
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО
15767—
2007

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Точность взвешивания аэрозольных проб

ISO 15767:2003
Workplace atmospheres — Controlling and characterizing errors in weighing
collected aerosols
(IDT)

Издание официальное

БЗ 12—2006/315



Москва
Стандартинформ
2007

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (ОАО «НИЦ КД») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 457 «Качество воздуха»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 марта 2007 г. № 32-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 15767:2003 «Воздух рабочей зоны. Источники погрешности взвешивания аэрозольных проб и методы ее уменьшения» (ISO 15767:2003 «Workplace atmospheres — Controlling and characterizing errors in weighing collected aerosols»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного (регионального) стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных (региональных) стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении Е

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2007

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Причины нестабильности массы и способы ее уменьшения	2
5 Внесение поправки на нестабильность массы путем использования холостых проб	4
6 Транспортирование проб в лабораторию	5
7 Оборудование для взвешивания, методика взвешивания	5
8 Рекомендации по представлению результатов измерений	7
Приложение А (обязательное) Оценка погрешностей измерений	8
Приложение В (справочное) Интерпретация LOD и LOQ	11
Приложение С (справочное) Пример оценки метода	13
Приложение D (обязательное) Проверка сохранности пробы при транспортировании	14
Приложение Е (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным (региональным) стандартам	15
Библиография	15

Введение

Для определения качества воздуха на рабочем месте проводят отбор аэрозольных проб с помощью материала, на который улавливают взвешенные в воздухе частицы. После этого оценивают содержание в воздухе взвешенных частиц. Точность оценки зависит от ряда факторов, в том числе от типа используемого метода анализа.

В настоящем стандарте рассмотрен наиболее часто применяемый метод анализа аэрозолей, основанный на взвешивании собранной пробы. Гравиметрический метод анализа технически относительно прост, но при его применении имеют место погрешности, связанные с нестабильностью массы собирающей среды и других элементов, подлежащих взвешиванию. В некоторых типах пробоотборников для оценки содержания взвешенных частиц фильтр и фильтродержатель взвешивают вместе. При этом если фильтродержатель в промежутках между взвешиваниями, например, улавливает или теряет влагу, то это может привести к дополнительной погрешности. Настоящий стандарт рассматривает возможные погрешности и способы уменьшения их влияния.

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Точность взвешивания аэрозольных проб

Workplace atmospheres. Accuracy in weighing collected aerosols

Дата введения — 2007—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает рекомендации по снижению неопределенности, связанной с процедурой взвешивания аэрозольных проб и обусловленной нестабильностью материала, подлежащего взвешиванию. Под материалом понимают любое средство, предназначенное для улавливания взвешенных частиц (например, фильтр, пористый материал), а также элементы пробоотборника, если они должны быть взвешены во время анализа.

Настоящий стандарт применим к результатам, составленным с использованием литературных источников, а также (где это возможно) к результатам лабораторных экспериментов. Ожидаемые погрешности для конкретных методов анализа уловленных аэрозолей, по возможности, определены количественно. Приведены рекомендации по выбору материала, используемого для улавливания взвешенных частиц, методы уменьшения и коррекции ошибок, связанных с нестабильностью массы взвешиваемого материала, и рекомендации по представлению результатов измерений массы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные (региональные) стандарты:

ИСО 7708:1995 Качество воздуха. Определение гранулометрического состава частиц при санитарно-гигиеническом контроле

ЕН 482:1994 Воздух рабочей зоны. Общие требования к методам измерений химического состава

ЕН 13205:2001 Воздух рабочей зоны. Оценка характеристик средств измерений концентрации взвешенных частиц

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 пылеуловитель (substrate): Используемый для сбора аэрозольных проб материал (фильтр, пористый материал и т.п.), а также устройства для установки этого материала в пробоотборнике, подлежащие в процессе анализа взвешиванию как единое целое.

П р и м е ч а н и е — Как пример обратного, 25 или 37 мм пластиковый фильтродержатель, часто используемый для отбора общей пыли открытым или закрытым способом, не рассматривают как часть пылеуловителя, поскольку он взвешиванию не подлежит.

3.2 период установления равновесия (equilibration time): Постоянная времени, характеризующая процесс приближения (по закону, близкому к экспоненциальному) массы материала, используемого для улавливания пыли, к равновесному значению.

П р и м е ч а н и я

1 Постоянная времени может быть определена как отношение среднего отклонения массы от равновесного значения к среднему значению скорости изменения массы за ограниченный период времени.

2 В некоторых случаях период времени, необходимый для приближения к равновесию (с заданной точностью), равен нескольким постоянным времени.

3 Время установления равновесия выражают в секундах.

3.3 холостая проба для условий применения (field blank): Чистый пылеуловитель, который подвергают той же обработке, что и пылеуловитель для отбора реальной пробы, включая в общем случае его подготовку, установку в пробоотборник или контейнер для транспортирования, транспортирование между лабораторией и местом отбора пробы, но не используют для отбора реальной пробы.

