

---

**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

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

---

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**

**РД  
52.04.922 –  
2022**

---

**МАССОВАЯ ДОЛЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ В НЕОРГАНИЧЕСКОЙ  
ПЫЛИ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ**

**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 И.Г.Гуревич (руководитель разработки),  
Д.В. Попова (ответственный исполнитель)

3 СОГЛАСОВАН:

- с Федеральным государственным бюджетным учреждением  
«Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО  
«Тайфун») 31.08.2022

- с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды,  
полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 09.11.2022

4 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета  
от 10.11.2022 № 695

5 АТТЕСТОВАНА ФГУП «ВНИИМС». Свидетельство об аттестации  
методики измерений № 205-02/RA.RU.311787/2021 от 29 марта 2021 г.,  
регистрационный код по Федеральному реестру ФР.1.31.2021.39927

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации  
Росгидромета ФГБУ «НПО «Тайфун» 09.11.2022

ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА РД 52.04.922-2022

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2033 ГОД.

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПОВЕРКИ 10 ЛЕТ

## Содержание

|                                                                                                             |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1 Область применения .....                                                                                  | 1  |
| 2 Нормативные ссылки .....                                                                                  | 1  |
| 3 Термины и определения.....                                                                                | 4  |
| 4 Требования к показателям точности измерений .....                                                         | 5  |
| 5 Требования к средствам измерений, вспомогательным<br>устройствам, материалам, реактивам .....             | 6  |
| 5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства.....                                                     | 6  |
| 5.2 Материалы, реактивы .....                                                                               | 8  |
| 6 Метод измерений .....                                                                                     | 9  |
| 7 Требования безопасности, охраны окружающей среды.....                                                     | 9  |
| 8 Требования к квалификации операторов .....                                                                | 10 |
| 9 Требования к условиям измерений .....                                                                     | 10 |
| 10 Отбор и хранение проб.....                                                                               | 10 |
| 11 Подготовка к выполнению измерений .....                                                                  | 11 |
| 11.1 Приготовление растворов.....                                                                           | 11 |
| 11.2 Подготовка тиглей .....                                                                                | 13 |
| 11.3 Приготовление градуировочных растворов.....                                                            | 13 |
| 11.4 Установление градуировочной характеристики .....                                                       | 15 |
| 11.5 Контроль стабильности градуировочной<br>характеристики.....                                            | 15 |
| 12 Порядок выполнения измерений .....                                                                       | 16 |
| 13 Обработка результатов измерений .....                                                                    | 18 |
| 14 Оформление результатов измерений .....                                                                   | 19 |
| 15 Контроль качества результатов измерений при<br>реализации методики в лаборатории.....                    | 20 |
| 15.1 Контроль качества результатов измерений, получен-<br>ных в условиях промежуточной прецизионности ..... | 20 |
| 15.2 Контроль стабильности результатов измерений.....                                                       | 21 |
| Библиография.....                                                                                           | 22 |



## РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

---

### МАССОВАЯ ДОЛЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ В НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ПЫЛИ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ

#### Методика измерений фотометрическим методом

---

Дата введения – 2023-01-10

#### 1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее - методика) массовой доли диоксида кремния в неорганической пыли в атмосферном воздухе фотометрическим методом в диапазоне от 17 % до 100 % для проб воздуха с массовой концентрацией взвешенных веществ от 0,15 до 1,5 мг/м<sup>3</sup>.

Настоящая методика предназначена для получения информации по программе наблюдений о разовых концентрациях неорганической пыли, содержащей диоксид кремния, при проведении работ в области мониторинга и контроля загрязнения атмосферного воздуха.

#### 2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы нормативные 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 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.2.1.03–84 Охрана природы. Атмосфера. Термины и определения контроля загрязнения

ГОСТ 17.2.1.04-77 Охрана природы. Атмосфера. Источники и метеорологические факторы загрязнения, промышленные выбросы. Термины и определения

ГОСТ 17.2.3.01–86 Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов

ГОСТ 17.2.4.02–81 Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ

ГОСТ 3765–78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 5817–77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия.

