

---

**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды  
(Росгидромет)**

---

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**

**РД  
52.04.921-  
2022**

---

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ КАМЕННОУГОЛЬНОЙ ПЫЛИ  
В ПРОБАХ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА**

**Методика измерений фотометрическим методом**

Санкт-Петербург

2022

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Главная геофизическая обсерватория им. А.И. Воейкова» (ФГБУ «ГГО»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ А.В. Степаков (руководитель разработки),  
А.А. Успенский (ответственный исполнитель)

3 СОГЛАСОВАН:

- с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 25.08.2022;

- с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 15.09.2022

4 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 04.10.2022 № 509

5 АТТЕСТОВАНА ФГУП «ВНИИМС». Свидетельство об аттестации методики измерений № 205-03/RA.RU.311787/2021 от 29 марта 2021

Регистрационный код по Федеральному реестру  
ФР.1.31.2021.39988

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации Росгидромета ФГБУ «НПО «Тайфун» 30.09.2022 за номером РД 52.05.921-2022

ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА  
РД 52.05.921-2022

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2032 ГОД.

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 7 ЛЕТ

## Содержание

1	Область применения.....	1
2	Нормативные ссылки.....	1
3	Термины и определения.....	3
4	Требования к показателям точности измерений.....	4
5	Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам.....	5
	5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства.....	5
	5.2 Материалы, реактивы.....	7
6	Метод измерений.....	8
7	Требования безопасности, охраны окружающей среды.....	8
8	Требования к квалификации операторов.....	9
9	Требования к условиям измерений.....	9
10	Отбор проб.....	10
11	Подготовка к выполнению измерений.....	11
	11.1 Приготовление рабочего экстракта.....	11
	11.2 Приготовление раствора для разбавления.....	12
	11.3 Приготовление градуировочных растворов.....	13
	11.4 Установление градуировочной характеристики.....	14
	11.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики.....	15
12	Порядок выполнения измерений.....	16
13	Обработка результатов измерений.....	18
14	Оформление результатов измерений.....	19
15	Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории.....	19

**РД 52.04.921-2022**

15.1 Контроль качества результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности.....	19
15.2 Контроль стабильности результатов измерений.....	20
Библиография.....	21

## РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

---

### МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ КАМЕННОУГОЛЬНОЙ ПЫЛИ В ПРОБАХ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

#### Методика измерений фотометрическим методом

---

---

Дата введения – 2023-01-09

### 1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации каменноугольной пыли в атмосферном воздухе фотометрическим методом в диапазоне от 0,2 до 20 мг/м<sup>3</sup> при объеме пробы воздуха 2100 дм<sup>3</sup>.

Настоящий руководящий документ предназначен для выполнения измерений в процессе мониторинга загрязнения атмосферного воздуха.

### 2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.0.004-2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.051-80 Система стандартов безопасности труда. Оборудование технологическое ультразвуковое. Требования безопасности

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 6259-75 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 13004-77 Жидкости полиэтилсилоксановые. Технические условия

ГОСТ 20903-75 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования

ГОСТ 21241-89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия  
СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания

Примечание – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных документов:

- стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год;
- по информационному указателю «Руководящие документы, рекомендации и правила», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года;
- санитарно-эпидемиологических правил и нормативов – на официальном интернет-портале правовой информации.

Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться заменённым (изменённым) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### **3 Термины и определения**

В настоящем руководящем документе применены следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 разовая концентрация:** Концентрация примеси в атмосфере, определяемая по пробе, отобранной за 20 или 30 минут.

**3.2 среднесуточная концентрация:** Среднее арифметическое значение разовых концентраций, полученных через равные промежутки времени, включая обязательные интервалы 1, 7, 13, 19 ч, а также значение концентрации, полученное по данным непрерывной регистрации в течение суток.

**3.3 каменноугольная пыль:** Форма летучей пыли, мелкодисперсная порошкообразная форма угля, которая образуется в результате дробления, измельчения или распыления угля. Вследствие хрупкости угля пыль может образовываться в процессе добычи, транспортировки, складирования или механической обработки каменного угля.

