов?
- Назовите назначение элементов схемы отбора газовых проб.
- Как выполняется подготовка системы отбора проб газов?
- Как производится отбор проб для хроматографического и колориметрического анализа?

ГЛАВА 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ И АППАРАТОВ ГАЗООЧИСТКИ

При очистке промышленных газовых выбросов от вредных примесей происходит множество взаимосвязанных физико-химических процессов, действующих в различных формах и сочетаниях. Взвешенные частицы могут быть удалены из пылегазового потока методами инерционного, гравитационного, электростатического осаждения, фильтрации в пористых слоях и т.д. Обезвреживание газовых примесей сопровождается изменением термодинамических параметров и агрегатного состояния системы, сорбцией и десорбцией, реакциями окисления и восстановления, обмена, деструкции и множеством других процессов. Отбросные газы перемещаются в очистных устройствах по сложным траекториям, одновременно освобождаясь от загрязнителей. Поэтому на результат очистки непосредственное влияние оказывают также процессы аэродинамики и массообмена.

За исключением наиболее простых случаев, которые, как правило, не представляют практического интереса, процессы пылегазоочистки не поддаются сколько-нибудь строгому математическому описанию. Формы проявления конкретных физико-химических процессов, их вклад в удаление тех или иных примесей зависят от широкого круга факторов, зачастую случайных. Поэтому изучают процессы пылегазоочистки в основном экспериментальным путем.

Очевидно, что все явления, сопровождающие процесс очистки, исследовать невозможно, и результативность проводимых испытаний будет зависеть прежде всего от того, насколько корректно была поставлена задача и определена область исследований. Для этого необходимо владеть методами исследований, а также иметь определенные навыки работы и уметь заранее оценить, какие процессы и в каких пределах температур, скоростей, концентраций и других параметров будут влиять на эффективность очистки.

Во второй главе рассматриваются методы испытания аппаратов и устройств для очистки промышленных отбросных газов посредством фильтрации и инерционного осаждения дисперсных загрязнителей, а также абсорбции, адсорбции и термообработки токсичных газовых примесей.

9 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 9. ИСПЫТАНИЕ ПОРИСТОГО ФИЛЬТРА

9.1 Общее понятие о фильтрации в пористом слое. Эффекты захвата

Пропуская запыленные газовые потоки через различные типы пористых слоев, можно задерживать взвешенные частицы практически любых размеров, которые могут присутствовать в промышленных диспергационных аэрозолях. Пористые слои могут образовываться из зерен,

волокон, тканей, войлоков и фетров, спеченных металлокерамических или прессованных металлических порошков, металлических сеток и других материалов. Поры и каналы, формируемые элементами слоя, могут иметь сложную форму, в результате чего потоки газа меняют скорость и направление, дробятся, сливаются, претерпевают другие изменения. При этом взвешенные частицы отделяются от газового потока и задерживаются. Происходящее разделение фаз называют фильтрацией в пористом слое.

Осаждение частиц на элементах фильтровального слоя совершается в результате сочетания множества эффектов: инерционного столкновения, касания, диффузии, электростатического, гравитационного, ситового осаждения и пр. Математически степень очистки фильтрующегося потока можно представить в виде функциональной зависимости от характеристик осаждения частиц за счет этих эффектов. Чтобы такие зависимости обладали определенной универсальностью, параметры эффектов представляют безразмерными. Однако, функциональные зависимости, полученные чисто теоретически, как правило, непригодны для практических расчетов по причине крупных расхождений результатов с действительностью. Поэтому в них вводят поправочные коэффициенты, найденные опытным путем для тех или иных конкретных условий, часто встречающихся на практике, получая таким образом эмпирические выражения, пригодные для практических расчетов.

Степень осаждения, рассчитанная по эмпирическим выражениям, должна достаточно точно соответствовать реальным значениям степени очистки, если условия близки к тем, при которых были получены опытные поправочные коэффициенты к теоретическим выражениям. При других условиях эмпирические выражения могут дать результаты, выходящие за пределы доверительной вероятности и допустимой неопределенности, а иногда и противоречащие реальности. Целью данной работы является сравнение результатов расчетного и экспериментального определения степени очистки запыленного воздуха в пористом слое.

9.1.1 Параметр инерционного захвата η_{Stk}

Линии тока газа в зависимости от геометрии течения могут изгибаться плавно или резко, проходить близко или далеко от поверхности элемента слоя или тела-препятствия. При резком изгибе линии тока частица может сойти с нее и тогда ее траектория может пересечь границу тела. Считается, что при этом частица будет захвачена телом и осаждена на поверхности. Такой способ захвата называется инерционным. Степень инерционного осаждения η_{Stk} зависит от критерия Стокса Stk, который характеризует соотношение сил инерции частицы и трения в потоке газа:

$$\mathrm{Stk} = (d_{50})^2 \rho_p \, W/(18\, \eta \, r_{eff}). \qquad (9.1)$$

Эффективный радиус зерна в зернистом слое определяется по опытным данным из выражения:

$$r_{eff} = \frac{HW^2\rho_a}{4\Delta P_r} \cdot \frac{\lambda(1-\varepsilon)^{3-\beta}}{\varepsilon^3}, \qquad (9.2)$$

где λ и β – коэффициенты, зависящие от величины критерия Рейнольдса и определяемые по графику рис. 9.1 в зависимости от числа Re пылегазового потока, вычисленного для среднего диаметра частиц; ΔP_r – действительный (измеренный) перепад давления в слое, Па; H – высота фильтрующего слоя, м.

Расчетный перепад давления на зернистом слое определяется по формуле:

$$\Delta P_{cl} = \frac{HW^2\rho_a}{4r_m} \cdot \frac{\lambda(1-\varepsilon)^{3-\beta}}{\varepsilon^3}, \qquad (9.3)$$

где r_m – средний радиус зерен в фильтре, мм.

Режим обтекания потоком одиночной сферы радиусом r_{eff} определяется по величине критерия Рейнольдса:

$$\mathrm{Re} = 2r_{eff}\, W / \nu. \qquad (9.4)$$

Ламинарный режим обтекания соответствует значениям Re ≤ 1, а турбулентный – значениям Re > 3.

Коэффициент инерционного захвата η_{Stk} для зернистого фильтра принимают как среднее арифметическое значение коэффициентов, соответствующих турбулентному и ламинарному режимам обтекания:

$$\eta_{Stk} = (\eta_{Stk1} + \eta_{Stk2})/2; \qquad (9.5)$$

$$\eta_{Stk1} = \mathrm{Stk}^2 \cdot (\mathrm{Stk} + 0{,}125)^{-2}; \qquad (9.6)$$

$$\eta_{Stk2} = 0{,}75 \ln(4\mathrm{Stk}) / (2\mathrm{Stk} - 1{,}24)^{-2}. \qquad (9.7)$$

9.1.2 Параметр захвата касанием η_R

Если траектория частицы не пересекается с границей тела-препятствия, но проходит на расстоянии меньшем, чем радиус частицы, то она может быть осаждена вследствие касания или зацепления поверхности. В этом случае степень осаждения η_R зависит от параметра касания R_{tch}, который для одиночного цилиндра или сферы подсчитывается по формуле:

$$R_{tch} = r_{50} / r_{eff}, \qquad (9.8)$$

где $r_{50} = 0{,}5d_{50}$ – медианный радиус частиц пыли.

При турбулентном и ламинарном режимах коэффициент захвата определяются как

$$\eta_R = 2{,}5\, R_{tch}, \qquad (9.9)$$

$$\eta_R = R_{tch} / (2 + \ln \mathrm{Re}), \qquad (9.10)$$

9.1.3 Итоговый коэффициент захвата η_{tot}

Итоговый коэффициент захвата η_{tot} должен учитывать все действующие коэффициенты осаждения таким способом, чтобы превосходить по величине каждый из частных коэффициентов, но оставаться меньше их суммы и единицы. С этой целью он составляется в виде произведения:

$$\eta_{tot} = 1 - (1 - \eta_{\mathrm{Stk}})\,(1 - \eta_R)(1 - \eta_D)(1 - \eta_G)(1 - \eta_Q), \qquad (9.11)$$

где η_D, η_G, η_Q, – коэффициенты захвата, характеризующие соответственно диффузионное, гравитационное и электростатическое осаждение.

Диффузионный захват становится заметен для частиц размером менее 0,5 мкм, содержание которых в составе производственной пыли редко превосходит одного процента. При скорости потока, фильтрующегося в пористых фильтрах, и средней массе частиц обычной пыли, гравитационный захват также не превосходит одного процента от инерционного захвата. Эффективность электростатического осаждения за счет естественной зарядки волокон и частиц имеет такой же порядок. Поэтому оценочно их совместный эффект по порядку величины не будет превосходить $(10^{-1}\ldots10^{-2})\%$. Считается, что эффективность осаждения в основном определяется инерционным захватом и зацеплением:

$$\eta_{tot} = 1 - (1 - \eta_{\mathrm{Stk}})\,(1 - \eta_R). \qquad (9.12)$$

Расчетный коэффициент проскока f определяют из эмпирического выражения:

$$\lg f = 2 - 0{,}65\cdot 10^{-2} H(1 - \varepsilon)\,\eta_{tot}/(r_{eff}\,\varepsilon). \qquad (9.13)$$

Расчетную степень осаждения в фильтре определяют из выражения:

$$\eta_{cl\,F} = 1 - f. \qquad (9.14)$$

9.2 Порядок определения расчетной степени осаждения

В расчетной части лабораторной работы необходимо по измеренной скорости пылегазового потока W определить коэффициент проскока f и степень осаждения η_F для исследуемого фильтра. Вычисления ведут в следующем порядке:

– приводят плотность воздуха ρ_a, кг/м^3, к рабочим условиям;

– заносят в табл. 9.1 данные по фракционному составу пыли (см. также лаб. работу 2), полученные по индивидуальному заданию на лабораторную работу;

– на вероятностно-логарифмической сетке координат строят линию фракционного состава пыли в соответствии с заданием и определяют медианный радиус частиц r_{50};

– принимают по справочным данным плотность материала пыли ρ, кг/м^3;

– вычисляют по формуле (9.4) значение Re для обтекания одиночной сферы радиусом r;

– по графику рис. 9.1 определяют значения коэффициентов λ и β;

– рассчитывают перепад давления в слое по формуле (9.3);

– определяют по формуле (9.2) эффективный радиус зерна, принимая $\varepsilon = 0{,}4$;

– уточняют значение Re по формуле (9.4) для зернистого слоя с учетом порозности, используя значения r_{eff} вместо r;

– определяют параметр касания R_{tch} по формуле (9.8);

– вычисляют коэффициент захвата η_R по формуле (9.9);

– вычисляют параметр инерции (число Stk) по формуле (9.1);

– по формулам (9.5), (9.12), (9.13), (9.14) рассчитывают коэффициенты захвата η_{Stk}, η_{tot}, коэффициент проскока f_{cl} и расчетную степень улавливания η_{cl}.

Результаты расчетов заносят в табл. 9.2.