ГОСТ 9428–73 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 31828–2012 Аппараты. и установки сушильные и выпарные. Требования безопасности. Методы испытаний.

ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р ИСО 5725–1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725–2–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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

ГОСТ Р 52501–2005 (ИСО 3696:1987). Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

РД 52.04.893–2020 Массовая концентрация взвешенных веществ в пробах атмосферного воздуха. Методика измерений гравиметрическим методом

РД 52.18.5–2012 Перечень нормативных документов (по состоянию на 01.08.2012)

РМГ 61–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

РМГ 76–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

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;

- межгосударственных рекомендаций (РМГ) – по информационному указателю «Руководящие документы, рекомендации и правила», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года;

- нормативных документов Росгидромета – по РД 52.18.5 и ежегодно издаваемому информационному указателю нормативных документов, опубликованному по состоянию на 1 января текущего года.

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 в пробе, отобранной в течение времени от 20 до 30 мин.

**3.2 взвешенные вещества:** Твердые частицы (пыль), находящиеся во взвешенном состоянии в атмосферном воздухе.

**3.3 предельно допустимая концентрация примеси в атмосфере:** Максимальная концентрация примеси в атмосфере, отнесенная к определенному времени осреднения, которая при периодическом воздействии или на протяжении всей жизни человека не оказывает на него вредного действия, включая отдаленные последствия, и на окружающую среду в целом.



#### 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.

Настоящая методика измерений используется для получения информации о разовых концентрациях пыли неорганической в пробах атмосферного воздуха.

4.2 В соответствии с СанПин 1.2.3.3685 предельно допустимая максимальная разовая концентрация пыли неорганической, содержащей диоксид кремния более 70 %, составляет 0,15 мг/м<sup>3</sup>, от 20 % до 70 % – 0,3 мг/м<sup>3</sup> и менее 20 % – 0,5 мг/м<sup>3</sup>.

4.3 Настоящая методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с характеристиками погрешностей, не превышающих значений, приведенных в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Показатели точности методики (границы относительной погрешности, относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности, предел промежуточной прецизионности)

| Диапазон измерений массовой доли диоксида кремния в неорганической пыли для проб воздуха с массовой концентрацией взвешенных веществ от 0,15 до 1,5 мг/м <sup>3</sup> , % | Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm\delta$ , % при $P = 0,95$ | Показатель промежуточной прецизионности (относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности) $\sigma_l(T,O)$ , % | Предел промежуточной прецизионности ( $m = 2$ , $P = 0,95$ ), $R_{(T,O)}$ , % |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|
| От 17 до 100 включ.                                                                                                                                                       | 20                                                                                      | 10                                                                                                                              | 28                                                                            |

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

### **5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства**

5.1.1 Спектрофотометр UNICO 1201, номер в Госреестре 54737-13.

5.1.2 Весы высокого (II) или специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более  $\pm 1$  мг, ценой поверочного деления 0,01 мг.

5.1.3 Весы среднего (III) класса точности по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более  $\pm 10$  мг, ценой поверочного деления 1 мг.

5.1.4 Государственный стандартный образец ГСО 8934-2008 массовой концентрации кремния в растворе силиката натрия с массовой концентрацией кремния 1 г/дм<sup>3</sup>, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца  $\pm 2$  % при  $P = 0,95$ .

5.1.5 Секундомер механический 2-го класса точности, границы допускаемых значений абсолютной погрешности измерений  $\pm 0,1$  с по [1].

5.1.6 Термометр лабораторный шкальный тип ТЛ-2, по [2], диапазон измерений от 0 °С до 100 °С, цена деления 1 °С.

5.1.7 Колбы мерные из полимерного материала, маркировка В, номер в Госреестре 55777-13, вместимостью 100 см<sup>3</sup> – 5 шт., пределы допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,10$  см<sup>3</sup>.

5.1.8 Дозаторы пипеточные переменного объема, номинальные значения дозируемого объема:

1,00 – 10,0 см<sup>3</sup> – 1 шт., пределы допускаемой относительной погрешности дозирования  $\pm 1$  %;

0,50 – 5,00 см<sup>3</sup> – 2 шт., пределы допускаемой относительной погрешности дозирования  $\pm 1$  %;

0,10 – 1,00 см<sup>3</sup> – 2 шт., пределы допускаемой относительной погрешности дозирования  $\pm 1,5$  %.