## **4 Требования к показателям точности измерений**

4.1 Нормативные требования к методам определения загрязняющих веществ в атмосферном воздухе установлены в ГОСТ 17.2.4.02. Погрешность метода в соответствии с ГОСТ 17.2.4.02 не должна превышать 25 % во всем диапазоне измеряемых концентраций и обеспечивать измерение с указанной погрешностью концентрации загрязняющего вещества в пределах величин от 0,8 до 10 ПДК.

4.2 Настоящая методика измерений используется для получения информации о разовых концентрациях каменноугольной пыли.

В соответствии с СанПиН 1.2.3685 ПДК<sub>м.р</sub> и ПДК<sub>с.с</sub> каменноугольной пыли в атмосферном воздухе 0,3 и 0,1 мг/м<sup>3</sup>, соответственно.

4.3 При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой

измерений значения погрешности (и её составляющих) результатов измерений не превышают значений, приведенных в таблице 1.

**П р и м е ч а н и е** - В случае невозможности получения информации о разовых концентрациях, следует проводить сбор данных о среднесуточных концентрациях каменноугольной пыли.

Таблица 1 - Показатели точности методики (границы относительной погрешности, относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности, предел промежуточной прецизионности)

Диапазон измерений массовой концентрации каменноугольной пыли, мг/м <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$ , % при $P = 0,95$	Показатель промежуточной прецизионности (относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности) $\sigma_{(T,O)}$ , %	Предел промежуточной прецизионности ( $m = 2, P = 0,95$ ), $R_{(T,O)}$ , %
От 0,2 до 20 включ.	25	12	33

## 5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам

### 5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

5.1.1 Спектрофотометр Unico 1200 по [1], пределы допускаемой погрешности по коэффициенту пропускания  $\pm 1$  % при длине волны 520 нм.

5.1.2 Аспиратор воздуха автоматический ПА-300М-2 по [2] с пределами допускаемой основной относительной погрешности приборов с датчиками расхода  $\pm 5$  % с расходом от 60 до 100 дм<sup>3</sup>/мин (далее – аспиратор).

5.1.3 Счетчик газа диафрагменный типа ВК–G 4 с пределами допускаемой относительной погрешности  $\pm 3$  % по [3].

5.1.4 Секундомер механический СОП<sub>пр</sub>-2а-3-000 по [4].

5.1.5 Дозаторы пипеточные одноканальные, номинальные значения дозируемого объема 0,001 - 0,01 дм<sup>3</sup> – 1 шт., 0,0005 - 0,005 дм<sup>3</sup> – 1 шт., пределы допускаемой относительной погрешности дозирования  $\pm 1$  %, 0,0001 - 0,001 дм<sup>3</sup> – 1 шт., 0,00001 - 0,0001 дм<sup>3</sup> – 1 шт., пределы допускаемой относительной погрешности дозирования  $\pm 0,5$  %.

5.1.6 Пробирки круглодонные по ГОСТ 25336, вместимостью 10 см<sup>3</sup>, из химически стойкого стекла типа ХС – 15 шт.

5.1.7 Пробирки исполнения 2 с притертой пробкой по ГОСТ 1770, вместимостью 10 см<sup>3</sup>, из химически стойкого стекла типа ХС – 15 шт.

5.1.8 Пробирки стеклянные, круглодонные, термостойкие, снабженные пробкой или винтовой крышкой, с возможностью центрифугирования, вместимостью не менее 10 см<sup>3</sup> – 20 шт.

Примечание - Наилучшими характеристиками обладают пробирки из боросиликатного стекла.

5.1.9 Колба плоскодонная исполнения 1 с притертой пробкой по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см<sup>3</sup> – 5 шт.

5.1.10 Ультразвуковая ванна с частотой ультразвука не менее 35 кГц по ГОСТ 12.2.051, объём ванны – не менее 2 дм<sup>3</sup>, с цифровым таймером и встроенным термостатом.

Примечание - Встроенный термостат должен обеспечивать нагрев до 70 °С.

5.1.11 Центрифуга лабораторная с максимальной скоростью вращения не менее 4000 об/мин.

5.1.12 Мешалка магнитная с подогревом Heidolph MR Hei-Tec, с внешним температурным датчиком.

5.1.13 Магнитные перемешивающие элементы в тефлоновой оболочке, длина 10 и 30 мм.

5.1.14 Магнит для извлечения перемешивающих элементов.