3.4 холостая проба для лаборатории (lab blank): Чистый пылеуловитель, который подвергают той же обработке, что и пылеуловитель с пробой в лаборатории, включая подготовку и загрузку в пробоотборники или контейнеры для транспортирования (если оно предусмотрено).

3.5 чистый пылеуловитель (blank substrate): Пылеуловитель из той же партии, что и пылеуловители для отбора пробы, но не использованный для отбора пробы.

3.6 предел обнаружения [LOD] (limit of detection [LOD]): Утроенное значение оцененного стандартного отклонения результата измерения массы пробы (после внесения поправок, определенных в результате процедуры двойного взвешивания до и после взятия пробы и сравнением с холостыми пробами).

П р и м е ч а н и е — Значение LOD используют в качестве порогового для подтверждения присутствия уловленных частиц в пробе с установленной доверительной вероятностью. Метод определения вероятности ложного обнаружения приведен в приложении В.

3.7 предел количественного определения [LOQ] (limit of quantification [LOQ]): Увеличенная в десять раз оценка стандартного отклонения массы пробы.

П р и м е ч а н и е — Значение LOQ используют в качестве порогового значения, при превышении которого массу уловленных частиц количественно определяют с установленной точностью (см. приложение В).

4 Причины нестабильности массы и способы ее уменьшения

4.1 Общие положения

Изменение массы пылеуловителя с уловленными частицами обусловлено рядом причин (см. [1] — [11]), наиболее важные из которых рассмотрены в настоящем разделе.

4.2 Влагопоглощение

4.2.1 Влагопоглощение — наиболее распространенная причина изменения массы. Вода может быть поглощена фильтром, пористым или любым другим материалом пылеуловителя, подлежащим взвешиванию. Кроме того, необходимо учитывать поглощение влаги любым элементом пробоотборника, который также подлежит взвешиванию, например фильтродержателем (см. [1]).

4.2.2 Влагопоглощение можно уменьшить использованием негигроскопичных материалов. Однако в ряде практических случаев такие материалы использовать нельзя. Перечень пылеуловителей, наиболее часто применяемых для отбора аэрозольных проб, с указанием их влагопоглощающей способности приведен в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Влагопоглощение некоторых материалов, используемых для отбора аэрозольных проб

Тип пылеуловителя или фильтродержателя	Влагопоглощение			
	очень низкое	низкое	высокое	очень высокое
Фильтр из целлюлозного волокна			*	
Фильтр из стекловолокна		*		
Фильтр из кварцевого волокна		*		
Мембранный фильтр из эфиров целлюлозы			*	
Политетрафторэтиленовый фильтр	*			
Поливинилхлоридный мембранный фильтр		*	*	

Окончание таблицы 1

Тип пылеуловителя или фильтродержателя	Влагопоглощение			
	очень низкое	низкое	высокое	очень высокое
Поликарбонатный фильтр	*			
Серебряный мембранный фильтр	*			
Полиуретановая пена				*
Полиэтилентерифталатная пленка смазанная		*	*	
Алюминиевая фольга смазанная		*		
Карбосола				*
Алюминиевый фильтродержатель		*	*	
Фильтродержатель из нержавеющей стали	*			

П р и м е ч а н и я

1 Дополнительные сведения содержатся в [2] — [4]. Влагопоглощение фильтров из одного и того же материала, изготовленных различными производителями, может различаться в широких пределах (см. [5]).

2 Обычно уменьшение гигроскопичности материала сопровождается повышением его проводимости (см. [9]). Этот эффект следует иметь в виду, выбирая материалы с низкой гигроскопичностью.

3 На гигроскопичность материалов влияет также их предварительная подготовка, например нанесение масляной пленки.

4.3 Влияние статического электричества

Статическое электричество часто является источником ошибок взвешивания. Его влияние можно свести к минимуму разрядкой пылеуловителя с использованием плазменного источника ионов или радиоактивного источника. Другим решением проблемы может быть применение токопроводящих материалов (см. [7]).

4.4 Влияние летучих веществ (кроме водяного пара)

4.4.1 Летучие вещества могут присутствовать в неиспользованных улавливающих средах [3] или могут адсорбироваться средами в процессе отбора проб.

4.4.2 Десорбцию летучих веществ из неиспользованных сред проводят путем их нагревания или обработки кислородной плазмой перед подготовкой к отбору пробы и взвешиванию. Другим решением является корректирование влияния летучих веществ сравнением с холостой пробой (см. раздел 5).

4.4.3 Если летучие вещества, уловленные во время отбора пробы, являются составной частью этой пробы, то для их сохранения (или, по крайней мере, учета их потери) перед взвешиванием используют известные стандартные процедуры, например готовят пробу к взвешиванию в строго установленных условиях.