5.1.9 Цилиндры мерные из полимерного материала, номер в Госреестре 55778-13, номинальная вместимость 100 см<sup>3</sup> – 2 шт., пределы допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,50$  см<sup>3</sup>.

5.1.10 Печь муфельная, обеспечивающая нагрев и поддержание заданной температуры в диапазоне от 100 °С до 800 °С с отклонением регулирования температуры в пределах  $\pm 5$  °С.

5.1.11 Аппарат для получения особо чистой воды, удельная проводимость получаемой воды не более 0,20 мкСм/см.

5.1.12 Пробирки из полимерного материала вместимостью 20 см<sup>3</sup>, диаметром 16 мм, длиной 150 мм – 60 шт.

5.1.13 стакан из полимерного материала вместимостью 150 см<sup>3</sup> – 4 шт.

5.1.14 Колба коническая из полимерного материала вместимостью 250 см<sup>3</sup> – 4 шт.

5.1.15 Воронка из полимерного материала диаметром 6–10 мм – 2 шт.

5.1.16 Палочка из полимерного материала длиной 200 мм, диаметром 5–10 мм – 2 шт.

5.1.17 Бутыль из полимерного материала с пробкой объемом 100 или 200 см<sup>3</sup> – 7 шт.

5.1.18 Тигель металлический (нержавеющая сталь) лабораторный с толщиной стенок 1 мм, диаметром 35 мм, высотой 35 мм – 10 шт.

5.1.19 Крышка для тигля круглая металлическая (нержавеющая сталь) диаметром 35 мм – 10 шт.

5.1.20 Шкаф сушильный, диапазон поддержания температур от 50 °С до 250 °С, по ГОСТ 31828.

5.1.21 Щипцы тигельные длиной 450 мм, диаметр захвата тигля 55 мм.

5.1.22 Холодильник бытовой.

5.1.23 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919, мощностью от 0,5 до 1,5 кВт.

5.1.24 Пинцет технический 150 мм.

5.1.25 Ступка агатовая с пестом.

Примечания:

1. Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательных устройств, в том числе импортных, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, чем у приведенных в 5.1.

2. В качестве посуды из полимерного материала допускается использование лабораторной посуды из полиэтилена высокой плотности, полипропилена, полиметилпентена или фторопласта.

## **5.2 Материалы, реактивы**

5.2.1 Фильтры аналитические аэрозольные АФА-ВП-20, по [3].

5.2.2 Универсальная индикаторная бумага, диапазон изменения pH от 0 до 12 по [4].

5.2.3 Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» [5].

5.2.4 Карандаш для письма по стеклу.

5.2.5 Ватные палочки косметические.

5.2.6 Вода дистиллированная 1-й или 2-й степени очистки по ГОСТ Р 52501.

5.2.7 Диоксид кремния (кремний окись (IV)) б/в, по ГОСТ 9428, квалификация "ос.ч".

5.2.8 Кислота серная по ГОСТ 4204, квалификация "х.ч."

5.2.9 Кислота аскорбиновая, квалификация "ч.д.а.", по [6].

5.2.10 Кислота винная по ГОСТ 5817, квалификация "ч."

5.2.11 Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, квалификация "х.ч".

5.2.12 Натрия гидроксид (натрий едкий) по ГОСТ 4328, квалификация "х.ч".

### 5.2.13 Вазелиновое масло.

Примечание - Допускается использование изготовленных по другой технической документации материалов и реактивов, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 5.2.

## 6 Метод измерений

Выполнение измерений массовой доли диоксида кремния основано на сжигании в муфельной печи фильтра с отобранной из атмосферного воздуха пробой взвешенных веществ, последующем сплавлении полученной золы с гидроксидом натрия, растворении сплава в горячей воде и определении содержания диоксида кремния в пробе на основе фотометрического измерения по интенсивности окраски полученного раствора, содержащего восстановленный кремнемолибденовый комплекс, образующийся в результате реакции аниона кремниевой кислоты с молибдатом аммония [7].