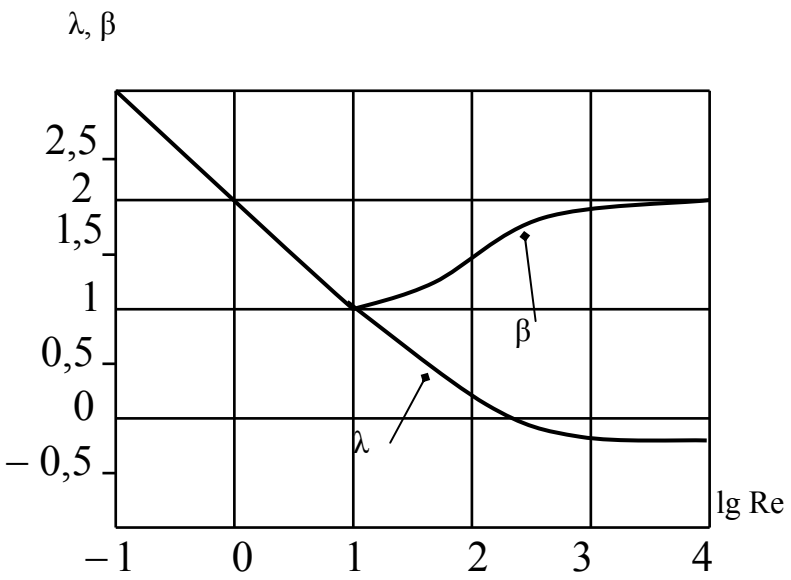


Рис. 9.1. Зависимость эмпирических коэффициентов λ и β от Re

Таблица 9.1

Фракционный состав пыли

Диаметр D, мкм						
Содержание, %						

Таблица 9.2

Расчетные коэффициенты захвата и степень осаждения частиц в пористом фильтре

Скорость пылегазового потока, W, м/с	Порозность ε	Сопротивление слоя ΔP_{cl}, Па	Число Рейнольдса Re	Параметр касания R_{ch}	Число Стокса Stk	Коэффициент захвата касанием η_R	Коэффициент инерционного захвата η_{Stk}	Итоговый коэффициент захвата η_{tot}	Проскок f_{cl}, %	Расчетная степень очистки $\eta_{cl\,F}$, %

9.3 Натурные исследования работы зернистого фильтра

9.3.1 Используемые приборы и оборудование

Натурные исследования работы зернистого фильтра выполняются на экспериментальном стенде, представленном на рис. 9.2.

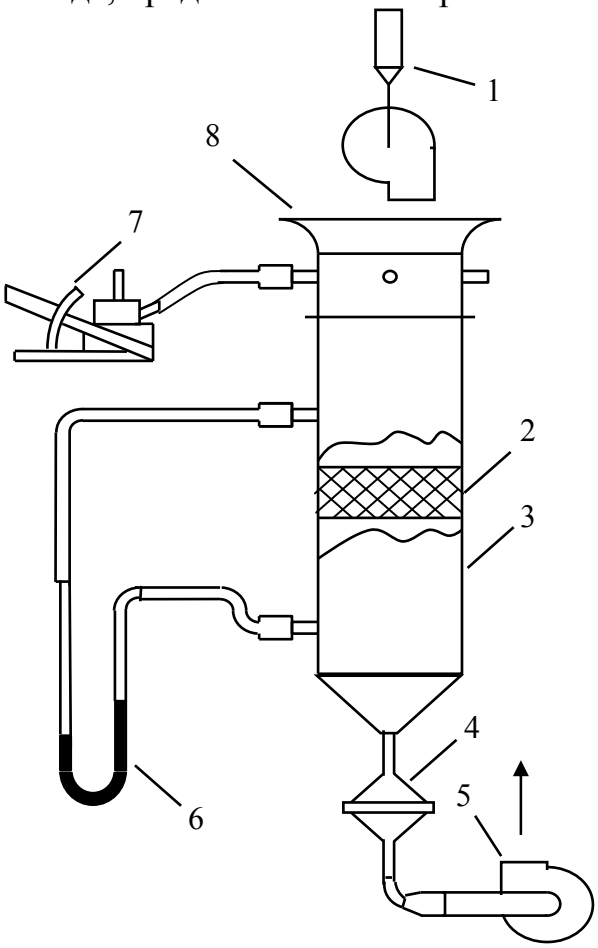


Рис. 9.2. Экспериментальный стенд для исследования рабочих характеристик пористых фильтров

Установка состоит из пылепитателя 1, зернистого фильтра 2 с наполнителем высотой H = 10 мм, закрепленного в вертикальной разъемной трубе 3, и узла отбора проб запыленного воздуха, в который входят пробоотборник с фильтром и патроном – фильтродержателем 4, установленные после пористого фильтра, и вентилятор 5. U-образный манометр 6 служит для определения сопротивления фильтра, а микроманометр 7 с входным коллектором 8 – для замера расхода воздуха, проходящего через установку.

9.3.2 Методика выполнения исследования

Испытания зернистого фильтра проводят в следующем порядке:

- взвешивают количество пыли, приготовленной для подачи в пылепитатель 1;
- определяют массу зернистого наполнителя и сетки пористого фильтра 2;
- определяют массу фильтра в пробоотборнике 4;
- устанавливают пористый фильтр 2 и пробоотборник с фильтром 4;
- включают вентилятор 5;
- при помощи U- образного манометра 6 замеряют гидравлическое сопротивление чистого пористого слоя ΔP при фильтрации чистого воздуха;
- с началом подачи пыли в установку от пылепитателя 1 отмечают время начала исследования;
- замеряют разрежение в коллекторе 8 при помощи микроманометра 7;
- отбирают пробы запыленного воздуха до и после пористого фильтра при помощи пробоотборника и фильтров АФА 4 (технику отбора проб и последующих измерений см. в лаб. работах 1, 2);
- по истечении 6…8 минут выключают вентилятор 5;
- определяют массы остатка пыли в пылепитателе 1, зернистого наполнителя и сетки пористого фильтра 2, фильтра АФА 4.

Результаты измерений записывают в табл. 9.3

9.3.3 Обработка результатов исследований

Таблица 9.3

Экспериментальные значения коэффициента проскока и степени осаждения частиц в пористом фильтре

Скорость пылегазового потока W, м/с	Сопротивление слоя ΔP_r, Па	Расход газа G, м^3/с	Время опыта τ, с	Масса пыли на входе ΔM_b, г	Концентрация пыли на входе z_b, г/ м^3	Масса зернистого фильтра, г		Масса волокнистого фильтра, г		Масса пыли на выходе ΔM_e, г	Концентрация пыли на выходе z_e, г/ м^3	Проскок f_r, %	Опытная степень очистки η_r, %
						чистого M_{b1}	запыленного M_{e1}	чистого M_{b2}	запыленного M_{e2}				

Концентрация пыли $z_{b(e)}$ до (после) исследуемого пористого фильтра:

$$z_{b(e)} = \Delta M_{b(e)} / (g \cdot \tau) \text{ г/м}^3. \quad (9.15)$$

Экспериментальные значения коэффициента проскока f_r и степени очистки η_r определяют из выражений:

$$f_r = (z_e/z_b) \cdot 100\%, \quad (9.16)$$

$$\eta_r = 100 - f_r \,\%. \quad (9.17)$$

Полученные данные вносят в табл. 9.3 и проводят сравнение расчетных и экспериментальных величин коэффициента проскока и степени очистки запыленного воздуха.

9.3.4 Отчет о результатах исследований

Отчет о результатах исследований должен быть выполнен в соответствии с требованиями надлежащей лабораторной практики (см. лабораторную работу №8, п. 8.1.6).

Вопросы для самоконтроля

- Как происходит осаждение дисперсных частиц в пористых фильтрах?
- Как определяют параметры, входящие в коэффициент Стокса?
- Как определяют режим обтекания потоком одиночной сферы?
- Как определяют суммарный коэффициент захвата?

- В какой последовательности выполняется расчет степени осаждения дисперсных частиц в фильтре?
- Расскажите о назначении экспериментальной установки.
- В какой последовательности проводится испытание пористого фильтра?
- Как измерить скорость пылегазового потока?
- Как определяют экспериментальное значение степени очистки в фильтре?

10 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 10. ИСПЫТАНИЕ ЦИКЛОНА

Целью лабораторной работы является приобретение навыков испытания пылегазоочистных устройств. В результате проведения процедуры испытания циклона определяются аэродинамические характеристики его работы и устанавливается степень очистки запыленных газовых выбросов.

10.1 Оптимизация аэродинамического режима

10.1.1Понятие оптимальной скорости

Сепарационная способность циклона растет с увеличением скорости и расхода очищаемого воздуха. Однако при больших скоростях значительно возрастает гидравлическое сопротивление аппарата, его абразивный износ, и увеличивается вторичный вынос пыли из бункера обратным потоком. Поэтому скорость во входном патрубке циклона ограничивается некоторым оптимальным значением (для цилиндрических циклонов W_b не должно превышать 15 м/с). Исходя из минимума приведенных затрат разработчиками серийных типов циклонов устанавливались и так называемые «оптимальные» значения среднерасходной скорости очищаемого воздуха, которые указываются в их паспортных характеристиках. Для большинства типов отечественных циклонов они находятся в пределах 3...5 м/с. Близких к ним значений скоростей можно придерживаться при подборе типоразмера циклона и в настоящее время: при работе циклона в таком режиме обеспечивается достаточно высокая степень очистки при приемлемых энергетических (и, соответственно, финансовых) затратах.

10.1.2Определение энергетических затрат и степени герметичности циклона

Величина энергетических затрат определяется потерями давления в циклоне. Потеря полного давления ΔP, Па, пропорциональна динамическому давлению потока во входном патрубке:

$$\Delta P = \xi P_{bd} = \xi\rho\ W_b^2/2. \qquad (10.1)$$

Скорость воздуха на входе в циклон W_b, м/с, определяется из выражения:

$$W_b = G_b/F_b, \qquad (10.2)$$

где G_b – расход очищаемого воздуха, приведенный к нормальным условиям, м^3/с; F_b – площадь входного патрубка циклона, м^2.

Из (10.1) следует:

$$\xi = \Delta P/P_{bd} = (\Delta P_s + \Delta P_d)/P_{bd}. \qquad (10.3)$$

Если средняя скорость потока в сечениях отбора давлений постоянная (что справедливо при отсутствии подсосов в бункере циклона и равенстве диаметров воздуховодов в местах измерений), то $\Delta P_d = 0$. Отсюда:

$$\xi = \Delta P_s /P_{bd}. \qquad (10.4)$$

Степень герметичности бункера является одним из показателей конструктивного совершенства циклона, так как подсосы через неплотности существенно влияют на эффективность осаждения. Долю подсасываемого в циклоне воздуха Z определяют по разнице расхода перед входным патрубком G_b, м^3/с, и за выхлопной трубой G_e, м^3/с:

$$Z = [(G_b - G_e)/ G_b]\cdot 100\%, \qquad (10.5)$$

10.1.3 Экспериментальный стенд и схема замеров

Схема экспериментального стенда для испытания циклона приведена на рис. 10.1 Воздух протягивается через циклон 7 вентилятором 14. Пыль в порошкообразном состоянии подается из пылепитателя 2 в воздуховод диаметром 140 мм после измерительного коллектора 1. Запыленный поток проходит по воздуховоду во входной патрубок 6 циклона 7 и попадает в кольцевое пространство внутри него между корпусом и выхлопной трубой 8. Далее поток совершает движение вниз по винтовой траектории, разворачивается перед бункером вверх и выходит по восходящей винтовой траектории через выхлопную трубу 8. При таком движении потока ряд частиц вследствие инерционности сходит с криволинейных линий тока, соударяется со стенкой циклона 7 и сползает в бункер 17 с герметичным затвором 16. Наиболее мелкие фракции пыли выносятся из циклона и задерживаются тканевым фильтром 13.

Расход воздуха на входе в циклон замеряется при помощи коллектора 1 с внутренним диаметром 155 мм и микроманометра 3, а на выходе из циклона – пневмометрической трубкой и микроманометром 11. Регулировка расходов воздуха в сети выполняется дроссель-клапаном 15. Для нахождения сопротивления циклона замеряют перепад статических давлений ΔP_s микроманометром 9 в точках 5 и 10. Из этих же точек отбирают пробы запыленного воздуха при определении концентрации пыли до и после циклона. Импакторы для определения дисперсного состава пыли устанавливаются в круглые порты доступа 4, 12 надлежащих конструкций (по справочному приложению F [5], см. Приложение А).