5.1.15 Открытый фильтродержатель с рабочей поверхностью 10 см<sup>2</sup> по [5].

5.1.16 Баня масляная стеклянная или алюминиевая.

5.1.17 Ступка и пестик фарфоровые лабораторные по ГОСТ 9147.

5.1.18 Пинцет по ГОСТ 21241.

5.1.19 Кюветы с толщиной слоя 10 мм для спектрофотометра по ГОСТ 20903.

5.1.20 Полиэтиленовые пакеты с застежкой Zip-Lock.

5.1.21 Шкаф сушильный.

5.1.22 Промывалка лабораторная полиэтиленовая.

5.1.23 Фильтровальная бумага.

5.1.24 Допускается применение других средств измерений и вспомогательных устройств с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных в 5.1.

## **5.2 Материалы, реактивы**

5.2.1 Фильтры типа АФА-ХП-10 или АФА-ВП-10 по [6].

5.2.2 Диметилсульфоксид по [7], квалификация х.ч. (далее - ДМСО)

5.2.3 орто-ксилол по [8], квалификация ч.д.а.

5.2.4 Полиэтилсилоксановая жидкость ПЭС-5 (теплоноситель) по ГОСТ 13004.

5.2.5 Глицерин по ГОСТ 6259.

5.2.6 Ацетон по ГОСТ 2603.

5.2.7 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

5.2.8 Допускается применение реактивов и материалов с характеристиками не ниже указанных в 5.2.

**П р и м е ч а н и е** - Полиэтилсилоксановая жидкость и глицерин используются как наполнители для лабораторной бани.

## **6 Метод измерений**

6.1 Измерения массовой концентрации каменноугольной пыли выполняют фотометрическим методом. Частицы каменноугольной пыли улавливают с помощью аспиратора на перхлорвиниловый фильтр АФА-ХП-10 (или АФА-ВП-10), затем фильтр растворяют в смеси ДМСО/орто-ксилол (2:1 по объёму), последовательно нагревают полученную смесь в конвекционных условиях и в условиях ультразвукового диспергирования и проводят определение массы пыли каменного угля фотометрическим методом по интенсивности окраски образовавшегося раствора, обусловленной экстрагируемыми из каменноугольной пыли окрашенными компонентами (битумными соединениями и др.).

6.2 Массовую концентрацию каменноугольной пыли определяют с использованием установленной градуировочной характеристики.

## **7 Требования безопасности, охраны окружающей среды**

7.1 Помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

7.2 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005 или иных нормативных документах Роспотребнадзора, содержащих гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

7.3 Требования безопасности при работе с химическими реактивами должны выполняться в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

7.4 Требования безопасности при работе с электроустановками соблюдают в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

7.5 Помещение должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и обеспечено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7.6 Организацию обучения работников безопасности труда следует осуществлять по ГОСТ 12.0.004.

## **8 Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и освоившие методику измерений.

## **9 Требования к условиям измерений**

9.1 При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С .....от 15 до 30;
- атмосферное давление, мм рт.ст.....от 630 до 800;

- относительная влажность воздуха при 25 °С, %, не более.....80.

9.2 Отбор проб анализируемого воздуха осуществляют при следующих параметрах в помещении поста наблюдения:

- температура окружающего воздуха, °С.....от 5 до 40;

- атмосферное давление, мм рт.ст.....от 630 до 800;

- относительная влажность воздуха, %, не более.....90.

9.3 Отбор проб в полевых условиях возможен при температуре воздуха от минус 40 °С до +40 °С.

9.4 Электропитание при выполнении измерений в лаборатории и проведении отбора проб – напряжение (220±15) В, частота переменного тока в сети (50±5) Гц.

**П р и м е ч а н и е** - Напряжение в сети и частота переменного тока регламентируются местным поставщиком электроэнергии.

## **10 Отбор проб**

10.1 Подготавливают к работе автоматический аспиратор воздуха: устанавливают значение расхода воздуха по газовому счетчику 70 дм<sup>3</sup>/мин.