4.4.4 Если летучие вещества, уловленные во время отбора пробы, частью пробы не являются, то оценить их влияние сложно, если единственной формой анализа является взвешивание. В этом случае рекомендуется использовать несорбирующие среды.

4.5 Механические повреждения

4.5.1 При использовании пылеуловителей из ломких материалов необходимо принимать меры по предотвращению их повреждений.

4.5.2 Пробоотборник должен быть сконструирован таким образом, чтобы исключить повреждение пылеуловителя при его сборке и разборке.

4.5.3 Для выемки и установки фильтров используют пинцет с плоскими губками. Хрупкий пылеуловитель для последующего взвешивания может быть помещен в форму из неокисляющегося металла.

4.5.4 Не допускают контакта рук, не защищенных перчатками, с частями пробоотборника, подлежащими взвешиванию.

4.5.5 Перчатки не должны оставлять следов на частях, подлежащих взвешиванию.

4.5.6 Все работы проводят в чистом помещении.

4.6 Выталкивающая сила воздуха

Поправку на выталкивающую силу воздуха (см. [8]) вычисляют как произведение плотности воздуха на объем вытесненного воздуха. Поправку не применяют для объектов малого объема, таких как мембранный фильтр диаметром 37 мм, но ее необходимо учитывать, когда взвешиваемый объект является достаточно большим (например, если взвешиванию подлежит фильтродержатель, а сравнение с холостой пробой не используют). Например, если объем взвешиваемого объекта превышает 0,1 см³, а разность давлений, при которых проводят взвешивания, составляет около 10 % (если процедуру взвешивания проводят на разных высотах), то корректирующая поправка может составить до 0,1 мг. При необходимости введения поправки на выталкивающую силу воздуха регистрируют атмосферное давление и температуру воздуха в момент взвешивания.

5 Внесение поправки на нестабильность массы путем использования холостых проб

5.1 Общие положения

Существуют разные способы уменьшения нестабильности массы (см. [12] — [20]). Наиболее часто применяемый на практике способ уменьшения погрешностей из-за нестабильности массы — использование холостых проб. Вносимая поправка на нестабильность массы зависит от конкретного применения и должна следовать описанной процедуре. Суть состоит в следующем. Чистый пылеуловитель должен находиться в условиях реальной среды отбора пробы, но без прогонки через него анализируемого воздуха. Поправку рассчитывают, вычитая среднее изменение массы чистого пылеуловителя из изменения массы пылеуловителя, использованного для отбора пробы. Следует иметь в виду, что данная процедура не позволяет рассчитать поправку точно, если в воздухе содержатся капли воды или другие летучие вещества. Пробоотборник, используемый для отбора холостой пробы, должен быть парным пробоотборнику, используемому для отбора реальной пробы, т.е. если взвешиванию подлежит пробоотборник, состоящий из фильтра в фильтродержателе, то при взвешивании реальной и холостой пробы должен быть использован один и тот же тип фильтра в фильтродержателе.

П р и м е ч а н и е — Использование холостых проб обычно позволяет нивелировать различие фильтров от разных изготовителей.

5.2 Минимальное число холостых проб

Рекомендуется, чтобы на каждые 10 реальных проб приходилась, по крайней мере, одна холостая проба. Используемые в настоящее время схемы измерений требуют от одной до четырех холостых проб в партии пылеуловителей. Эффект увеличения числа холостых проб рассмотрен в приложении А.

5.3 Время и последовательность взвешивания

Холостые пробы чередуют с реальными пробами до и после отбора проб для обнаружения систематических изменений массы (например, обусловленных сорбцией или испарением загрязнителя за время взвешивания).

5.4 Время подготовки пробы к взвешиванию

Время подготовки пробы, необходимое для достижения равновесия пробы с окружающей средой в месте взвешивания, может варьироваться от нескольких часов до нескольких недель, в зависимости от особенностей среды для отбора проб. Как правило, при отборе пробы в рабочей зоне подготовку осуществляют за одну ночь. Введение поправок с использованием холостых проб особенно важно для сред с продолжительным периодом установления равновесия.

5.5 Условия хранения

Неиспользованные пылеуловители до взвешивания и кондиционирования хранят в чистой лаборатории, где условия окружающей среды незначительно отличаются от условий весовой комнаты. После первого взвешивания пылеуловители хранят вместе с взвешенными холостыми пробами и используют в пределах установленного срока годности. Требования к сроку годности и условиям хранения должны составлять часть методики анализа.

П р и м е ч а н и е — Срок годности зависит от улавливающей среды, условий хранения, материала фильтродержателя и значений LOQ или LOD.

Контрольные пробы хранят вместе с взвешенными чистыми пылеуловителями в чистой лаборатории в условиях, незначительно отличающихся от условий весовой комнаты. Если фильтры и фильтродержатель хранят вместе, между ними возможен массоперенос.