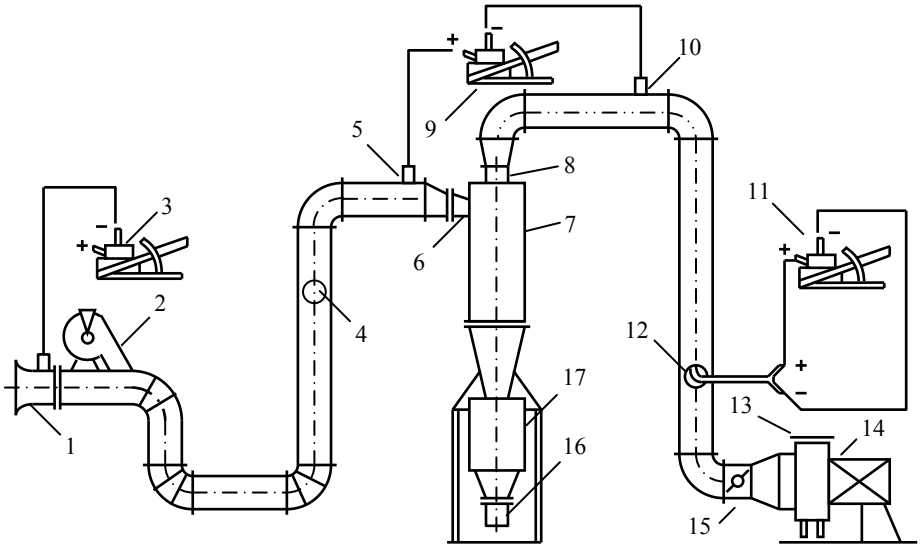


Рис. 10.1. Экспериментальный стенд для испытания циклона

10.1.4 Процедура выполнения замеров при аэродинамических испытаниях сети

Для определения зависимости сопротивления циклона от расхода в сети и оценки величины подсосов воздуха через неплотности в бункере проводят аэродинамические испытания. Расход воздуха в сети определяют по динамическому давлению в патрубке коллектора, которое принимается равным статическому.

Значения $P_к$ *и* ΔP_s замеряются при трех режимах работы вентилятора. Для выявления величины подсосов через неплотности определяют расход воздуха на выходном участке G_e. Работа выполняется по стандартной методике аэродинамических испытаний вентиляционных систем [30]. С этой целью замеряют динамическое давление, скорость и расход воздуха после циклона 7 при помощи пневмометрической трубки и микроманометра 11. Замеры выполняют в нескольких точках воздуховода, затем по ним находят среднюю скорость потока.

В ходе аэродинамических испытаний регистрируют атмосферное давление, температуру и относительную влажность воздуха в помещении.

Завершая аэродинамические испытания, необходимо по показаниям микроманометра 3 на коллекторе установить дроссель-клапаном 15 оптимальный расход в системе и произвести замеры скоростей по осям воздуховодов до и после циклона. Полученные данные используются в дальнейшем для определения коэффициентов очистки в циклоне.

10.1.5 Обработка опытных данных. Вычисление характеристик оптимального режима работы циклона

10.1.5.1 Определение скорости воздуха в коллекторе

Скорость воздуха W_K, поступающего в коллектор и систему, определяют по статическому давлению P_K в патрубке коллектора. Расход воздуха, поступающего в коллектор, рассчитывают по формуле:

$$G_b = W_K F_K = 1{,}29 F_K \sqrt{P_K}\ , \text{ м}^3/\text{с}, \qquad (10.6)$$

где F_K – площадь сечения измерительного коллектора, м^2.

10.1.5.2 Определение коэффициента потерь давления циклона

Коэффициент потерь давления циклона находят по формуле (10.4). Величину сопротивления циклона ΔP_s в ней принимают по измеренному перепаду давления ΔP с учетом удаления штуцеров 5 и 10 от входного и выходного патрубков циклона на некоторое расстояние:

$$\Delta P_s = \Delta P - \Delta P_f \text{ Па}, \qquad (10.7)$$

где ΔP_f – суммарная потеря давления на трение в воздуховодах от точек замеров давления до входного и выходного патрубков циклона, Па.

Величину ΔP_f рассчитывают по формуле:

$$\Delta P_f = 0{,}11\ (k/D)^{0{,}25}\ l\ \rho W^2/(2D). \qquad (10.8)$$

где $k = 0{,}0002$ м – абсолютная шероховатость стенки воздуховода; $D = 0{,}14$ м – диаметр воздуховода; W – средняя скорость потока в воздуховоде, м/с, определяемая по величине расхода G_b; l – суммарная длина участков воздуховода от точек замеров давления до входного и выходного патрубков циклона, м.

Результаты замеров и их обработки заносят в таблицу 10.1.

Таблица 10.1

Результаты замеров аэродинамических характеристик работы циклона

N испытаний	Скорости и расходы воздуха до циклона				Скорость во входном патрубке циклона W_b, м/с	Сопротивление циклона ΔP, Па	Коэффициент потери давления ξ	Скорость и расходы воздуха после циклона			Доля подсасываемого воздуха Z,%
	Динамическое давление в коллекторе P_K, Па	Скорость в коллекторе W_K, м/с	Расход воздуха G_e, м/с	Скорость в воздуховоде W_m, м/с				Динамическое давление P_d, м/с	Скорость в воздуховоде W_m, м/с	Расход воздуха G_e, м^3/с	

10.1.5.3 Построение графика оптимального режима работы циклона

По полученным выше данным строят график зависимости сопротивления циклона от расхода в системе:

$$\Delta P_s = f(G_b). \qquad (10.9)$$

Характеристики оптимального режима работы циклона заносят в таблицу 10.2.

Таблица 10.2

Параметры оптимального режима работы циклона

Расход воздуха в системе G, м^3/с	Скорость во входном патрубке циклона W_b, м/с	Скорость в циклоне W, м/с	Скорость в коллекторе W_K, м/с	Динамическое давление в коллекторе P_{Kd}, Па	Скорость на оси воздуховода, м/с		Коэффициент потери давления в оптимальном режиме ξ^{opt}
					до циклона W_b	после циклона W_e	

10.1.5.4 Нахождение доли подсосов воздуха в бункере

Долю подсосов воздуха в бункере находят по формуле (10.5). При этом для определения величины G_e используют результаты замеров динамического давления и расчета скорости потока после циклона.

10.2 Определение степени очистки пылегазовых выбросов в циклоне

10.2.1 Определение общего (полного) и фракционного коэффициентов очистки

Степень очистки запыленного воздуха может быть оценена по общему (полному) и фракционному коэффициентам очистки. Под общим (полным) коэффициентом понимают процентное отношение массы M_c осажденной циклоном пыли к массе M_b, поступившей в циклон с очищаемым воздухом:

$$\eta_{tot} = (M_c / M_b)\ 100\%. \qquad (10.10)$$

Величина M_c определяется путем взвешивания пыли, извлеченной из бункера, а M_b рассчитывается как произведение концентрации пыли c_b, измеренной перед циклоном, на расход очищаемого воздуха G_b (приведенного к нормальным условиям):

$$M_b = c_b \cdot G_b. \qquad (10.11)$$

Общий коэффициент очистки пыли в циклоне можно рассчитать также по формуле:

$$\eta_{tot} = [1 - (M_e / M_b)]\ 100\%, \qquad (10.12)$$

где M_e – масса пыли, вынесенной из циклона.

Величину M_e можно найти по концентрации пыли c_e в очищенном воздухе и расходу воздуха G_e, определенному с учетом подсосов и приведенному к нормальным условиям:

$$M_e = c_e \cdot G_e. \qquad (10.13)$$

Если известен дисперсный состав поступающей, уловленной или вынесенной из циклона пыли, можно рассчитать степень осаждения различных фракций и получить таким образом фракционные коэффициенты очистки. Их вычисляют по (10.10) и (10.12), используя массы соответствующих фракций пыли.

10.2.2Испытание эффективности циклона по степени пылеосаждения

10.2.2.1 Экспериментальный стенд и схема замеров

Описание работы установки см. в разд. 10.1.3

10.2.2.2 Процедура выполнения замеров

Степень осаждения пыли в циклоне определяют в оптимальном режиме его работы. После установления оптимального режима измеряют концентрацию пыли гравиметрическим методом, для чего отбирают на фильтры пробы запыленного воздуха и определяют взвешиванием массу осевшей пыли (см. лаб. работы 1, 2).

Отбор проб до и после циклона выполняют одновременно, установив пробоотборные трубки по осям воздуховодов наконечниками навстречу потоку. Необходимо при этом фиксировать отбираемый объем V, л/мин,

пылегазового потока, время отбора τ, мин, и определить взвешиванием массы m, г, чистого и запыленного фильтра в каждой точке. После соответствующей обработки данных (см. лаб. работу 2, п. 2.6.1 «Расчет концентрации пыли»), полученных при отборах проб до и после циклона, находят массовые концентрации пыли c_b и c_e воздуха, соответственно, до и после циклона.

Измерение дисперсного состава пыли до и после циклона проводят в точках 4, 12 при помощи импактора. Технику работы с импактором см. в лаб. работе 5.

10.2.3 Обработка опытных данных. Определение степени осаждения пыли в циклоне

10.2.3.1 Вычисление полного коэффициента осаждения

Общий коэффициент очистки выбросов в циклоне η_{tot} определяют по запыленности воздуха на входе в циклон c_b и c_e на выходе из него (см. раздел 10.2.2)

$$\eta_{tot} = [(c_b - c_e)/c_b]\ 100\%. \qquad (10.14)$$

Значение η_{tot} можно рассчитать также по формулам (10.10)…(10.12), используя результаты определения массы пыли М, уловленной в циклоне, которую находят посредством взвешивания мерного стакана под бункером, и массы пыли M_e, вынесенной из циклона.

10.2.3.2 Вычисление фракционных коэффициентов осаждения

Методику надлежащего определения фракционных коэффициентов очистки η_F по данным о привесах пыли на ступенях импакций до циклона см. в лаб. работе 5.

10.3 Отчет о результатах исследований

Результаты исследования степени осаждения пыли в циклоне заносят в табл. 10.3.

Отчет о результатах исследований должен быть составлен в соответствии с требованиями надлежащей лабораторной практики (см. лабораторную работу №8, п.8.1.7)

Таблица 10.3

Данные замеров и результаты определения полного и фракционных коэффициентов осаждения пыли в циклоне

№ сечения отбора пробы	№ фильтра	Продолжительность отбора пробы τ, мин.	Диаметр насадка $d_к$, мм	Расход воздуха по ротаметру V, л/мин	Количество отобранного воздуха $V \cdot \tau$, л	Масса фильтра, мг		Масса пыли M^*, мг	Концентрация пыли, мг/м^3		Общий коэффициент очистки η_{tot}	Границы разделения ступеней импактора, мкм	Привесы массы на ступенях импактора m_i, мг		Фракционные коэффициенты очистки η_i
						до опыта M_b	после опыта M_e		до циклона c_b	после циклона c_e			до циклона	после циклона	

* $M = M_b - M_e$

Вопросы для самоконтроля

- Какие цели преследуются при испытаниях циклона в данной лабораторной работе?
- Из каких соображений назначается оптимальное значение скорости во входном патрубке циклона?
- В чем заключается влияние герметичности циклона на эффективность осаждения дисперсного загрязнителя?
- Расскажите о назначении элементов экспериментального стенда
- Опишите процедуру замеров и отбора проб при аэродинамическом испытании циклона.
- Какие опытные данные необходимо получить для построения графика оптимального режима работы циклона?
- Почему испытание циклона на определение степени пылеосаждения выполняется после аэродинамического испытания?
- Опишите процедуру замеров и отбора проб при определении степени пылеосаждения в циклоне.
- Какие опытные данные необходимы для вычисления фракционного и полного коэффициента осаждения?
- Какие опытные данные должны быть внесены в отчет о результатах исследований в соответствии с требованиями международных стандартов, касающихся надлежащей лабораторной практики?