10.2 Для определения разовой концентрации каменноугольной пыли исследуемый воздух аспирируют через фильтр АФА-ХП-10 (или АФА-ВП-10), закрепленный в открытом фильтродержателе с расходом 70 дм<sup>3</sup>/мин в течение 30 мин. Отбор проб проводят с наветренной стороны на высоте 1,5 м от поверхности земли. После завершения отбора фильтр извлекают из фильтродержателя, складывают запыленной стороной внутрь, помещают в полиэтиленовый пакет и доставляют в лабораторию для проведения анализа. В закрытом

полиэтиленовом пакете, в темном месте срок хранения фильтров с отобранной пробой атмосферного аэрозоля неограничен.

10.3 При низких разовых концентрациях каменноугольной пыли в атмосферном воздухе следует провести определение среднесуточных концентраций путем непрерывного суточного (24 ч) отбора, или дискретного отбора не менее четырех (оптимально не менее десяти) разовых проб на один фильтр в течение суток.

## **11 Подготовка к выполнению измерений**

### **11.1 Приготовление рабочего экстракта**

Для приготовления рабочего экстракта в плоскодонную колбу со шлифом и пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 48 мг мелкодисперсного каменного угля, добавляют 48 см<sup>3</sup> смеси ДМСО/ортоксилол (2:1 по объему) и 8 фильтров АФА-ХП-10 (или АФА-ВП-10). После растворения материала фильтров в плоскодонную колбу помещают магнитный перемешивающий элемент в тефлоновой оболочке (длина 30 мм), обеспечивающий эффективное перемешивание, колбу закрывают пробкой и смесь помещают в масляную баню, заполненную полиэтилсилоксановой жидкостью ПЭС-5 (или глицерином), установленную на магнитной мешалке, и предварительно нагретую до 100 °С. Содержимое колбы перемешивают при данной температуре в течение 60 мин. Затем колбу извлекают из масляной бани, закрепляют над баней в штативе и дают маслу стечь с поверхности колбы, после чего тщательно протирают. Из колбы с помощью магнита извлекают перемешивающий элемент.

Далее колбу с содержимым помещают в ультразвуковую ванну, наполненную дистиллированной водой и предварительно нагретую до 60–70 °С. Пробу подвергают ультразвуковому диспергированию при данной температуре в течение 60 мин, извлекают из ультразвуковой ванны и охлаждают до комнатной температуры. Содержимое колбы переносят в стеклянные пробирки вместимостью 10 см<sup>3</sup> (по 5.1.8) и подвергают центрифугированию со скоростью 5000 об/мин (или выше) в течение 20 мин. Затем осторожно, чтобы не захватить осадок, содержимое всех пробирок переносят в одну чистую колбу с помощью дозатора. Данным способом получают рабочий экстракт, соответствующий массовой концентрации каменноугольной пыли 1 мг/см<sup>3</sup>. При хранении в темном месте при комнатной температуре экстракт устойчив в течение одного месяца.

### **11.2 Приготовление раствора для разбавления**

Для приготовления раствора для разбавления в плоскодонную колбу со шлифом и пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup> добавляют 48 см<sup>3</sup> смеси ДМСО/орто-ксилол (2:1 по объему) и 8 фильтров АФА-ХП-10 (или АФА-ВП-10). После растворения материала фильтров в плоскодонную колбу помещают магнитный перемешивающий элемент в тефлоновой оболочке (длина 30 мм) и смесь помещают в масляную баню, заполненную полиэтилсилоксановой жидкостью ПЭС-5 (или глицерином), установленную на магнитной мешалке, и предварительно нагретую до 100 °С. Содержимое колбы перемешивают при данной температуре в течение 60 мин. Затем колбу извлекают из масляной бани, закрепляют над баней в штативе и дают маслу стечь с поверхности колбы, после чего тщательно протирают.

Из колбы с помощью магнита извлекают перемешивающий элемент. Далее колбу с содержимым помещают в ультразвуковую ванну, наполненную дистиллированной водой и предварительно нагретую до 60–70 °С. Смесь подвергают ультразвуковой обработке при данной температуре в течение 60 мин, затем извлекают из ультразвуковой бани и охлаждают до комнатной температуры. При хранении в темном месте при комнатной температуре раствор устойчив в течение одного месяца.

#### Примечания

1 В связи с тем, что состав каменноугольной пыли, поступающей в атмосферный воздух, является не постоянным, и меняется в зависимости от месторождений каменного угля, районов складирования, погрузочных и разгрузочных пунктов, рекомендуется для приготовления рабочего экстракта использовать материал, предоставленный местными организациями, связанными с добычей, хранением, транспортировкой и разгрузкой/погрузкой угля. Предоставленный материал перед использованием необходимо тщательно измельчить с помощью ступки и пестика.