## 7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1 При выполнении измерений массовой доли диоксида кремния в неорганической пыли в атмосферном воздухе необходимо соблюдать правила по технике безопасности [8].

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

7.3 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.

7.4 Требования охраны труда при работе с химическими реактивами должны выполняться в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

7.5 Требования охраны труда при работе с электроустановками соблюдают в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

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

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

## **8 Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющий высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучивший инструкции по эксплуатации используемых средств измерений, выполнивший с удовлетворительными результатами измерения для контроля стабильности градуировочной характеристики по 11.5 и контроль качества результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности по 15.1.

## **9 Требования к условиям измерений**

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С ..... от 15 до 30;
- атмосферное давление, кПа (мм.рт.ст.)..... от 84,0 до 106,7  
(от 630 до 800);
- влажность воздуха при температуре 25 °С, %.. ..... от 30 до 80.

## **10 Отбор и хранение проб**

10.1 Подготовку, отбор, хранение проб атмосферного воздуха, а также определение в них массы взвешенных веществ проводят по РД 52.04.893 на фильтры АФА-ВП-20.

10.2 При определении содержания диоксида кремния в пробах взвешенных веществ из атмосферного воздуха для среднесуточных концентраций следует отобрать не менее четырех разовых проб через равные промежутки времени.

## 11 Подготовка к выполнению измерений

### 11.1 Приготовление растворов

11.1.1 Приготовление раствора для установления градуировочной характеристики с массовой концентрацией кремния в растворе силиката натрия в пересчете на диоксид кремния<sup>1)</sup> 100 мкг/см<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> с помощью дозатора пипеточного переменного объема вместимостью 5 см<sup>3</sup> вносят 4,67 см<sup>3</sup> ГСО с массовой концентрацией кремния в растворе силиката натрия 1 г/дм<sup>3</sup> и доводят до метки особо чистой водой<sup>2)</sup>. Раствор устойчив в течение 3 мес.

11.1.2 Приготовление раствора для установления градуировочной характеристики с массовой концентрацией кремния в растворе силиката натрия в пересчете на диоксид кремния 10 мкг/см<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> с помощью дозаторной пипетки переменного объёма вместимостью 10 см<sup>3</sup> вносят 10 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного согласно 11.1.1 с массовой концентрацией кремния в растворе силиката натрия в пересчете на диоксид кремния 100 мкг/см<sup>3</sup> и доводят до метки особо чистой водой. Раствор готовят в день использования.

11.1.3 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 10 %

Навеску NaOH массой 5,0 г растворяют в 45,0 см<sup>3</sup> особо чистой воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра, в полимерном стакане вместимостью 150 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в пластиковой бутылке с плотно закрывающейся полимерной пробкой. Раствор устойчив не менее 3 мес.

---

<sup>1)</sup> Для пересчета с массы кремния на массу диоксида кремния следует использовать коэффициент пересчета 2,1428. То есть 1 грамм кремния соответствует 2,1428 грамм диоксида кремния.

<sup>2)</sup> Здесь и далее под особо чистой водой понимается вода, полученная с использованием прибора для получения особо чистой воды с удельной проводимостью не более 0,20 мкСм/см согласно 5.1.11 или вода, соответствующая 5.2.6.

11.1.4 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 50 %

Навеску NaOH массой 25 г растворяют в 25 см<sup>3</sup> особо чистой воды, отмеренных с помощью мерного цилиндра, в полимерном стакане вместимостью 150 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в пластиковой бутылке с плотно закрывающейся полимерной пробкой. Раствор устойчив не менее 3 мес.

11.1.5 Приготовление раствора серной кислоты с концентрацией 10 моль-экв/дм<sup>3</sup>

В стакан из полимерного материала вместимостью 150 см<sup>3</sup> вносят 50 см<sup>3</sup> особо чистой воды, затем осторожно, по каплям добавляют 28,4 см<sup>3</sup> раствора концентрированной серной кислоты с плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, после остывания раствора его объем по каплям, избегая избыточного нагрева, доводят до метки особо чистой водой. Раствор хранят в пластиковой бутылке с плотно закрывающейся полимерной пробкой. Раствор устойчив не менее 12 мес.