11 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 11. ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМНЫХ ПАРАМЕТРОВ СТУПЕНЧАТОЙ ОБРАБОТКИ ВЫБРОСОВ С ПАРНИКОВЫМИ ГАЗАМИ

11.1 Общая характеристика системы ступенчатой адсорбционной, конденсационной и термической обработки выбросов с компонентами, оказывающими парниковый эффект

В лабораторной работе исследуются параметры режимов фонтанирования адсорбента, конденсации одних и термообезвреживания других продуктов хемосорбции в аппаратах системы ступенчатой обработки выбросов с компонентами, оказывающими парниковый эффект – диоксидом углерода, галогенизированными углеводородами. На первой ступени очистки отбросные газы поступают в контактный аппарат (рис. 11.1), работающий в режиме фонтанирования адсорбента.

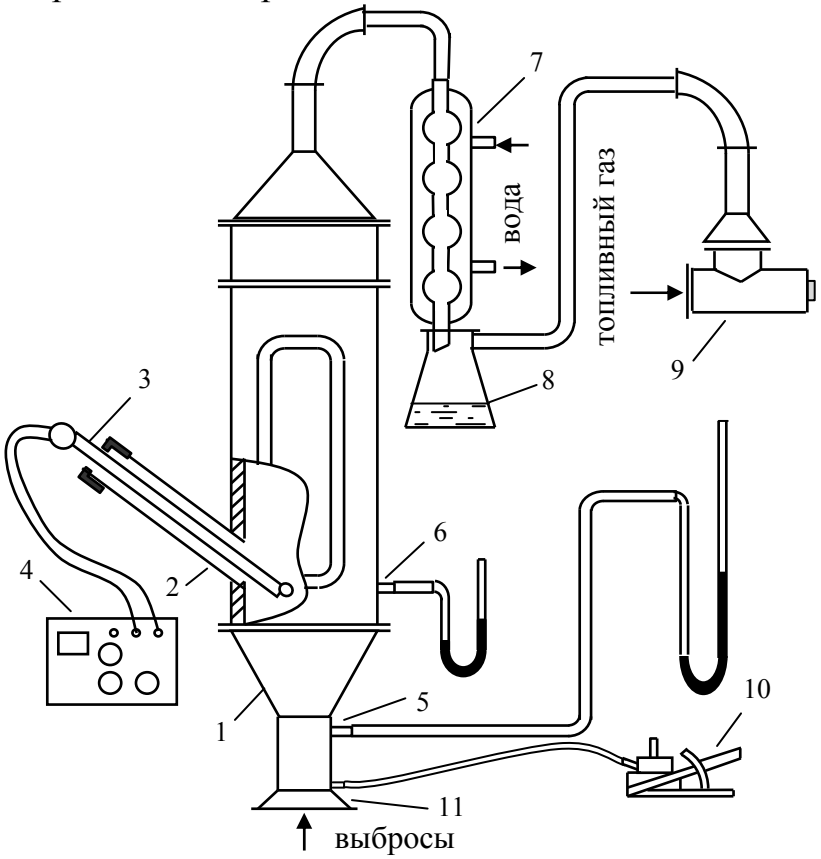


Рис. 11.1. Стенд для испытания системы многоступенчатой очистки газов. 1 – контактный аппарат с фонтанирующим адсорбентом, 2 – боковой патрубок для заполнения аппарата адсорбентом, 3 – термопара ТПП с градуировкой ПП-1 для замера температуры отбросных газов, 4 – потенциометр, 5 и 6 – точки замера давления в аппарате до и после фонтанирующего слоя с помощью U- образных манометров, 7 – конденсатор, 8 – емкость-конденсатосборник, 9 – газогорелочное устройство, 10 и 11 – микроманометр и коллектор для определения расхода отбросных газов

Адсорбент представляет собой полидисперсный термоустойчивый материал (предпочтительно пористый, напр., измельченный шамот), импрегнированный катализатором или реагентом, соответствующим реализуемому процессу обработки.

Так например, в аппарате может проводиться каталитическая конверсия диоксида углерода CO_2, содержащегося в выбросах, с целью его дальнейшей утилизации по программам направлений CCS/CCU (Carbon capture and storage/Carbon capture and utilization; улавливание и хранение/улавливание и утилизация диоксида углерода). Для этого в настоящее время разрабатывается ряд технологий, подобных Green Methanol Synthesis, с конверсией CO_2 до метанола CH_3OH по реакции:

$$CO_2 + 3H_2 \rightarrow CH_3OH + H_2O \qquad (11.1)$$

на цинк-хромовых или медьсодержащих (цинк-медь-алюминиевых, медь-алюминиевых и др.) катализаторах при температуре около 300 ºС.

С использованием катализаторов связаны и некоторые положительные шаги в направлении освоения искусственного биосинтеза. Реализованная в последнее время реакция искусственного фотосинтеза с участием CO_2 [31] позволяет получить муравьиную кислоту и др. продукты по схеме:

$$CO_2 + H_2O \rightarrow HCOOH + \ldots \qquad (11.2)$$

Данная система фотокаталитического синтеза, сопоставимая по эффективности с процессами фотосинтеза в растениях, осуществляется с нитридным полупроводником и металлическим катализатором, который также может наноситься на поверхности элементов фонтанирующего полидисперсного материала.

При обработке галогенированных углеводородов RHl элементы фонтанирующего слоя контактного аппарата импрегнируются порошкообразными оксидами металлов MeO. Их взаимодействие осуществляется при температуре, достаточной для деструкции галогенорганических загрязнителей. Высвобождающийся при этом галоген реагирует с оксидами металлов по схеме:

$$RHl + MeO \rightarrow MeCl + HCl + H_2O + C_mH_n. \qquad (11.3)$$

Галогениды металла $MeCl$, находясь в парообразном состоянии, выводятся из контактного аппарата вместе с другими паро- и газообразными веществами. В дальнейшем парообразные соединения галогенов и/или других неорганических веществ, не подлежащих термообезвреживанию, конденсируются и удаляются из системы. Освобожденные от них отбросные газы направляются в газогорелочное устройство на ступень термообработки. Исследование параметров работы узла термообезвреживания выполняется при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы.

11.2 Исследование режимов фонтанирования адсорбента в узле хемосорбционной обработки выбросов

11.2.1Характеристики фонтанирования адсорбента как сыпучего материала

11.2.1.1 Схема образования фонтанирующего слоя в контактном аппарате исследуемой формы

Режим фонтанирования импрегнированного адсорбента в аппарате первой ступени очистки обеспечивается центральной подачей загрязненного воздуха строго вертикально снизу в коническую часть контактного аппарата (рис. 11.2). Под воздействием струи газа в слое порошкообразного реагента образуется сквозной канал (центральное ядро), в котором частицы увлекаются потоком и перемещаются вверх. На выходе из слоя центральная струя растекается, скорость частиц резко падает, и они начинают перемещаться в радиальном направлении к стенкам, опускаясь затем плотным слоем вниз. У корня центрального ядра (фонтана) они вновь подхватываются струей газа вверх.

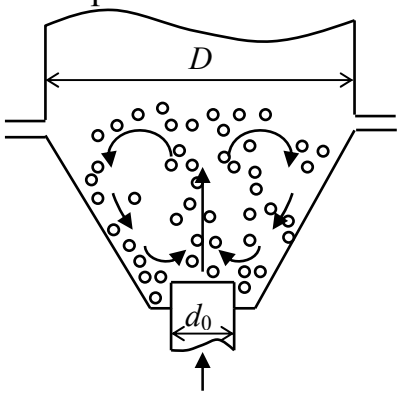


Рис. 11.2. Образование режима фонтанирования адсорбента в конической части аппарата

11.2.1.2 Аэродинамическое сопротивление фонтанирующего слоя

Устойчивость циркуляции твердых частиц, которая происходит в аппарате, зависит от целого ряда факторов: формы, размеров и физических свойств частиц, геометрических параметров аппарата, аэродинамических характеристик потока загрязненного воздуха. Одной из важных характеристик для проектирования аппаратов и правильного подбора дутьевых устройств является аэродинамическое сопротивление фонтанирующего реагента, зависимость которого от расхода представлена на рис. 11.3. На участке *OA* слой остается неподвижным. Здесь изменение сопротивления слоя от расхода газа описывается зависимостями, характерными для режима фильтрации через неподвижный слой. После точки *A*

сопротивление слоя продолжает расти до точки *B,* а затем резко падает до значений, соответствующих точкам *C* и *D*.

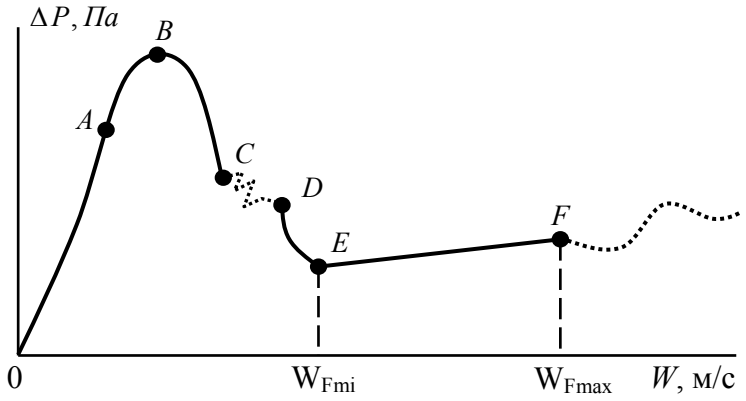


Рис. 11.3. Зависимость аэродинамического сопротивления фонтанирующего слоя от скорости потока выбросов

11.2.1.3 Аэродинамические режимы фонтанирования

Сложный характер зависимости вызван изменением механизма взаимодействия газового потока с твердыми частицами при достижении потоком определенных значений скорости. Начиная со скорости, соответствующей точке *A*, происходит перестройка структуры слоя фонтанирующего реагента. У нижнего основания слоя образуется газовая полость, а твердые частицы приподнимаются выше, образуя уплотненный свод. С увеличением скорости потока газовая полость превращается в канал, который в точке *B* достигает половины высоты слоя. После этого сопротивление слоя начинает уменьшаться до значений в точках *C* и *D*. При скоростях слоя, соответствующих этим точкам, струя прорывается на поверхность слоя, после чего сопротивление фонтанирующей системы снижается до значения, соответствующего точке *E*. Режим фонтанирования на участках *CD* и *DE* нестабилен, сопротивление слоя также подвержено значительным колебаниям из-за обрушения стенок канала, прорыва газа в виде отдельных пузырей и других явлений. Участок EF соответствует развитому режиму фонтанирования.

При дальнейшем увеличении скорости газа устойчивая форма ядра фонтанирующей системы нарушается. Оно заполняется материалом сверху, что приводит к его выталкиванию из канала и хаотическим колебаниям сопротивления. При превышении определенного расхода G_F, когда скорость газа становится выше скорости витания частиц, наступает режим пневмотранспорта и происходит опорожнение аппарата. Скорость газового потока в точках *E* и *F* соответствует минимальной W_{Fmin} и максимальной W_{Fmax} скоростям фонтанирования.