2 Колбу погружают в масляную баню таким образом, чтобы уровень масла в бане превышал на 1–2 мм уровень содержимого колбы.

### 11.3 Приготовление градуировочных растворов

Растворы для установления градуировочной характеристики готовят из рабочего экстракта с массовой концентрацией каменноугольной пыли 1 мг/см<sup>3</sup> в пробирках с притертой пробкой вместимостью 10 см<sup>3</sup> (по 5.1.7). В каждую пробирку вносят рабочий экстракт и раствор для разбавления в объемах, указанных в таблице 2, и тщательно перемешивают.

Таблица 2 – Контрольные растворы для установления градуировочной характеристики

Номер раствора	Объем рабочего экстракта, см <sup>3</sup>	Объем раствора для разбавления, см <sup>3</sup>	Соответствует массе каменного угля в 6 см <sup>3</sup> градуировочного раствора, мкг
1	0,2	5,8	200
2	0,6	5,4	600
3	1,0	5,0	1000
4	1,4	4,6	1400
5	1,8	4,2	1800
6	2,2	3,8	2200
7	2,6	3,4	2600
8	3,0	3,0	3000
9	3,4	2,6	3400
10	3,8	2,2	3800
11	4,2	1,8	4200
12	4,6	1,4	4600
13	5,0	1,0	5000

Оптическую плотность полученных растворов и холостой пробы (раствор для разбавления, 11.2) измеряют в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 520 нм, в качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

#### 11.4 Установление градуировочной характеристики

11.4.1 Градуировочную характеристику устанавливают не реже 1 раза в 3 мес. Для установления градуировочной характеристики

в координатах оптическая плотность – масса каменного угля в 6 см<sup>3</sup> суспензии готовят градуировочные растворы в соответствии с 11.3. Выполняют два параллельных измерения каждого раствора. Из каждого значения оптической плотности измеряемого раствора вычитают значение оптической плотности холостой пробы.

11.4.2 Коэффициент корреляции градуировочной характеристики должен быть не менее 0,98.

### 11.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

11.5.1 Для контроля стабильности градуировочной характеристики используют контрольные растворы. Контрольными растворами являются градуировочные растворы № 3, № 6 и № 9 (см. таблицу 2), которые анализируют в соответствии с 11.3. Градуировочную характеристику считают стабильной, если значения, рассчитанные по формуле (1), не превышают 24 %

$$\frac{|m_i^* - m_i| \cdot 100}{m_i} \leq 24, \quad 1)$$

где  $m_i^*$  – значение массы каменного угля в 6 см<sup>3</sup>  $i$ -го градуировочного раствора, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

$m_i$  – значение массы каменного угля в 6 см<sup>3</sup>  $i$ -го градуировочного раствора, рассчитанное при его приготовлении (см таблицу 2), мкг.

11.5.2 Если условие стабильности не выполняется только для одного контрольного раствора, то проводят повторное измерение этого раствора с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики её необходимо установить заново.

## 12 Порядок выполнения измерений

12.1 Фильтр АФА-ХП-10 (или АФА-ВП-10) с отобранной пробой аккуратно помещают в пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup> (по 5.1.8) с помощью пинцета, в пробирку добавляют 4 см<sup>3</sup> ДМСО и 2 см<sup>3</sup> орто-ксилола, при этом материал фильтра переходит в раствор. Затем в пробирку помещают магнитный перемешивающий элемент в тефлоновой оболочке (длина 10 мм), обеспечивающий эффективное перемешивание, пробирку закрывают пробкой и помещают в масляную (или глицериновую) баню, установленную на магнитной мешалке и предварительно нагретую до 100 °С. Содержимое пробирки, перемешивают при данной температуре в течение 60 мин, затем пробирку извлекают из бани, закрепляют над баней в штативе и дают маслу стечь, после чего протирают. Из пробирки с помощью магнита извлекают перемешивающий элемент. Далее пробирку помещают в ультразвуковую ванну, наполненную дистиллированной водой и предварительно нагретую до 60–70 °С. Пробу подвергают ультразвуковому диспергированию при данной температуре в течение 60 мин, извлекают из ультразвуковой ванны и охлаждают до комнатной температуры. Пробирку подвергают центрифугированию со скоростью 5000 об./мин (или выше) в течение 20 мин.