6 Транспортирование проб в лабораторию

6.1 Общие положения

Требования к транспортированию проб составляют часть методики выполнения измерений. Необходимо удостовериться, что процедура транспортирования позволяет избежать значительных потерь массы пробы. Проверка сохранности пробы при транспортировании приведена в приложении D.

Основные проблемы, встречающиеся в ходе обработки и транспортирования уловленного материала, следующие:

- осыпание с пылеуловителя (в случае, если фильтр отделяется от фильтродержателя) в транспортный контейнер, что приводит к потере части массы пробы;
- загрязнение фильтродержателя и крышки (если она имеется), которое может привести к увеличению погрешности, в том случае, если они являются частью пылеуловителя;
- попадание части пыли при отсутствии крышки из фильтродержателя в контейнер для транспортирования;
- попадание пыли с фильтродержателя на пылеуловитель.

П р и м е ч а н и е — Вопросы транспортирования проб приведены в [12] и [13].

6.2 Рекомендации по упаковке

6.2.1 Фильтр для отбора пробы, не закрепленный в фильтродержателе, транспортируют в чашке Петри, оловянном или другом закрытом контейнере.

6.2.2 Рекомендуется, чтобы подлежащие транспортированию фильтродержатели с закрепленными в них фильтрами имели крышки. Если проба состоит из всей пыли, осевшей внутри фильтродержателя (с фильтром), то пыль, выпавшую из фильтродержателя на крышку во время транспортирования, также необходимо взвешивать.

6.2.3 Запечатанные пылеуловители транспортируют в соответствующем контейнере или пакете. Дно, верх и стены контейнера должны быть выложены губчатым материалом (предпочтительно электропроводящим), который смягчает транспортную тряску и тем самым защищает пробы при транспортировании.

6.2.4 Должны быть приняты меры, предотвращающие чрезмерное нагревание или охлаждение проб во время транспортирования.

П р и м е ч а н и я

1 Для транспортирования нестабильных частиц или биологических материалов используют специальные процедуры.

2 При возможной потере пыли с пылеуловителя ее транспортирование осуществляют в контейнере, который также должен быть взвешен.

7 Оборудование для взвешивания, методика взвешивания

7.1 Весы

Весы выбирают в зависимости от применяемых пределов количественного определения (см. раздел 8) и максимальной массы, подлежащей взвешиванию.

При отборе проб воздуха рабочей зоны используют весы, позволяющие измерить массу с точностью до пяти или шести значащих цифр. Весы периодически калибруют с использованием образцовых мер массы.

П р и м е ч а н и е — Результаты сравнения рабочих характеристик различных весов приведены в [5]. В одном из экспериментов были проведены повторные взвешивания фильтров диаметром 25 мм, которые в период

между взвешиваниями хранили в вентилируемых жестяных коробках в нестрого контролируемых условиях. Сравнивали весы, измеряющие с погрешностью до 1 мкг (шесть значащих цифр), и весы с погрешностью до 10 мкг (пять значащих цифр). Был сделан вывод, что использование более точных весов позволило в два раза уменьшить стандартное отклонение в условиях повторяемости. Промежуточная прецизионность в пределах суток меньше, чем в интервале несколько суток, но именно она важна с точки зрения точности измерений, так как дополнительная межсуточная изменчивость корректируется применением холостых проб (см. [11]).

7.2 Рекомендации по контролю условий взвешивания

7.2.1 Уравновешивание и взвешивание пробы проводят в одних и тех же условиях, т.е. в одной весовой комнате или термокамере. Постоянные условия окружающей среды поддерживают одним из следующих способов:

- весы, пробы и персонал, проводящий взвешивание, постоянно находятся в весовой комнате;
- весы и пробы находятся в термокамере с контролируемыми параметрами окружающей среды, которая, в свою очередь, находится в чистой лаборатории.

Примечание — В ряде случаев параметры окружающей среды можно поддерживать на постоянном уровне без принудительного кондиционирования. Но в общем качество гравиметрического анализа в сильной степени зависит от качества контроля окружающих условий.

7.2.2 Контроль температуры и влажности в термокамере или весовой комнате необходим в случае анализа проб, чувствительных к этим факторам (т.е. гигроскопичных). Температуру поддерживают постоянной в пределах $\pm 2^\circ\text{C}$, относительную влажность — в пределах $\pm 5\%$. Заданные температура и влажность должны находиться в рабочем диапазоне, рекомендуемом изготовителем весов (например, $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ для температуры и $(50 \pm 5)\%$ — для RH). Взвешивание не рекомендуется проводить в сухой атмосфере (при относительной влажности менее 20 %), т. к. в таких условиях повышается вероятность накопления на пробах электростатического электричества. Применяемая система контроля окружающих условий должна обладать способностью компенсировать влияние источников тепла и влаги, какими являются, например, работающий персонал или применяемые электроприборы (см. [3]).

Примечание — Кондиционировать воздух в термокамере нет необходимости, т.к. в нее можно впускать через приточно-вытяжную систему отфильтрованный лабораторный воздух.