11.1.6 Приготовление раствора серной кислоты с концентрацией 1 моль-экв/дм<sup>3</sup>

В мерный цилиндр вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 80 см<sup>3</sup> особо чистой воды, затем осторожно, по каплям добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с концентрацией 10 моль-экв/дм<sup>3</sup> согласно 11.1.5, после остывания раствора его объем по каплям, избегая избыточного нагрева, доводят в цилиндре до метки особо чистой водой. Раствор хранят в пластиковой бутылке с плотно закрывающейся полимерной пробкой. Раствор устойчив не менее 12 мес.

11.1.7 Приготовление раствора с массовой долей винной кислоты 5 %

Навеску винной кислоты массой 2,5 г растворяют в 47,5 см<sup>3</sup> особо чистой воды, отмеренных с помощью мерного цилиндра, в полимерном стакане вместимостью 150 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в пластиковой бутылке



с плотно закрывающейся полимерной пробкой. Раствор устойчив в течение недели.

**11.1.8 Приготовление раствора с массовой долей аскорбиновой кислоты 1 %**

Навеску аскорбиновой кислоты массой 0,5 г растворяют в 50 см<sup>3</sup> особо чистой воды, отмеренных с помощью мерного цилиндра, в полимерном стакане вместимостью 150 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в пластиковой бутылке с плотно закрывающейся полимерной пробкой. Раствор устойчив в течение недели.

**11.1.9 Приготовление раствора молибдата аммония с массовой долей 5,5%**

Навеску молибдата аммония  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  массой 3,75 г переносят в полимерный стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup> и растворяют в 20 см<sup>3</sup> особо чистой горячей воды, затем осторожно, не допуская перегрева, вносят с помощью мерного цилиндра 16 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с молярной концентрацией 10 моль-экв/дм<sup>3</sup>, приготовленного согласно 11.1.5. Затем, после охлаждения раствора, его переносят в мерный цилиндр и в нем доводят особо чистой водой до объема 50 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в пластиковой бутылке с плотно закрывающейся полимерной пробкой. Раствор устойчив не менее 6 мес.

## **11.2 Подготовка тиглей**

Внутреннюю поверхность стальных тиглей протирают ватной палочкой, смоченной в вазелиновом масле, тонким слоем масла необходимо покрыть всю внутреннюю поверхность. После обработки тигли в перевернутом виде помещают в сушильный шкаф, разогретый до температуры от 180 °С до 200 °С, и выдерживают там в течение часа.

## **11.3 Приготовление градуировочных растворов**

Растворы для установления градуировочной характеристики готовят в пробирках из полимерного материала. В каждую пробирку

вносят раствор с массовой концентрацией кремния в растворе силиката натрия в пересчете на диоксид кремния  $10 \text{ мкг/см}^3$ , приготовленный согласно 11.1.2 и особо чистую воду согласно таблице 2 и тщательно перемешивают.

Таблица 2 – Состав растворов для установления градуировочной характеристики

| Номер раствора                                                                                                                                                                                         | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 6    | 7    | 8    | 9    | 10   | 11   |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|------|------|------|------|
| Объем раствора, приготовленного согласно 11.1.2, с массовой концентрацией кремния в растворе силиката натрия в пересчете на диоксид кремния $10 \text{ мкг/см}^3$ , $\text{см}^3$                      | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0  | 1,2  | 1,4  | 1,6  | 1,8  | 2,0  |
| Объем особо чистой воды, $\text{см}^3$                                                                                                                                                                 | 3,9 | 3,8 | 3,6 | 3,4 | 3,2 | 3,0  | 2,8  | 2,6  | 2,4  | 2,2  | 2,0  |
| Содержание определяемого вещества в растворе в пробирке соответствует массе кремния в растворе силиката натрия в пересчете на диоксид кремния в $4 \text{ см}^3$ анализируемого раствора, $\text{мкг}$ | 1,0 | 2,0 | 4,0 | 6,0 | 8,0 | 10,0 | 12,0 | 14,0 | 16,0 | 18,0 | 20,0 |