12.2 Одновременно готовят холостую пробу: чистый фильтр АФА-ХП-10 (или АФА-ВП-10) помещают в пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup> (по 5.1.8) с помощью пинцета, в пробирку добавляют 4 см<sup>3</sup> ДМСО и 2 см<sup>3</sup> орто-ксилола, далее проводят процедуры по 12.1.

12.3 После центрифугирования раствор аккуратно, чтобы избежать взмучивания осадка, переносят в кювету и проводят измерения

оптической плотности. Параллельно измеряют оптическую плотность холостой пробы. Измерения оптической плотности раствора и холостой пробы проводят в кюветах с толщиной слоя 10 мм при длине волны 520 нм, в качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

В случае если измеренное значение оптической плотности анализируемого раствора превышает верхний предел диапазона линейности установленной градуировочной характеристики, то необходимо разбавить раствор смесью ДМСО/орто-ксилол (2:1 по объему) в пробирке вместимостью 10 см<sup>3</sup> (по 5.1.7) с притертой пробкой, но не более чем в 10 раз.

12.4 Массу каменноугольной пыли в пробе находят с помощью, установленной градуировочной характеристики по значению оптической плотности анализируемого раствора, из которого нужно вычесть значение оптической плотности холостой пробы.

12.5 После проведения анализов все пробы сливают в отдельную емкость для органического слива (в качестве емкости для слива можно использовать стеклянную бутылку объемом 1 л). Кюветы осторожно ополаскивают из промывалки 2–3 раза ацетоном (также для ополаскивания посуды можно использовать хлористый метилен или хлороформ) и сушат на фильтровальной бумаге при комнатной температуре. Для растворителя, используемого для промывания кювет, пробирок и колб также следует завести отдельную емкость для слива, с целью его последующей регенерации и повторного использования. Пробирки и колбы, после единоразового ополаскивания ацетоном (или другим растворителем), следует прокипятить в водопроводной воде с синтетическим моющим средством (стиральный порошок, средство для мытья посуды), тщательно промыть внутреннюю поверхность

с помощью ерша и ополоснуть последовательно водопроводной и дистиллированной водой. Вымытую посуду сушат в сушильном шкафу.

### 13 Обработка результатов измерений

13.1 Массовую концентрацию каменноугольной пыли в пробе воздуха  $C_c$ , мг/м<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_c = K_p \cdot \frac{m}{1000 \cdot V_0}, \quad (2)$$

где  $m$  – масса каменноугольной пыли в анализируемом объеме пробы, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

$V_0$  – объем пробы атмосферного воздуха, дм<sup>3</sup>, взятый для анализа и приведённый к нормальным условиям по формуле

$$V_0 = V_t \frac{273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \quad (3)$$

$V_t$  – объём воздуха, измеренный при температуре  $t$ , дм<sup>3</sup>;

273 – температура в нормальных условиях, К;

$P$  – давление, кПа;

101,33 – давление при нормальных условиях, кПа;

$K_p = V_2/V_1$  – коэффициент разбавления пробы;

$V_2$  – объем раствора после разбавления;

$V_1$  – объем раствора до разбавления;

1000 – коэффициент пересчета из мкг в мг.

13.2 Среднесуточную концентрацию каменноугольной пыли рассчитывают либо по результатам непрерывного суточного отбора, либо как среднеарифметическое значение концентраций разовых проб,

отобранных через равные промежутки времени в течение суток (не менее четырех раз).

## **14 Оформление результатов измерений**

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$C_c \pm 0,01 \cdot \delta \cdot C_c, \text{ при } P = 0,95,$$

где  $C_c$  – рассчитанная массовая концентрация каменноугольной пыли в анализируемой пробе воздуха, мг/м<sup>3</sup>;

$\delta$  – значение относительной погрешности измерений, % (см. таблицу 1).

Если массовая концентрация каменноугольной пыли ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись: "Массовая концентрация каменноугольной пыли менее (более)\_\_\_%".