11.2.2 Факторы, определяющие эффективность обработки выбросов

Устойчивость режима фонтанирования является одним из определяющих факторов обеспечения степени очистки отбросных газов, т.к. при скоростях менее W_{Fmin} аппарат работает в нерасчетных режимах, а при скоростях более W_{Fmax} происходит выброс недостаточно прореагировавших частиц. Точные значения расходов, соответствующих этим скоростям, наиболее просто и надежно могут быть определены опытным путем при наладочных и регулировочных испытаниях.

Еще одним определяющим фактором эффективности обработки выбросов с парниковыми газами является температурный уровень процесса. Зависимость степени конверсии исходных компонентов обрабатываемых выбросов от температуры также имеет сложный характер и, как правило, содержит интервал оптимальных температур. На его величину оказывают влияние конкретный состав загрязнителя, степень активности поверхности сорбции, величина периода стабилизации молекул, образовавшихся в реакции, множество других факторов. Поэтому оптимальный интервал температуры также определяется опытным путем. С этой целью при выполнении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы выполняется серия замеров концентраций исходных компонентов до и после контактного аппарата в интервале 150...350 °С (в учебной лабораторной работе данные замеры не проводятся).

11.3 Процедура определения параметров фонтанирования адсорбента в контактном аппарате

11.3.1Работа узла фонтанирования контактного аппарата и выполнение замеров

Схема узла первой ступени обработки отбросных газов имеется на рис 11.1. Отбросные газы поступают в коническую часть аппарата 1 с размерами: D_{min} = 25 мм, D_{max} = 144 мм. Через боковой патрубок 2 аппарат заполняют определенным количеством твердой фазы и замеряют высоту слоя *H*. Температуру отбросных газов в ходе проведения опыта замеряют при помощи термопары ТПП с градуировкой ПП-1 (3) и потенциометра (4). Давления в аппарате до и после фонтанирующего слоя замеряются в точках 5 и 6 с помощью U-образных манометров. Расход отбросных газов *G* определяется при помощи микроманометра 10 с коллектором 11.

11.3.2 Определение аэродинамического сопротивления конической части аппарата в холостом режиме без адсорбента и загрязнителя

До обработки загрязненных выбросов необходимо определить диапазоны параметров, обеспечивающих устойчивый режим фонтанирования

адсорбента. Для этого в первую очередь определяют аэродинамическое сопротивление конической части аппарата в холостом режиме без адсорбента, пропуская через него воздух от нагнетателя в том диапазоне скоростей и расходов, которые будут реализовываться при обработке выбросов. Сопротивление конической части ΔP_0 составит:

$$\Delta P_0 = P_{0b} - P_{0e}, \qquad (11.4)$$

где P_{0b}, P_{0e} – давления, замеряемые в холостом режиме, соответственно в точках 7 и 8.

Величина ΔP_0 включает местные сопротивления входящему потоку, создаваемые сеткой и коническим расширением, а также сопротивление трения потока о стенки конуса. Для построения зависимости $\Delta P_0 = f\ (W_0)$ снимают показания P_{0b}, P_{0e} не менее чем при 5 значениях расходов G_{0i}, включая максимальный и минимальный.

11.3.3 Процедура установления параметров фонтанирующего слоя адсорбента в холостом режиме без загрязнителя

По окончании замеров, необходимых для построения зависимости $\Delta P_0 = f\,(W_0)$, насыпают в коническую часть аппарата адсорбент, импрегнированный соответствующим реагентом. Разравнивают поверхность слоя и измеряют его высоту от сетки. После этого проводят испытание в холостом режиме с адсорбентом, с подачей чистого воздуха, для установления параметров режима фонтанирования конкретного адсорбента. Для этого начинают подачу с минимального расхода, наблюдая за положением слоя засыпки в конической части аппарата. В ходе испытаний при помощи коллектора и микроманометра 10 замеряют расходы, а по U-образному манометру 9 – соответствующие им давления до и после слоя. Испытания ведутся до максимального значения расхода. При этом необходимо установить граничные параметры всех характерных режимов фонтанирующего слоя – окончания фильтрации, начала фонтанирования, устойчивого фонтанирования и перехода в пневмотранспорт, вследствие чего приходится выполнять порядка 8…12 замеров.

11.3.4 Процедура отбора проб газа для установления эффективности очистки при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы

После надежного установления границ диапазонов расходов и сопротивления слоя, при которых наблюдается устойчивый режим фонтанирования адсорбента, переходят к обработке отбросных газов. Пробы газа для определения содержания загрязняющих компонентов отбирают при пяти значениях температуры с интервалом 30...40 °С после выхода на устойчивый режим фонтанирования ($W_{Fmin} < W_f < W_{Fmax}$). Отборы проб

осуществляются при помощи шприцев непосредственно из шланга в точке 7, и из контрольного сосуда, подсоединяемого к точке 8 (технику отбора проб для хроматографирования см. в лаб. работе 8). Опыты выполняются при трех различных значениях высоты неподвижного слоя адсорбента.

11.4 Обработка опытных данных по процедуре определения параметров фонтанирования адсорбента

11.4.1 Определение зависимости сопротивления аппарата от скорости потока

Полученное путем замеров по коллектору значение расхода G необходимо привести к нормальным условиям по формуле:

$$G_0 = G\,(P_{bar} + P_b)\cdot 273/[P_0\,(273+t)] \qquad (11.5)$$

По значениям расходов G_0, установленных в холостом режиме без фонтанирующей засыпки, находят скорости отбросных газов во входном сечении W_0:

$$W_0 = G_0\,/(0{,}785D^2). \qquad (11.6)$$

Затем строят график зависимости $\Delta P_0 = f(W_0)$.

11.4.2 Определение сопротивления фонтанирующего слоя

Разность давлений, замеряемых в точках 7 и 8 до и после фонтанирующего слоя, показывает суммарное сопротивление фонтанирующего слоя ΔP_F и конической части аппарата ΔP_0:

$$\Delta P_F + \Delta P_0 = P_e - P_b,\ \text{Па}. \qquad (11.7)$$

Чтобы найти сопротивление самого фонтанирующего слоя ΔP_F, необходимо из графика зависимости $\Delta P_0 = f(W_0)$ в рассчитываемом режиме фонтанирования определить по значению W_0 величину ΔP_0 и вычесть ее из разности давлений $P_e - P_b$, замеренных в точках 7 и 8.

11.4.3 Определение минимальной и максимальной скорости фонтанирования

Для режимов в точках E и F по графику рис. 11.3 определяют W_{Fmin} и W_{Fmax}, разделив соответствующие расходы на площадь входного отверстия:

$$W_{F\,\min\,(\max)} = G_{F\,\min\,(\max)}/(0{,}785D^2). \qquad (11.8)$$

По результатам замеров необходимо построить график зависимости сопротивления слоя от расхода отбросных газов с определением положения характерных точек. Результаты расчетов сводятся в таблицу 11.1.

11.4.4 Определение зависимости степени очистки газов от температуры при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы

Методику определения концентрации загрязняющих компонентов по хроматограмме см. в лаб. работе 8. Степень очистки η определяется:

$$\eta = [(C_b - C_e)/C_e]100\% , \qquad (11.9)$$

где C_b , C_e – начальная и конечная концентрации загрязняющих компонентов, мг/м^3.

По результатам замеров необходимо построить график зависимости степени очистки газов от температуры. Результаты расчетов сводятся в таблицу 11.1.

11.4.5 Сводная информация по процедуре определения параметров фонтанирования адсорбента

Таблица 11.1

Результаты замеров и расчетов параметров узла фонтанирования

Давление потока перед контактным аппаратом P_b, Па	Давление потока в контактном аппарате за фонтанирующим слоем P_e, Па	Давление потока в конической части аппарата при холостом режиме ΔP_0, Па	Сопротивление фонтанирующего слоя ΔP_F, Па	Барометрическое давление P_{bar}, Па	Температура потока t, °С	Скорость потока в холостом режиме без засыпки W_0, м/с	Минимальная скорость устойчивого фонтанирования W_{Fmin}, м/с	Максимальная скорость устойчивого фонтанирования W_{Fmax}, м/с W_{Fmin} и W_{Fmax}	Минимальный расход при устойчивом фонтанировании $G_{F\min}$, м^3/с	Максимальный расход при устойчивом фонтанировании G_{Fmax}, м^3/с	Начальная концентрация загрязняющего компонента C_b, мг/м^3	Конечная концентрация загрязняющего компонента C_e, мг/м^3	Степень очистки η

11.5 Исследование параметров узла конденсации

11.5.1 Особенности процесса выделения конденсирующихся компонентов выбросов в узле конденсации

Если в составе выбросов содержатся загрязнители в виде соединений фосфора, серы или галогенов, то в углеводородном пламени становятся возможными процессы синтеза различных вредных соединений, вплоть до высокотоксичных отравляющих веществ, таких как фосген, иприт, табун, зоман и т.п. Узел конденсации включается в работу при необходимости выделения неорганических соединений из потока газов после контактного аппарата, с целью предотвращения их попадания в зону термоокислительной обработки.

В холодильник узла конденсации поступает смесь неконденсирующихся и конденсирующихся газов (соответственно воздух и загрязняющие его компоненты). По мере конденсации загрязняющих компонентов их концентрация в обрабатываемом воздухе снижается. Следовательно, уменьшается их парциальное давление и требуемый для конденсации температурный уровень процесса. Требуемая конечная температура конденсации зависит от вида конденсирующегося загрязнителя, его начальной и требуемой конечной концентрации, наличия в отбросных газах других соединений, конденсирующихся в этом же температурном интервале, давления в конденсаторе, влажности и давления атмосферного воздуха, многих других факторов. Значение требуемой температуры конденсации с надлежащей точностью может быть установлено только опытным путем.

При проведении учебной лабораторной работы на узле конденсации исследуется зависимость количества конденсата от конечной температуры конденсации водяного пара из воздуха.

11.5.2 Процедура определения параметров обработки отбросных газов в конденсаторе

11.5.2.1 Работа узла конденсации. Процедура замеров в учебной лабораторной работе

Схема обработки отбросных газов в конденсаторе имеется на рис. 11.1. Узел конденсации в данной работе представляет собой стеклянный холодильник 7 с конденсатосборником 8, на входе которого выполняется замер температуры обрабатываемого газа при помощи термопары 3 с потенциометром 4, или используется другой прибор. Холодильник наполняется водопроводной водой, а при необходимости отрицательной температуры – рассолами и/или льдом из морозильного устройства.

В начале и ходе опыта фиксируют влажность, температуру и давление атмосферного воздуха. Затем взвешивают с точностью до 10^{-5} кг массу высушенного надлежащим образом (см. лаб. работу 2) конденсатосборника 8 и присоединяют его к холодильнику 7. После этого задаются технически приемлемым значением конечной влажности воздуха, находят по *Id*-диаграмме температуру точки росы и подготавливают температуру хладагента на 2…3 ºС ниже ее. По прошествии 1…2 минут с подачи хладагента в холодильник подают воздух и начинают отсчет времени. Расход холодильного агента регулируют так, чтобы температура, замеряемая термопарой 3 (или другим используемым прибором), не изменялась в течение всего опыта.

Подачу воздуха завершают, как только в конденсатосборнике накопится влага в количестве, достаточном для проведения корректной процедуры взвешивания. После отсоединения от холодильника конденсатосборник незамедлительно взвешивают.

11.5.2.2 Особенности работы узла конденсации и выполнения замеров при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы

При выполнении исследовательской работы нахождение информации по точке росы удаляемого из отбросного газа компонента может быть проблематичным. Тогда задаются ориентировочным значением требуемой конечной температуры конденсации, определяют концентрацию загрязнителя после холодильника и вносят необходимые коррективы для достижения его требуемой конечной концентрации.