7.2.3 Содержание твердых частиц в воздухе весовой комнаты или термокамеры для взвешивания должно быть сведено к минимуму с помощью фильтрации.

7.2.4 Подаваемый свежий воздух не должен воздействовать на здоровье и безопасность персонала, работающего в весовой комнате или лаборатории. Турбулентное движение воздуха, вызванное вентиляцией или средствами контроля влажности в весовой комнате или термокамере, должно быть минимальным, чтобы избежать его влияния на показания весов.

7.3 Другие требования к оборудованию

В местах установки весов должна отсутствовать вибрация (например, вследствие работы лифтов или машин вращательного действия). Чтобы уменьшить передаваемую вибрацию, весы можно устанавливать на массивный стол (например, сделанный из двухсоткилограммового блока мрамора). Место для взвешивания должно быть удалено от дверей, окон, воздуховодов, источников излучения (светового, электромагнитного, теплового), например сушильных шкафов. Весы должны быть обеспечены стабильным электропитанием.

7.4 Методика

7.4.1 Методика проведения взвешивания должна быть документирована.

7.4.2 Период приведения пробы в равновесие по отношению к температуре и влажности весовой комнаты или термокамеры должен быть выбран в зависимости от пробы. Пробы держат в чистых контейнерах, но открытых для доступа воздуха.

Примечание — Для проб, отобранных во влажной атмосфере и содержащих избыток влаги, иногда перед приведением в равновесие используют осушку (см. [21] — [23]).

7.4.3 Непосредственно перед помещением пробы на чашу весов ее следует, по возможности, освободить от статического электричества, например внутрь термокамеры может быть помещен нейтрализатор статического электричества.

7.4.4 Показания весов снимают только после их стабилизации.

7.4.5 При необходимости переустанавливают нуль.

П р и м е ч а н и е — Иногда по аномальным показаниям весов можно судить о дефекте взвешиваемого пылеуловителя.

8 Рекомендации по представлению результатов измерений

8.1 Если измеренная масса превышает значение предела количественного определения LOQ (см. приложения А — С), то это указывают в протоколе измерений.

8.2 Если измеренная масса находится в интервале между значениями предела обнаружения LOD (см. приложения А — С) и LOQ, то, приводя результат измерений, этот факт указывают в протоколе измерений.

8.3 Если измеренная масса меньше значения LOD, то в протоколе указывают только этот факт без приведения результата измерений.

П р и м е ч а н и я

1 При превышении значения LOD вероятность ложного обнаружения составляет менее 1 % (если оценка точности метода проводилась с использованием максимального числа степеней свободы, т.е. 25, как установлено в приложениях А — С).

2 Иногда полученные в серии измерений значения массы взвешенных частиц можно использовать для подтверждения присутствия этих частиц даже в том случае, если результат каждого отдельного измерения не превышает LOD. В данном случае в протоколе указывают фактические значения результатов измерений.

8.4 Значения LOD и LOQ должны быть определены и приведены в протоколе. Методы определения LOD и LOQ этих величин приведены в приложениях А — С.

Приложение А
(обязательное)

Оценка погрешностей измерений

А.1 Обозначения и сокращения

В настоящем приложении применены следующие обозначения и сокращения:

CV_{\max}	—	максимальное относительное стандартное отклонение, допустимое при количественном определении собранной массы;
LOD	—	значение предела обнаружения ($3 s_w$), выраженное в микрограммах;
$LOD_{1-\gamma}$	—	граница доверительного интервала LOD, выраженная в микрограммах;
LOQ	—	значение предела количественного определения ($10 s_w$), выраженное в микрограммах;
$LOQ_{1-\gamma}$	—	значение доверительного интервала LOQ, выраженное в микрограммах;
N_b	—	число чистых пылеуловителей в партии;
b	—	индекс партии, принимающий значения от 1 до B ;
B	—	число партий пылеуловителей, используемых для оценки точности метода;
f	—	номер пылеуловителя, принимающий значения от 1 до F ;
F	—	число пылеуловителей (например, фильтров) в каждой партии, используемых при оценке точности метода;
s	—	оценка σ , выраженная в микрограммах;
s_w	—	оценка σ_w , выраженная в микрограммах;
U	—	расширенная неопределенность;
α	—	вероятность ошибки 1-го рода (ложного обнаружения);
β	—	среднее изменение массы пылеуловителя во время эксперимента по оценке точности метода;
Δm_{fb}	—	изменение массы пылеуловителя, выраженное в микрограммах;
ε_{fb}	—	остаточная случайная переменная изменения массы пылеуловителя, имеющая дисперсию σ^2 и выраженная в микрограммах;
ε_b	—	случайное изменение массы пылеуловителя, характеризующее промежуточную прецизионность (от партии к партии) и выраженное в микрограммах;
γ	—	вероятность ошибки при оценке точности метода;
ν	—	число степеней свободы при оценке точности метода;
σ	—	неснижаемое ¹⁾ стандартное отклонение единичного измерения изменения массы, выраженное в микрограммах;
$\sigma_{1-\gamma}$	—	граница доверительного интервала для оценки σ , выраженная в микрограммах;
σ_w	—	стандартное отклонение оценки собранной массы, выраженное в микрограммах;
Φ	—	функция распределения Гаусса;
χ^2	—	Хи-квадрат распределение случайной величины;
$\chi^2_{\gamma, \nu}$	—	квантиль χ^2 -распределения.