Для установления градуировочной характеристики в пробирки из полимерного материала, содержащие растворы, приготовленные в соответствии с таблицей 2, добавляют, при встряхивании,  $0,1 \text{ см}^3$  раствора молибдата аммония, приготовленного согласно 11.1.9, через 5 мин в каждую пробирку добавляют по  $1 \text{ см}^3$  раствора винной кислоты, приготовленного согласно 11.1.7 и по  $0,1 \text{ см}^3$  раствора аскорбиновой кислоты, приготовленного по 11.1.8. Через 20 мин измеряют оптическую плотность растворов в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 800 нм. Одновременно анализируют растворы с «нулевой пробой», которые готовят вместе с растворами для установления градуировочной характеристики. Для этого в пробирки из полимерного материала вносят по  $4 \text{ см}^3$  особо чистой воды и все те же реактивы, что и в пробирки, содержащие градуировочные растворы.

#### **11.4 Установление градуировочной характеристики**

Градуировочную характеристику устанавливают не реже 1 раза в 6 мес.

Для установления градуировочной характеристики в координатах оптическая плотность – масса диоксида кремния готовят градуировочные растворы и растворы с «нулевой пробой» в соответствии с 11.3. Выполняют по пять параллельных измерений каждого раствора. Из каждого значения оптической плотности измеряемого раствора вычитают значение оптической плотности «нулевой пробы».

По полученным результатам измерений устанавливают градуировочную характеристику графическим методом, нанося экспериментальные точки на лист миллиметровой бумаги формата А4, проводя градуировочный график через точку начала координат, исходя из того, что экспериментальные точки должны равномерно лежать как над, так и под графиком. Вместо графического метода допускается определять параметры градуировочной характеристики методом наименьших квадратов как линейную регрессию, проходящую через точку начала координат, по формулам в которых свободный член принимается равным нулю. В этом случае допускается строить график в виде графического изображения на компьютере и затем, при необходимости, распечатывать на принтере.

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

#### **11.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при смене партии реактивов, после ремонта или технического обслуживания спектрофотометра или прибора для получения особо чистой воды, но не реже чем один раз в 3 мес.

Для контроля стабильности градуировочной характеристики используют контрольные растворы. Контрольными растворами являются градуировочные растворы 2, 4 и 6 (таблица 2), которые анализируют в точном соответствии с методикой. Градуировочную характеристику считают стабильной, если значения, рассчитанные по формуле (1), не превышают 9 %

$$\frac{|m_{ir} - m_{ip}| \cdot 100}{m_{ip}} \leq 9\% \quad (1)$$

где  $m_{ir}$  – значение массы диоксида кремния в 4 см<sup>3</sup> i-го градуировочного раствора, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

$m_{ip}$  – значение массы диоксида кремния в 4 см<sup>3</sup> i-го градуировочного раствора, рассчитанное при его приготовлении, мкг.

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 После определения массы взвешенных веществ фильтр извлекают из пакета, складывают дважды пополам и помещают в стальной тигель, подготовленный согласно 11.2. На поверхность фильтра наносят 0,3 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия с массовой долей 10 %. Фильтр прижимают ко дну тигля концом палочки из полимерного материала, добиваясь равномерного пропитывания материала фильтра раствором гидроксида натрия. Аналогично готовят «холостую пробу» в другом тигле с чистым, неэкспонированным фильтром. После этого тигель с фильтром помещают в сушильный шкаф, разогретый до 100 °С, и выдерживают 5 мин.

12.2 Затем тигель с анализируемым фильтром и тигель с «холостой пробой» помещают в муфельную печь, разогретую до 200 °С и в течение 10 мин повышают температуру до 250 °С. При этом температура не должна превышать 250 °С более чем на 5 °С. Тигель вынимают из печи, когда общее время его пребывания там составит 10 мин. Затем поднимают температуру в печи до 450 °С, помещают тигли в печь и выдерживают там 5 мин. После этого тигли вынимают из печи и охлаждают. Зола фильтров в тиглях по каплям пропитывают 0,13 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия с массовой долей 50 %. После этого тигли выдерживают в сушильном шкафу при температуре 120 °С в течение 10 мин. Затем тигли накрывают крышками, помещают в предварительно разогретую до 350 °С муфельную печь и выдерживают там 10 мин для сплавления образовавшейся золы с гидроксидом натрия.