11.5.2.3 Обработка опытных данных по процедуре определения параметров процесса конденсации в учебной лабораторной работе

Определение количества конденсата при проведении учебной лабораторной работы

Полученное из замеров значение расхода G приводится к нормальным условиям по формуле (11.5) (см. раздел 11.4.1) Значение расхода, приведенное к нормальным условиям, и все измеренные в опыте величины – температура t_b, давление P_b, влажность d_b атмосферного воздуха, начальная t_1 и конечная t_2 хладагента, температура t_e и определенная по *I-d* диаграмме влажность d_e воздуха на выходе из холодильника, заносятся в таблицу.

Затем вычисляют количество влаги, сконденсировавшееся за время опыта τ:

$$M_{cl} = G\,\tau\,(d_b - d_e), \qquad (11.10)$$

и сравнивают с количеством конденсата M_r, найденного как разность массы конденсатосборника путем его взвешивания до и после опыта. Затем

определяется погрешность проведенных измерений и анализируются причины ее возникновения.

11.5.2.4 Обработка опытных данных по узлу конденсации при проведении исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работы

При выполнении исследовательской работы строится график зависимости температуры конденсации исследуемого загрязняющего вещества от его требуемой конечной концентрации. При наличии информации по точке росы конденсируемого компонента определяется погрешность проведенных измерений и анализируются причины ее возникновения. При отсутствии информации о точке росы определяется интервал доверительной вероятности полученных данных. Все опытные данные и полученные результаты заносятся в таблицу 11.2.

11.5.2.5 Сводная информация по процедуре определения параметров обработки отбросных газов в конденсаторе

Таблица 11.2

Результаты испытания узла конденсации

№ опыта	Начальное давление атмосферного воздуха P_b, Па	Начальная температура атмосферного воздуха t_b, °С	Начальная влажность атмосферного воздуха d_b, кг/м^3	Начальная температура хладагента t_1, °С	Конечная температура хладагента t_2, °С	Конечная температура воздуха t_e, °С	Конечная влажность воздуха d_e, кг/м^3	Время опыта τ, с	Расход обрабатываемого выброса G, м^3/с	Расчетное количество конденсата M_{cl}, кг	Измеренное количество конденсата M_r, кг

11.6 Исследование параметров узла термообработки (при выполнении учебной лабораторной работы не проводится)

11.6.1Характеристика процессов и конструкции узла термообработки

11.6.1.1 Принципы термообработки

Отбросные газы, направляемые на узел термообработки – в основном это влажный воздух, загрязненный летучими органическими соединениями (ЛОС, VOC, volatile organic compounds) представляющими собой

углеводороды и их кислородпроизводные, которые образовались в результате соответствующих реакций (напр., 11.1, 11.2, 11.3). Концентрация ЛОС, обычно в сотни раз превышая при этом предельно допустимые гигиенические нормы, еще слабо влияет на теплотехнические характеристики процесса горения. При достаточном количестве кислорода подобные выбросы могут быть использованы в качестве воздуха для сжигания топлива с подачей их в воздушный тракт газогорелочного устройства.

Конструкция используемой в работе дутьевой горелки обеспечивает полное предварительное перемешивание топлива с воздухом, что необходимо для доведения величины химического недожога до минимально возможного уровня (соответствующего инжекционным горелкам среднего давления).

11.6.1.2 Режимы работы газогорелочного устройства

Высокое качество сжигания газа с минимальным химическим недожогом может поддерживаться только при работе горелки в расчетных режимах горения. Области параметров, соответствующие проскоку (а), устойчивой работе испытуемой горелки (б) и отрыву (в), представлены на рис. 11.4. Область значений параметров устойчивой работы находится между кривыми проскока 1 и отрыва 2. При снижении скорости выхода газовоздушной смеси до значений, меньших нормальной скорости распространения пламени (кривая 1, рис. 11.4), происходит проскок пламени внутрь горелки. В этом случае резко ухудшается качество смешения газового и воздушного потоков, вследствие чего горелка начинает работать с большим химическим недожогом. Такой режим особенно опасен для горелочных устройств установок термического обезвреживания, т.к. в условиях неполного окисления токсичных компонентов отбросных газов происходит синтез новых, зачастую более токсичных соединений.

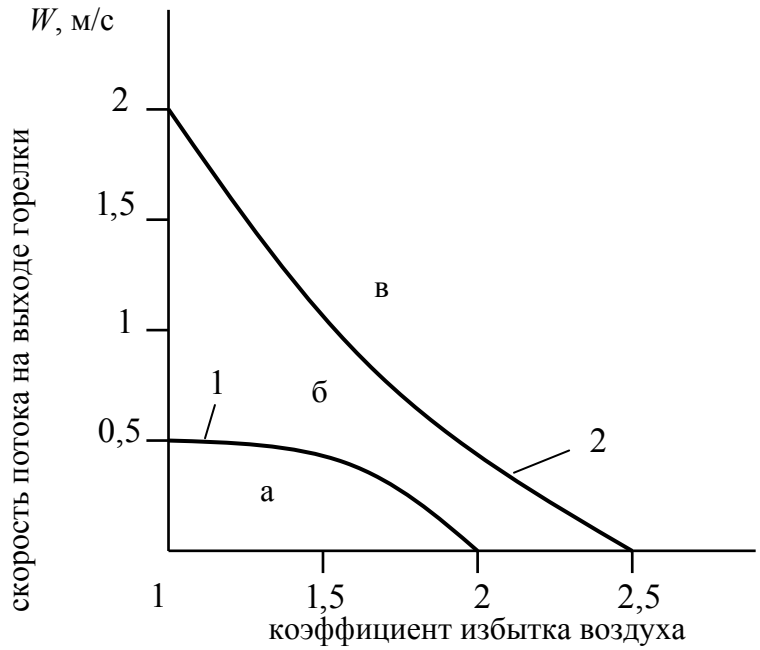


Рис. 11.4. Зоны проскока (а), устойчивого горения (б) и отрыва пламени (в) при работе стендовой горелки

Если скорость выхода газовоздушной смеси становится выше скорости отрыва (кривая 2, рис. 11.4), то происходит отрыв пламени от огневого кратера горелки и его погасание. В этом случае возможен выброс невоспламененной смеси в топку и газоходы установки термического обезвреживания, что приводит к взрывоопасной ситуации. Кроме того, срыв пламени при термическом обезвреживании отбросных газов означает выброс в атмосферу токсичных соединений с концентрациями, превышающими гигиенические нормы на несколько порядков.

При составлении режимных карт горелок, используемых для термического обезвреживания, необходимо определять не только характеристики, соответствующие крайним проявлениям неустойчивости пламени, но и параметры переходных режимов, т.к. некачественное сжигание газа наблюдается уже в самом начале зарождения явлений проскока или отрыва. Начало перехода режима горения к проскоку можно заметить по изменению характера и уровня шума горелки, а начало перехода к отрыву – по изменению формы пламени с появлением небольших по размеру потемневших участков в корне факела вследствие образования мелких очагов отрыва.

11.6.1.3 Стабилизация фронта горения

Устойчивость кинетического фронта пламени обеспечивается только в узких пределах давлений газа и воздуха перед горелочными устройствами. Для расширения диапазона устойчивости в используемой горелке

предусмотрена искусственная стабилизация по отрыву посредством создания кольцевого пилотного пламени у корня факела. Это позволяет расширить диапазон устойчивой работы по отрыву до значений коэффициентов избытка воздуха α = 2,5. Последнее является важным обстоятельством для установок термического обезвреживания, т.к. приводит к экономии топлива и уменьшению образования оксидов азота при горении. Стабилизация по отношению к проскоку в исследуемой конструкции горелки отсутствует.

11.6.2 Процедура определения параметров термообработки отбросных газов

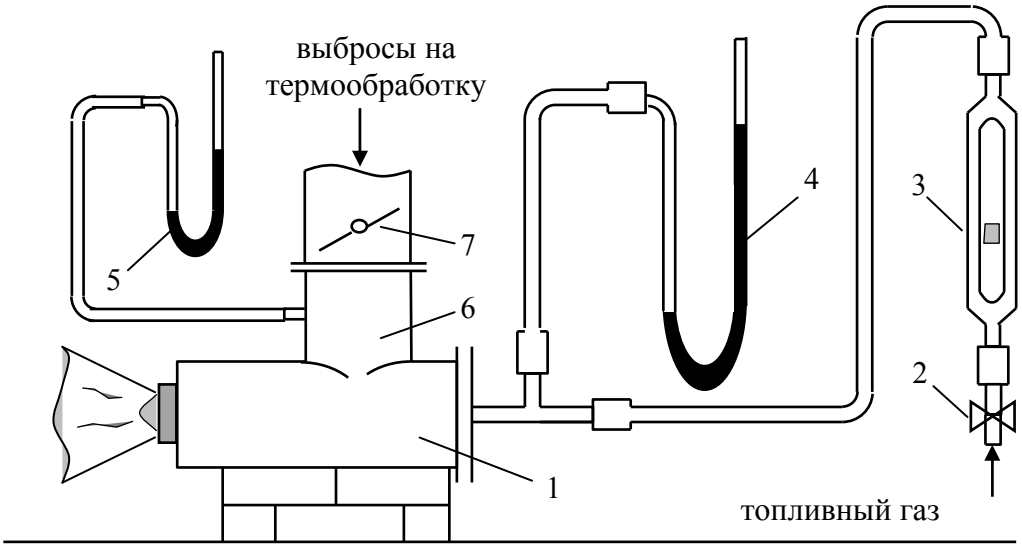


Рис. 11.5. Схема узла термообезвреживания

Схема установки по определению параметров термообезвреживания отбросных газов после второй ступени очистки представлена на рис. 11.5. Лабораторная установка представляет собой горелочное устройство 1, работающее от баллона со сжиженным газом, снабженного стандартным редуктором (на схеме не показаны). Линия подачи газа после редуктора снабжена отключающим устройством – краном 2. Расход сжиженного газа G_{LNG} определяется с помощью ротаметра 3, а его давление P_{LNG} и давление отбросных газов P_a – с помощью U-образных манометров 4, 5.

Отбросные газы, преимущественно освобожденные от галогенов и/или других компонентов неорганического происхождения, подают в воздушный тракт горелки 6, снабженный шибером 7.

Замеры давления газа и воздуха производятся в режимах работы горелки, соответствующих началу отрыва и проскока пламени. Пробы продуктов горения на анализ отбирают при трех режимах в области устойчивой работы горелки, определяемой заранее по соотношениям

давления газа и воздуха. Для отбора из пламенной зоны используется одна из схем, рассмотренных ранее в лабораторной работе 8. В начале и конце каждой серии опытов отбирают пробы сжиженного газа на пикнометр для определения плотности и на хроматограф – для определения процентного содержания компонентов.

11.6.3 Обработка опытных данных по узлу термообезвреживания отбросных газов

Расчеты ведут на средние значения за проведенную серию экспериментов плотности и состава сжиженного газа.

При определении расхода топливного газа по ротаметру G_{sdl} необходимо обращать внимание на то, что его градуировка выполнена в долях от величины максимального расхода. Для определения величины расхода G_{sdl}, м^3/ч, используется градуировочный график, приведенный в паспорте ротаметра. При отличии давления, температуры и плотности газа в рабочих условиях от указанных в паспорте, производится пересчет расхода по формуле:

$$G_0 = G_{sdl}\,[\rho_{sdl}P_{sdl}T/(\rho P T_{sdl})]. \qquad (11.11)$$

Концентрации компонентов продуктов химического недожога C_{CH4}, C_{CO} и C_{H2} определяются из соответствующих хроматограмм. По результатам замеров необходимо построить режимные характеристики горелки в координатах: давление сжиженного газа P_{LNG} – давление отбросных газов P_a, а также определить области проскока, отрыва и устойчивой работы. По величине химического недожога определяется оптимальный режим работы горелки. Результаты расчетов сводятся в таблицу 11.3.