А.2 Неопределенность оценки массы

А.2.1 Общие положения

Стандартная неопределенность s_w оценки собранной массы уловленных частиц зависит от числа холостых проб (предпочтительны холостые пробы в условиях применения), используемых для вычисления поправки на коррелированное изменение улавливающей среды, на которую отбирают пробу. Оценку стандартного отклонения собранной массы s_w определяют через расширенную оценку результатов с применением многократных измерений холостых проб. Оценка s_w необходима для вычисления предела обнаружения $LOD = 3 s_w$ и предела количественного определения $LOQ = 10 s_w$ метода.

В приложении В величина LOD выражена через вероятность ложного обнаружения, а LOQ — через точность получаемой оценки. Пример оценки метода приведен в приложении С.

П р и м е ч а н и е — s_w соответствует суммарной стандартной неопределенности по [24].

¹⁾ Точность оценки результата измерений не может быть улучшена посредством дополнительных измерений (например, сравнением с результатами измерений холостых проб).

A.2.2 Отсутствие холостых проб

Данную схему измерений обычно не используют, поскольку она не обладает достаточной точностью. Помимо того, что стандартная неопределенность σ_w слишком велика, получение ее оценки весьма затруднено и требует проведения большого числа повторных измерений проб в разные дни. В промежутке между измерениями пробы должны находиться в реальных условиях для учета влияния факторов окружающей среды на пылеуловитель (см. [25]). Из-за сложности учета всех реальных условий достоверность оценки может быть низкой. Кроме того, оценка, полученная по результатам парных взвешиваний (до и после отбора пробы), может содержать систематическую погрешность, значение которой трудно определить.

A.2.3 Использование холостых проб

В случае если на одну реальную пробу приходится N_b холостых проб, дисперсию оценки массы реальной пробы вычисляют по формуле

$$\sigma_w^2 = \sigma^2 [1 + (1/N_b)]. \quad (\text{A.1})$$

Значение σ^2 является неснижаемой дисперсией оценки, полученной по результатам двух взвешиваний (до и после отбора пробы). Первый член в формуле (A.1) указывает на то, что определяется изменение массы единичной пробы. Коэффициент $1/N_b$ количественно определяет, насколько точность оценки изменения массы зависит от числа холостых проб. При $N_b \geq 2$ можно установить правило, при каких условиях результаты измерений холостых проб считают недостоверными (в случае больших расхождений в результатах измерений). При $N_b \geq 3$ можно установить правило исключения выбросов среди холостых проб.

П р и м е ч а н и я

- 1 Для снижения случайных ошибок показаний можно проводить усреднение по нескольким снятым показаниям.
- 2 Лабораторные холостые пробы иногда используют вместо холостых проб в условиях применения, если есть основания считать, что неопределенность процедуры взвешивания является представительной для этих условий.

A.3 Оценка стандартной неопределенности σ

Неопределенность σ , необходимую для вычислений по формуле (A.1), оценивают на основе ряда экспериментов по оценке метода. Ниже рассмотрен один из способов получения оценки σ , но существуют и эквивалентные способы, которые также могут быть применены. Подготовка и взвешиванию подлежит партия, состоящая не менее чем из шести чистых пылеуловителей. Пылеуловители помещают в чистые контейнеры для транспортирования или пробоотборные насадки и выносят их из весовой комнаты или термокамеры на соответствующий период времени. Если условия, в которых происходит обработка и отбор проб, оказывают влияние на материал пробы, всю партию необходимо поместить в те же условия, не допуская воздействия пыли, на стандартный период отбора пробы. Данную процедуру повторяют еще для не менее четырех партий чистых пылеуловителей. На проведение этих операций требуется не менее пяти дней.

Затем для F пылеуловителей (например, $F = 6$), взвешенных дважды в каждой из B партий (например, $B = 5$), получают результаты изменений массы $\{\Delta m_{fb}\}$, $f = 1, \dots, F$; $b = 1, \dots, B$. Тогда Δm_{fb} можно представить в виде:

$$\Delta m_{fb} = \beta + \varepsilon_b + \varepsilon_{fb}, \quad (\text{A.2})$$

где β — среднее увеличение массы по всем холостым пробам;

ε_b — случайная составляющая с нулевым средним и предполагаемым нормальным распределением, выражающая изменчивость между партиями;

ε_{fb} — случайная составляющая измерения разности масс пылеуловителя в пределах одной партии.