## **15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории**

### **15.1 Контроль качества результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности**

15.1.1 Контроль показателя промежуточной прецизионности результатов измерений проводят дважды, анализируя образец для контроля в полном соответствии с данной методикой измерений в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время», «оператор» ( $C_{c,1}$ ,  $C_{c,2}$ ).

15.1.2 Промежуточную прецизионность признают удовлетворительной, если выполняется условие

$$\frac{2 \cdot |C_{c,1} - C_{c,2}| \cdot 100}{C_{c,1} + C_{c,2}} \leq R_{T,0}, \quad 4)$$

где  $R_{T,0}$  - предел промежуточной прецизионности, %, (см. таблицу 1).

15.1.3 Если условие (4) не выполняется, процедуру повторяют. При повторном превышении норматива контроля выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

## 15.2 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проверяют работу оператора.

**Библиография**

- |     |   |  |
|-----|---|--|
| [1] | Госреестр средств измерений № 24795-03        | Спектрофотометры UNICO мод. 1200, 1201                           |
| [2] | Технические условия ТУ 4215-008-39906142-2010 | Приборы для отбора проб воздуха                                  |
| [3] | Технические условия ЭРГП.407269.000 ТУ        | Счетчики газа объемные диафрагменные ВК-G                        |
| [4] | Технические условия ТУ 25-1894.003-90         | Секундомеры механические   |
| [5] | Технические условия ТУ 95-1021-82             | Фильтродержатели   |
| [6] | Технические условия ТУ 95-1892-89             | Фильтры аналитические аэрозольные АФА                            |
| [7] | Технические условия ТУ 6-09-3818-89           | Диметилсульфоксид (метилсульфоксид)                              |
| [8] | Технические условия ТУ 2631-088-44493179-06   | Орто-ксилол для хроматографии (О-диметилбензол) химически чистый |

---

Ключевые слова: каменноугольная пыль, атмосферный воздух, массовая концентрация, фотометрический метод

---

**Лист регистрации изменений**

Поряд- ковый номер измене- ния	Номер страницы				Номер регистра- ции из- менения в ГОС, дата	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	анули- рован- ной			внесения измене- ния	введения измене- ния

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии  
(Росстандарт)

**ВНИИМС**

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы»  
Регистрационный номер в реестре аккредитованных лиц № RA.RU.311787

## СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 205-03/RA.RU.311787/2021

Методика измерений массовой концентрации каменноугольной пыли в пробах

атмосферного воздуха фотометрическим методом,

разработанная Федеральным государственным бюджетным учреждением

«Главная геофизическая обсерватория им. А.И. Воейкова» (ФГБУ «ГГО»)

(194021, Россия, г. Санкт-Петербург, ул. Карбышева, д. 7)

и регламентированная в документе: Методика измерений массовой концентрации каменноугольной

пыли в пробах атмосферного воздуха фотометрическим методом,

утвержденном в 2021 г. и содержащем 20 стр.,

обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с Приказом Минпромторга России от 15.12.2015 N 4091, ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных  
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке методики измерений,

исследований методики измерений.

теоретическое или экспериментальное исследование Методики измерений, др. виды работ

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне настоящего свидетельства.

Заместитель директора по инновациям

Начальник отдела 205

«29» марта 2021 года



Ф.В. Булыгин

С.В. Вихрова

000031

## РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой концентрации каменноугольной пыли, мг/м <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$ , % при $P = 0,95$	Показатель промежуточной прецизионности (относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности) $\sigma_{I(T,O)}$ , %	Предел промежуточной прецизионности ( $m = 2, P = 0,95$ ), $R_{(T,O)}$ , %
0,2 до 20 включ.	25	12	33

Старший научный сотрудник



Г.А. Микрюкова

Подписано в печать 23.11.2022.  
Формат 60×84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Гарнитура Times New Roman. Бумага офсетная.  
Усл. печ. л. 1,69. Тираж 300 экз. Заказ № 4381-22.

Отпечатано в соответствии с предоставленными материалами  
в ООО «Амирит», 410004, г. Саратов, ул. Чернышевского, 88.  
Тел.: 8-800-700-86-33 | (845-2) 24-86-33  
E-mail: [zakaz@amirit.ru](mailto:zakaz@amirit.ru)  
Сайт: [amirit.ru](http://amirit.ru)