Таблица 11.3

Результаты испытаний горелочного устройства узла термообработки

N опыта	Давление сжиженного газа P_{LNG}, Па изб	Давление сжиженного газа P_{LNG}, Па абс	Давление отбросных газов P_a, Па изб	Плотность сжиженного газа ρ, кг/м^3	Температура сжиженного газа T, K	Расход сжиженного газа при нормальных условиях G_0, м^3/с	Концентрация в продуктах химического недожога метана C_{CH4}, % об.	Концентрация в продуктах химического недожога оксида углерода C_{CO}, % об.	Концентрация в продуктах химического недожога водорода C_{H2}, % об.	Величина химического недожога q_3, % об.

Вопросы для самоконтроля

- Расскажите о назначении элементов схемы обезвреживания отбросных газов.
- Какие параметры характеризуют режим фонтанирования адсорбента?
- Какие параметры характеризуют режим конденсации?
- Какие параметры определяют качество термообезвреживания отбросных газов?
- Расскажите о порядке производства замеров в контактном аппарате и газо-горелочном устройстве.
- Как определяется расход отбросных газов через контактный аппарат и горелочное устройство?
- Как определяют минимальную и максимальную скорости фонтанирования адсорбента?
- Как определяют степень очистки выбросов от загрязняющих компонентов?
- Какие опытные замеры нужно выполнить, чтобы определить величину химического недожога при работе газовой горелки в открытой атмосфере?

12 ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 12. ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМНЫХ ПАРАМЕТРОВ ОБРАБОТКИ ВЫБРОСОВ С ПАРНИКОВЫМИ ГАЗАМИ В АБСОРБЕРЕ

12.1 Общая характеристика системы абсорбционной обработки выбросов с компонентами, оказывающими парниковый эффект

В лабораторной работе исследуются параметры режимов абсорбционной обработки выбросов с компонентами, обладающими парниковым эффектом, такими как диоксид углерода CO_2 и оксид азота (I) N_2O. Использование абсорбции для улавливания CO_2 и N_2O имеет некоторые преференции перед другими парниковыми газами, что проистекает из их лучшей растворимости в воде. Так, из других веществ, включенных в международные документы по снижению выброса парниковых газов, растворимость метана CH_4 и гексафторида серы SF_6 в несколько десятков раз меньше, а гидрофторуглеводороды и перфторуглеводороды практически не растворимы в воде. Очевидно, что к большинству загрязнителей выбросов можно подобрать соответствующие растворители, однако использовать их в качестве абсорбентов для очистных устройств, как правило, технически и экономически затруднительно.

С другой стороны, растворимость CO_2 и N_2O не настолько велика, как у легкорастворимых газов (растворимость аммиака, гидрохлорида в сотни раз выше), чтобы обеспечивать высокую эффективность улавливания при технически и экономически приемлемых параметрах процесса и габаритах

аппаратов. Поэтому в исследовательской (в т.ч. учебно-исследовательской) работе на данной установке предполагается изучение параметров хемосорбционного процесса с определением коэффициента ускорения, который может обеспечить химическая реакция.

Абсорбция без химических реакций (т.е. чисто физическая абсорбция) представляет собой процесс массопереноса между растворяющимся газообразным веществом и конденсированным (как правило, жидким) растворителем. При исследованиях массопереноса различают три стадии этого процесса: массоотдачу из газовой фазы к поверхности раздела фаз, массопередачу через границу раздела фаз и массоотдачу от границы раздела в жидкую фазу. Считается, что основное сопротивление массопереносу хорошо растворимых газов происходит на первой из этих стадий, а плохо растворимых – на последней.

12.2 Факторы, определяющие эффективность обработки выбросов

Интенсивность абсорбции зависит от физико-химических характеристик системы (давления, температуры, состава), от гидродинамических условий в обеих фазах и на границе раздела, а также от множества других факторов. Движущая сила абсорбции определяется разностью между парциальным давлением абсорбируемого компонента в газовой фазе и его равновесным давлением над поверхностью раздела.

Процесс абсорбции реализуется в аппаратах различных конструкций, называемых абсорберами, основное предназначение которых – обеспечить оптимальные условия контакта абсорбируемого газа – абсорбата (называемого также абсорбтивом), с абсорбентом. В производственных условиях используются в основном полые, насадочные или тарельчатые аппараты с прямоточным, перекрестно-точным или противоточным движением абсорбата и абсорбента.

12.3 Работа аппарата абсорбционной очистки с трубой Вентури и завихрителем

В данной работе абсорбционная очистка газов осуществляется в скоростном прямоточном аппарате с низконапорной трубой Вентури и завихрителем. Газовоздушная смесь, попадая в трубу Вентури, разгоняется до 30...50 м/с. Через форсунки, расположенные в горловине трубы радиально к воздушному потоку, впрыскивается абсорбент. При этом в горловине и диффузоре трубы Вентури происходит абсорбция газов. Далее в завихрителе абсорбент с уловленными газами отделяется от очищенного воздуха и удаляется из системы.

Одновременно в трубе Вентури происходит испарение впрыскиваемой воды, т.е. перенос массы в направлении, противоположном переносу при абсорбции улавливаемых газов. Интенсивность массопередачи из жидкой

фазы в газовую зависит от относительной скорости фаз, температуры и влажности воздуха, суммарной поверхности капель и их температуры, конструктивных факторов и т.п. Поэтому конкретные характеристики процессов, протекающих в реальных абсорберах, могут быть установлены только опытным путем.

12.3.1 Замеры, необходимые для определения коэффициента очистки загрязнителя в абсорбере

При исследовании влияния гидродинамических характеристик на интенсивность массопереноса необходимо установить в определенном интервале расходов G газовой и L жидкой фаз сопротивление аппарата ΔP, рассчитать количество испарившейся влаги M_x и интенсивность массопередачи из жидкой в газовую фазу. Для определения эффективности абсорбции загрязнителя в аппарате и коэффициента очистки, необходимо знать интенсивность массопередачи из газовой в жидкую фазу. Для этого требуется замерить начальную и конечную (C^b_y и C^e_y) концентрации загрязнителя (абсорбтива) в обрабатываемом воздухе, а также его концентрацию C_x в сорбенте, что позволит рассчитать количество уловленного абсорбтива M_G и коэффициент очистки загрязнителя в абсорбере η.

12.3.2 Процедура определения параметров абсорбционной обработки отбросных газов

12.3.2.1 Схема испытания абсорбционного аппарата

Исследования проводятся на стенде, представленном на рис. 12.1. Расход воздуха определяют с помощью коллектора 1 и микроманометра 2. Расход абсорбента (воды) контролируется с помощью ротаметра 3 и манометра 4. Подача воды регулируется краном 5, а воздуха – заслонкой 6. После подачи CO_2 и его перемешивания с воздухом в камере 7, газовоздушная смесь поступает в трубу Вентури 8, где происходит абсорбция CO_2 водой. В сепараторе абсорбера 9 вода, насыщенная CO_2, отделяется от очищенного воздуха и удаляется через слив 10.

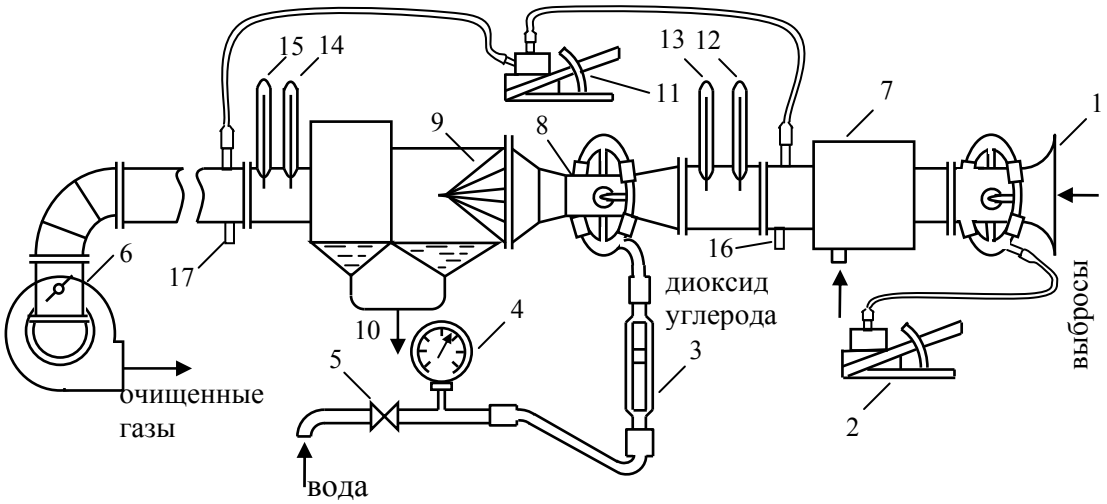


Рис. 12.1. Стенд для испытания абсорбера

12.3.2.2 Порядок определения параметров абсорбционной установки

Характеристики работы абсорбера определяются следующим образом. Гидравлическое сопротивление абсорбера находят по перепаду статического давления до и после аппарата по показаниям микроманометра 11. Влагосодержание определяют психрометрическим способом, для чего замеряют температуры DBT_b, DBT_e сухого и WBT_b, WBT_e мокрого термометров до и после абсорбера в точках 12, 13, 14, 15. Затем по ним находят значения начального d_b и конечного d_e влагосодержания.

Пробы для замеров концентраций CO_2 и N_2O в обрабатываемом воздухе до и после очистки отбираются одновременно через штуцеры 16 и 17. При определении количества CO_2 и N_2O, поглощенных водой, замеряют концентрацию CO_2 в воде C_x, отбирая через штуцер 10 стеклянным шприцем 150 мл абсорбента. Методику отбора проб и анализов см. в лаб. работе 8. Расчет концентраций удобно проводить в табличной форме (табл. 12.1). Вследствие близких значений растворимости N_2O в расчетах принимается, что его концентрация и эффективность поглощения в абсорбенте такая же, как и CO_2.

12.3.2.3 Оценка достоверности определения концентраций парниковых газов

Достоверность определения начальной C^b_y и конечной C^e_y концентраций диоксида углерода в воздухе проверяется из условия соблюдения материального баланса:

$$L\,C_x = G\,(C^b_y - C^e_y), \qquad (12.1)$$

где C_x – концентрация CO_2 или N_2O в абсорбенте, мг/л.

При расхождении материального баланса более чем на 30% опыты необходимо повторить. При удовлетворительном соблюдении баланса определяют количество уловленного CO_2 или N_2O:

$$M_y = L\ C_x = G\ (C^b_y - C^e_y\ ). \qquad (12.2)$$

Таблица 12.1

Расчет концентраций загрязнителя в обрабатываемом воздухе и в абсорбенте

№ опыта	Концентрация диоксида углерода CO_2						
	в воздухе				в абсорбенте		
	объем пробы для хроматографии, мл	содержание кислорода O_2, %об.	C^b_y		кратность разбавления S	в разбавленном растворе C_x/S, мг/л	окончательная C_x, мг/л
			%об.	мг/м^3			

12.3.3 Обработка экспериментальных данных

12.3.3.1 Расчеты массопереноса из жидкой фазы в газовую

Количество испарившейся влаги определяется по формуле:

$$M_x = G\ (d_e - d_b)/\ 1000, \text{ кг/с}. \qquad (12.3)$$

Расход воды на орошение определяют по тарировочному графику ротаметра. Опытные данные и результаты расчетов по массопереносу из жидкой фазы в газовую сводят в таблицу (табл. 12.2).