Последнее слагаемое формулы (A.2) является именно той величиной, статистические характеристики которой представляют интерес. Предполагается, что распределение ε_{fb} близко к нормальному, имеет нулевое среднее значение и стандартное отклонение σ . Поскольку источником ε_{fb} помимо неопределенности измерительной системы являются также случайные вариации изменения массы чистого пылеуловителя в условиях эксперимента, то эта неопределенность, как правило, превышает неопределенность разности результатов двух взвешиваний образцовых мер массы.

П р и м е ч а н и я

- 1 Связь размеров фильтров, пористого материала или фильтродержателя с изменением условий окружающей среды считают несущественной.
- 2 Неопределенность результатов взвешивания может меняться в зависимости от времени года.

Для каждой партии b вычисляют оценку s_b величины σ по формуле

$$s_b^2 = (F - 1)^{-1} \sum (\Delta m_{fb} - \Delta m_b)^2, \quad (\text{A.3})$$

где суммирование осуществляют по индексу холостой пробы f в партии b ,

Δm_b — среднее изменение массы чистого пылеуловителя в партии. После получения оценки стандартного отклонения для одной партии вычисляют среднее значение стандартного отклонения для всех партий по формуле

$$s^2 = B^{-1} \sum s_b^2. \quad (\text{A.4})$$

Число степеней свободы вычисляют по формуле

$$\nu = (F - 1) B.$$

В приложении С приведен пример оценки σ .

П р и м е ч а н и е — Почти идентичный эксперимент по оценке описан в [25].

A.4 Оценка s_w

С учетом формулы (A.1) неопределенность оценки s_w вычисляют по формуле

$$s_w^2 = s^2 [1 + (1/N_b)]. \quad (\text{A.5})$$

A.5 Предел обнаружения

Предел обнаружения LOD (см. [26] — [29]) вычисляют по формуле

$$LOD = 3 s_w. \quad (\text{A.6})$$

Можно утверждать, что в пробе присутствуют уловленные частицы, если измеренное значение превышает LOD. Обоснованность такого заключения рассмотрена в приложении В.

A.6 Предел количественного определения

Если стандартная неопределенность σ_w постоянна при небольших нагрузках, то предел количественного определения LOQ (в отсутствие систематической погрешности) вычисляют по формуле

$$LOQ \equiv 10 s_w. \quad (\text{A.7})$$

П р и м е ч а н и е — При отборе аэрозольных проб единственной известной причиной непостоянства σ_w при малых нагрузках является изменчивость свойств самого улавливающего материала. Количественное описание этого требует статистического моделирования изменения этих свойств и в настоящем стандарте не рассматривается (см. 4.4.3).

Приложение В
(справочное)

Интерпретации LOD и LOQ

В.1 Вероятность ложного обнаружения при использовании LOD

Предполагается, что при малых размерах пробы неопределенность σ_w от массы пробы не зависит. Заданную вероятность ложного обнаружения (например 5 %) обозначают α . Если значение σ_w известно точно (чего на практике быть не может), то соответствующий данному α идеальный предел обнаружения LOD_{ideal} вычисляют по формуле

$$LOD_{ideal} \equiv \Phi^{-1}[1 - \alpha] \sigma_w, \quad (B.1)$$

где Φ — гауссовская функция распределения (если истинная масса уловленных частиц равна нулю, а заключение об их обнаружении делают на основе превышения значения LOD_{ideal} , то доля таких ложных обнаружений не превышает α).

Однако в общем случае точное значение σ_w не известно и вместо него используют оценку s_w со степенями свободы ν (например 25). Тогда величина $\nu s_w^2 / \sigma_w^2$ будет распределена по закону χ^2 со степенями свободы ν . Для заданной доверительной вероятности $(1 - \gamma)$ (например, 95 %) границу одностороннего доверительного интервала для σ_w вычисляют по формуле

$$\sigma_{1-\gamma} = \sqrt{\nu / \chi_{\gamma, \nu}^2} s_w, \quad (B.2)$$

где $\chi_{\gamma, \nu}^2$ определяют из таблиц χ^2 -распределения и определяют в неявном виде как значение, для которого выполнено условие:

$$\text{prob}[\chi^2 > \chi_{\gamma, \nu}^2] = 1 - \gamma. \quad (B.3)$$

В результате получают, что LOD_{ideal} с вероятностью $(1 - \gamma)$ не превышает значения, вычисленного по формуле

$$LOD_{1-\gamma} \equiv \sqrt{\nu / \chi_{\gamma, \nu}^2} \cdot \Phi^{-1}[1 - \alpha] \cdot s_w. \quad (B.4)$$

Если в качестве порогового значения используют $LOD_{1-\gamma}$ (вместо LOD_{ideal}), то получают, что вероятность ложного обнаружения не будет превышать α с вероятностью $(1 - \gamma)$. Значение α можно вычислить, приравняв значения LOD из формулы (A.6) и $LOD_{1-\gamma}$ из формулы (B.4):

$$\sqrt{\nu / \chi_{\gamma, \nu}^2} \Phi^{-1}[1 - \alpha] = 3. \quad (B.5)$$

Из формулы (B.5) следует, что при $\gamma = 5\%$ (что соответствует доверительной вероятности 95 %) и $\nu = 25$ (как в предложенном эксперименте по оценке системы) вероятность ложного обнаружения будет менее 1 %. Отметим, что если среднее значение массы уловленных частиц в пробе равно LOD , тогда вследствие симметричности распределения неисключенных погрешностей измерения вероятность ложного необнаружения (ошибка 2-го рода) составляет 50 %.