12.3 Тигли вынимают из муфельной печи и оставляют остывать на время не менее 10 мин. Крышки от тиглей промывают 2–3 раза небольшими по 3–5 см<sup>3</sup> порциями особо чистой воды, которую затем фильтруют через воронку с фильтром «синяя лента» в пластиковую коническую колбу или стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. В остывшие тигли наливают 5–10 см<sup>3</sup> особо чистой воды, ставят на электрическую плитку и нагревают до кипения. Сразу после закипания раствор снимают с плитки и выливают в ту же воронку с фильтром, что и воду от промывания крышек тиглей и фильтруют в ту же колбу или стакан. Данную процедуру повторяют 3 раза. Собранный в пластиковой колбе (стакане) раствор, полученный выщелачиванием пробы, после остывания до комнатной температуры нейтрализуют раствором серной кислоты с концентрацией 1 моль-экв/дм<sup>3</sup>. Серную кислоту приливают по каплям до нейтральной реакции по индикаторной бумаге. После нейтрализации раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят уровень содержимого в колбе до метки

особо чистой водой. Затем полученные растворы анализируют аналогично тому, как анализируют растворы, приготовленные для установления градуировочной характеристики в соответствии с 11.3.

12.4 Массу диоксида кремния в пробе находят с помощью, установленной градуировочной характеристики по значению оптической плотности анализируемого раствора, из которого вычитают значение оптической плотности «холостой пробы».

В случае если измеренное значение оптической плотности анализируемого раствора превышает верхний предел диапазона линейности установленной градуировочной характеристики, то необходимо разбавить раствор в мерной колбе из полимерного материала вместимостью 100 см<sup>3</sup> особо чистой водой, но не более чем в 10 раз.

### 13 Обработка результатов измерений

13.1 Массовую долю диоксида кремния в неорганической пыли в атмосферном воздухе в пробе  $C_{SiO_2}$ , %, вычисляют по формуле

$$C_{SiO_2} = K_p \cdot \frac{m_{SiO_2} \cdot V_p}{1000 \cdot V_a \cdot C_{\text{э}} \cdot V_0} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

где  $m_{SiO_2}$  – масса диоксида кремния в анализируемом объеме пробы, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

$K_p$  – коэффициент разбавления пробы, определяется как отношение объема раствора после разбавления  $V_{\text{получ}}$ , м<sup>3</sup>, к объему раствора до разбавления  $V_{\text{исх}}$ , м<sup>3</sup>, по формуле

$$K_p = \frac{V_{\text{получ}}}{V_{\text{исх}}}, \quad (3)$$

$V_p$  – общий объем раствора, приготовленный из пробы, см<sup>3</sup>;

$V_a$  – объем раствора, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;

1000 – коэффициент перевода из мкг в мг;

$C_g$  – концентрация взвешенных веществ, определенная по РД 52.04.893, мг/м<sup>3</sup>;

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

$$V_0 = V_t \frac{273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \quad (4)$$

где  $V_t$  – объём воздуха, измеренный при температуре  $t$  (°C), м<sup>3</sup>;

273 – температура в нормальных условиях, К;

$P$  – давление, кПа;

101,33 – давление при нормальных условиях, кПа.

13.2 Среднесуточную концентрацию рассчитывают как среднее арифметическое значение концентраций разовых проб, отобранных через равные промежутки времени в течение суток (не менее четырех раз).

#### 14 Оформление результатов измерений

Результат измерения массовой доли диоксида кремния в неорганической пыли в атмосферном воздухе в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$C_{SiO_2} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot C_{SiO_2} (P = 0,95), \quad (5)$$

где  $\delta$  – значение относительной погрешности измерений, %, приведенное в таблице 1.