Таблица 12.2

Характеристики потока массы из жидкой фазы

№ режима	Барометрическое давление воздуха P_{bar}, Па	Динамическое давление воздуха на коллекторе P_d, Па	Расход воздуха G, кг/с	Расход воды на орошение L, кг/с	Аэродинамическое сопротивление аппарата ΔP, Па	Температура термометра, °С				Влагосодержание, г/кг		Количество испарившейся влаги M_x, кг/с
						сухого		мокрого				
						начальная DBT_b	конечная DBT_e	начальная WBT_b	конечная WBT_e	начальное, d_b	конечное, d_e	

По результатам эксперимента необходимо построить графики зависимостей аэродинамического сопротивления аппарата ΔP, Па и количества испарившейся влаги M_x, кг/с, от расхода L, кг/с и относительного расхода L/G воды.

12.3.3.2 Расчеты массопереноса из газовой фазы в жидкую

Степень очистки воздуха в абсорбере определяется по формуле:

$$\eta = 100\% \cdot (C^b_y - C^e_y)/ C^b_y. \qquad (12.4)$$

Степень очистки может быть также определена расчетным путем, если известны коэффициент массообмена или число единиц переноса а абсорбционном аппарате. Коэффициент очистки в испытуемом абсорбере можно ориентировочно подсчитать по его расходным характеристикам:

$$\eta =[L/(L - G\cdot p_b\Psi)]\,[1 - \exp(L\text{-}G)_{red}]\ , \qquad (12.5)$$

где $(L\text{-}G)_{red} = G(G\cdot p_b\Psi - L)/(10L^2)$ – приведенная разность расходов абсорбтива и абсорбента при прямотоке; p_b, кПа абс. – начальное парциальное давление концентрация CO_2 в воздухе, поступающем в абсорбер; Ψ, кПа$^{-1}$ – коэффициент Генри, или константа фазового равновесия, которая в зависимости от температуры определяется по графику рис. 12.2, или по таблице 12.3.

Начальное парциальное давление p_b определяется по концентрации CO_2 $C^b_{y,}$, % об., в воздухе, поступающем в абсорбер, и его абсолютному давлению P_b, кПа абс., в камере 7:

$$p_b = C^b_{y,}\cdot P_b. \qquad (12.6)$$

Значение P_b принимается равным абсолютному статическому давлению воздуха в коллекторе 1, с учетом барометрического давления воздуха P_{bar}, кПа, и разрежения P_d, кПа, замеряемого микроманометром 2:

$$P_b = P_{bar} - P_d. \qquad (12.7)$$

Таблица 12.3

Коэффициент Генри для водных растворов CO_2

t, ^oC	0	5	10	15	20	25	30	40	60
$10^{-5}(\Psi_{CO2})^{-1}$, кПа	0,743	0,901	1,056	1,240	1,450	1,653	1,880	2,359	3,452

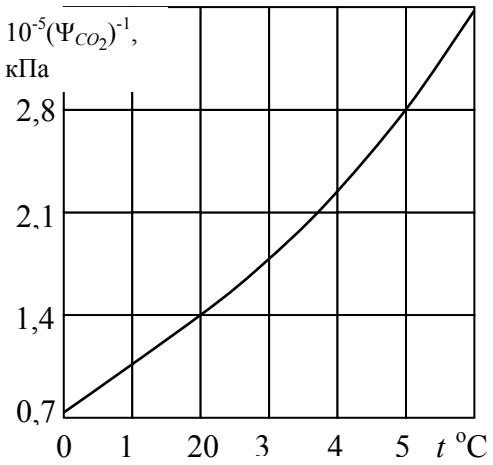


Рис. 12.2. Зависимость константы фазового равновесия раствора свободного диоксида углерода в воде от температуры

Опытные и расчетные характеристики массопереноса из газовой фазы в жидкую сводятся в таблицу (табл. 12.4).

Таблица 12.4

Результаты определения характеристик массопереноса загрязнителя в жидкую фазу

№ режима	Скорость газовой фазы в трубе Вентури W_v, м/с	Расход газовой фазы G, кг/с	Расход абсорбента L, кг/с	Гидравлическое сопротивление ΔP, Па	Концентрация диоксида углерода в обрабатываемом воздухе, мг/м^3		Количество улавливаемого газа M_v, мг/с	Степень очистки воздуха в абсорбере η, %
					начальная C^b_v	конечная C^e_v		

Вопросы для самоконтроля

- Назовите различия между процессами абсорбции и адсорбции?
- От каких факторов зависит интенсивность процесса абсорбции?
- Расскажите об устройстве испытуемого абсорбционного аппарата.
- Какие процессы массопереноса происходят в абсорбере?
- Какие параметры необходимо определять при испытаниях абсорбера?
- Какие приборы используются для замеров параметров работы абсорбера?
- Как проверить правильность определения концентраций загрязнителя до и после абсорбера?
- Как определяется степень очистки воздуха в абсорбере?

Список литературы

1. ГОСТ Р 53434-2009. Принципы надлежащей лабораторной практики. – Введ. 2009–12–02. – М.: Стандартинформ, 2010.
2. Посохин В.Н., Зиганшин М.Г. Лабораторный практикум по процессам и аппаратам газоочистки. Казань: Каз. гос. архит.- строит. академия, 1995. 63 с.
3. Зиганшин М.Г. Теоретические основы пылегазоочистки: Учебное пособие Казань: Изд-во КГАСУ, 2005. 262 с.
4. Зиганшин М.Г., Колесник А.А., Посохин В.Н. Проектирование аппаратов пылегазоочистки - М.: "Экопресс - ЗМ", 1998. 505 с.
5. ГОСТ Р ИСО 9096-2006. Выбросы стационарных источников. Определение массовой концентрации твердых частиц ручным гравиметрическим методом. – Введ. 2007-04-01. – М.: Стандартинформ, 2010.
6. ГОСТ 17.2.1.01-76. Охрана природы. Атмосфера. Классификация выбросов по составу. – Введ. 1977–01–01. – Изм. 1. от 01.01.1981.
7. Коузов П. А., Скрябина Л. Я. Методы определения физико-химических свойств промышленных пылей. – Л.: Химия, 1983. 143 с.
8. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 - ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.
9. ISO 565:1990. Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий. Опубл. 1990–07–01.
10. ГОСТ Р 51568-99 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия. Введ. 1999–12-22. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2000.
11. ГОСТ 23905-79 Каолин обогащенный. Метод определения дисперсного состава. Введ. 1999–11–23. – Изм. №1 от 1991-07-01. – М.: Издательство стандартов, 1980.
12. ГОСТ 19283-93. Микротальк. Методы определения дисперсионного состава. Введ. 1995–01–01. – Минск: Издательство стандартов, 1995.
13. ГОСТ 22662-77 Порошки металлические. Введ. 1979–01–01. – Изм. 1, 2. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2001.
14. Verification of Personal Cascade Impactor Samplers (PCISs) for Measuring Ambient Particulate Matter (PM). Environmental Technology Verification Program. Advanced Monitoring Systems Center. January 11, 2006. U.S. Environmental Protection Agency. URL: http://www.epa.gov/etv/pubs/600etv06019.pdf (дата обращения 06.09.2012).
15. ГОСТ Р ИСО 14644-3-2007. Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 3. Методы испытаний. Введ. 2007–12–27. – М.: Стандартинформ, 2008.

16. Стефаненко В.Т. Об измерениях дисперсного состава промышленных пылей. (ООО Научно-техническое предприятие «Индустриальная экология», ЗАО Научно-производственное объединение "Восточный научно-исследовательский углехимический институт"). В сб. докладов IV Международной конференции «Пылегазоочистка-2011», проведенной ООО «ИНТЕХЭКО» (www.intecheco.ru) в ГК Измайлово, г. Москва, 27-28 сентября 2011 г., с.121-125. URL: http://0.vokruginfo.ru/pdf/news/intecheco2011ecolog_reports.pdf (дата обращения 06.09.2012).
17. Защита атмосферы от промышленных загрязнений: справ.: В 2-х ч. / Под ред. С.Калверта, Г.М.Инглунда. – М. : Металлургия, 1988. Ч.2 : /С.Гринфилд и др.; Пер.с англ. Л.И. Анисимовой и др. – 710 с.
18. EPA Report EPA-600/2-777-004. Jan. 1977
19. РД 34.35.513 Типовая инструкция по эксплуатации каскадного импактора для измерения дисперсного состава летучей золы в дымовых газах ТЭС. – М.: СПО Союзтехэнерго, 1985.
20. НАОП 1.8.10-4.02-82. Типовое положение промышленно-санитарной лаборатории. Харьковский проектно-конструкторский и технологический институт пищевой промышленности ХПКТИпищепром Министерства пищевой промышленности СССР. – Минпродпром СССР, 1982.
21. ГОСТ ИСО 14644-1-2002. Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Введ. 2004–04–01. – М.: Стандартинформ, 2006.
22. ГОСТ Р 51462-99. Продукты молочные сухие. Метод определения насыпной плотности; ГОСТ 10689-75 Сода кальцинированная техническая из нефелинового сырья. Технические условия; ГОСТ 25699.14-93 Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический (гранулированный). Определение насыпной плотности; ГОСТ10832-2009. Песок и щебень перлитовые вспученные. Технические условия; ГОСТ 25984.5-83 Асбест хризотиловый. Метод определения насыпной плотности.
23. ГОСТ 19440-94. Порошки металлические. Определение насыпной плотности. Часть 1. Метод с использованием воронки. Часть 2. Метод волюмометра Скотта. Введ. 1997–01-01. – Минск: ИПК Издательство стандартов, 1996.
24. ГОСТ Р 51761-2005. Пропанты алюмосиликатные. Технические условия. Введ. 2005–12–25. – М.: Стандартинформ, 2006.
25. СО 34.02.320-2003. Методические указания «Организация контроля газового состава продуктов сгорания стационарных паровых и водогрейных котлов». Введ. 2003–09–01. – М.: СПО ОРГРЭС, 2003.

26. ГОСТ Р ИСО 6142-2008. Анализ газов. Приготовление градуировочных газовых смесей. Гравиметрический метод. Введ. 2009–09–01. – М.: Стандартинформ, 2009.
27. Перечень методик выполнения измерений концентраций загрязняющих веществ в выбросах промышленных предприятий, допущенных к применению в 2012 году. ОАО “НИИ АТМОСФЕРА”. – СПб.: – 2012. URL: http://www.nii-atmosphere.ru/files/per_method.pdf (дата обращения: 06.09.2012).
28. Белякова Т. Н. Методическая разработка урока производственного обучения "Фотоэлектрический колориметр КФК-2. Определение оптических плотностей растворов" Статьи Фестиваля «Открытый урок». [эл. ресурс] URL: http://festival.1september.ru/articles/565866/ (дата обращения: 06.09.2012).
29. ГОСТ Р ИСО 16200-1-2007 Качество воздуха рабочей зоны. Отбор проб летучих органических соединений с последующей десорбцией растворителем и газохроматографическим анализом. Часть 1. Отбор проб методом прокачки. Введ. 2008–06–01. – М.: Стандартинформ, 2007.
30. ГОСТ 12.3.018-79 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Методы аэродинамических испытаний. Введ. 1981–01–01.
31. Panasonic Develops Highly Efficient Artificial Photosynthesis System Generating Organic Materials from Carbon Dioxide and Water URL: http://panasonic.co.jp/corp/news/official.data/data.dir/2012/07/en120730-5/en120730-5.html (дата обращения 06.09.2012); IPS-19 "The 19th International Conference on Photochemical Conversion and Storage of Solar Energy". Plenary 18, Kazuhito Hashimoto, Applications of Photocatalysis. Pasadena, California. 29 July to 3 August 2012. URL: http://www.ips19.com/at-a-glance.html (дата обращения: 06.09.2012).