Если массовая доля диоксида кремния ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, приведенного в таблице 1, то производят следующую запись: "массовая доля диоксида кремния 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 с периодичностью не реже одного раза в неделю или в соответствии с порядком, установленным в руководстве по качеству лаборатории, с использованием двух образцов для контроля (по одному для каждого из операторов) в полном соответствии с данной методикой измерений в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время», «оператор» ( $C_{SiO_2,1}, C_{SiO_2,2}$ ). В качестве образцов для контроля используют кристаллический диоксид кремния массой 5,0 мг, нанесенный на фильтр АФА-ВП-20. Масса диоксида кремния в образцах должна по абсолютной величине различаться не более чем на 0,2 мг. Фильтры с образцом анализируют в соответствии с 12.1-12.3, при этом полученный после выщелачивания пробы раствор разбавляют в 10 раз, для этого 10 см<sup>3</sup> полученного раствора с помощью пипеточного дозатора вносят в мерную колбу из полимерного материала вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят особо чистой водой до метки, полученный раствор анализируют в соответствии с 11.3.

15.1.2 Промежуточную прецизионность признают удовлетворительной, если выполняется условие

$$\frac{2 \cdot |C_{SiO_2,1} - C_{SiO_2,2}| \cdot 100}{C_{SiO_2,1} + C_{SiO_2,2}} \leq R_{(T,O)}, \quad (6)$$

где  $R_{(T,O)}$  – предел промежуточной прецизионности, %, приведен в таблице 1.



15.1.3 Если условие (6) 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 в форме стабильности показателя стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002, пункт 6.2.3. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

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 проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

### Библиография

- [1] Технические условия                      Секундомеры механические  
ТУ 25-1894.003–90
- [2] Технические условия                      Термометры ртутные стеклянные  
ТУ 25-2021.003–88                      лабораторные
- [3] Технические условия                      Аналитические                      фильтры  
ТУ 951892–89                      аэрозольные (АФА)
- [4] Технические условия                      Универсальная                      индикаторная  
ТУ 2642-054-23050963–2008                      бумага (pH 0-12)
- [5] Технические условия                      Фильтры обеззоленные (белая,  
ТУ 6-09-1678-95                      красная, синяя ленты)
- [6] Технические условия                      Кислота аскорбиновая  
СТП ТУ КОМП 2-723-15
- [7] Мышляева Л.В., Краснощеков В.В. Аналитическая химия  
кремния. – М.:Наука., 1972. – 212 с.
- [8] Правила по технике безопасности при производстве  
наблюдений и работ на сети Госкомгидромета (утвержден  
приказом Госкомгидромета от 26.07.83 № 156)

---

Ключевые слова: мониторинг и контроль загрязнения атмосферного воздуха, массовая доля диоксида кремния в неорганической пыли в атмосферном воздухе, фотометрический метод

---

Лист регистрации изменений

| Номер<br>измене-<br>ния | Номер страницы |            |       |                          | Номер<br>регистра-<br>ции из-<br>менения<br>в ГОС,<br>дата | Подпись | Дата                       |                            |
|-------------------------|----------------|------------|-------|--------------------------|------------------------------------------------------------|---------|----------------------------|----------------------------|
|                         | измененной     | замененной | новой | аннули-<br>рован-<br>ной |                                                            |         | внесения<br>измене-<br>ния | введения<br>измене-<br>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

**№ 205-02/RA.RU.311787/2021**

Методика измерений массовой доли диоксида кремния в неорганической пыли

в атмосферном воздухе 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 доли диоксида кремния

в неорганической пыли в атмосферном воздухе фотометрическим методом,

утвержденном в 2021 г. и содержащем 22 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

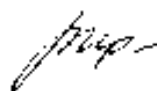
С.В. Вихрова

000030

# РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

| Диапазон измерений массовой доли диоксида кремния в неорганической пыли для проб воздуха с массовой концентрацией взвешенных веществ от 0,15 до 1,5 мг/м <sup>3</sup> , % | Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$ , % при $P = 0,95$ | Показатель промежуточной прецизионности (относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности) $\sigma_{(T,0.95)}$ % | Предел промежуточной прецизионности ( $m = 2$ , $P = 0,95$ ), $R_{(T,0.95)}$ % |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| от 17 до 100 включ.                                                                                                                                                       | 20                                                                                       | 10                                                                                                                                | 28                                                                             |

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. 1,74. Тираж 300 экз. Заказ № 4380-22.

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)