В.2 Интерпретация LOQ

Подобно тому, как в (B.1) было определено идеальное значение LOD_{ideal} , идеальное значение LOQ_{ideal} предела количественного определения вычисляют по формуле

$$LOQ_{ideal} \equiv \sigma_w / CV_{max}, \quad (B.6)$$

где CV_{max} — максимальное допустимое при количественном анализе относительное стандартное отклонение погрешности измерений.

Тогда $(1 - \gamma)$ — доверительную границу вычисляют по формуле

$$LOQ_{1-\gamma} \equiv \sqrt{\nu / \chi_{\gamma, \nu}^2} s_w / CV_{max}. \quad (B.7)$$

Приравнявая значения LOQ из формулы (A.7) и $LOQ_{1-\gamma}$ из формулы (B.7), получают $(1 - \gamma)$ — доверительный интервал для CV_{max} :

$$CV_{max} = \sqrt{\nu / \chi_{\gamma, \nu}^2} / 10. \quad (B.8)$$

Приняв $(1 - \gamma) = 0,95$ и $\nu = 25$, получают, что в случае превышения массы уловленных частиц значения LOQ относительное стандартное отклонение погрешности измерений не превысит 13 %.

П р и м е ч а н и я

1 Требование, чтобы условие $CV < 13\%$ выполнялось с 95 %-ной вероятностью (для методов, не содержащих систематическую погрешность), приведено в [29] — [32].

2 Выполнение условия $CV < 13\%$ обеспечивает и соответствие требованию, чтобы расширенная неопределенность оценки (при отсутствии систематической погрешности и значительных ошибок негравиметрической природы при массах, превышающих значение LOQ) не превышала 30 % (см. ЕН 482).

3 Если нормы содержания в воздухе взвешенных частиц (на рабочем месте или в окружающей среде) установлены менее значения LOQ, то это означает необходимость разработки более точного метода оценки.

4 Хотя в случае проб небольшой массы погрешность взвешивания может быть преобладающей, существуют и другие источники погрешности, связанные с процедурами отбора проб и анализа. Такие погрешности могут возникнуть от нескольких источников:

- отклонения скорости потока, создаваемого насосом, при отборе проб;
- флуктуации воздушного потока (в случае отбора проб с внутренним аэродинамическим разделением);
- изменения геометрических размеров пробоотборника;
- электростатических эффектов, возникающих во время отбора проб;
- отклонения принятых условий отбора проб.

5 Приведенная интерпретация LOD и LOQ близка к концепции «доверительного интервала». Утверждение об обнаружении чего-либо (в данном случае взвешенных частиц) всегда имеет вероятностный характер. Возможно использование другой измерительной схемы, если риск ложного обнаружения оценивают для каждого результата измерения массы. Однако чтобы этот риск был относительно невелик, необходимо для каждого такого измерения использовать очень большое количество холостых проб, что неоправданно с экономической точки зрения.

Приложение С
(справочное)

Пример оценки метода

В настоящем приложении рассмотрены результаты численного моделирования эксперимента по определению точности измерения (некоторой) системой. В таблице С.1 приведены значения изменений массы пылеуловителя для разных партий, рассматриваемых как независимые случайные величины (колонки соответствуют номеру пылеуловителя данной партии, а строки — отдельным партиям). В процессе моделирования предполагалось, что среднее по всем партиям приращение массы пылеуловителя составляет 5 мкг, стандартное отклонение среднего значения для отдельной партии, характеризующее изменчивость между партиями, — 5 мкг, стандартное отклонение результата однократного взвешивания — 5 мкг. Это означает, что истинное значение оцениваемого по экспериментальным данным параметра — стандартного отклонения σ разности масс пылеуловителя в пределах одной партии — равно $\sqrt{2} \cdot 5$ мкг или приблизительно 7,1 мкг. Число степеней свободы при оценке σ в данном примере — 25.

Т а б л и ц а С.1 — Результаты измерений приращения массы пылеуловителя

Партия	Приращение массы пылеуловителя, мкг						Оценка дисперсии s_b^2 , мкг ²
	1	2	3	4	5	6	
1	21	21	15	18	14	18	8,6
2	−4	−11	2	2	−6	2	30
3	9	22	−12	0	12	12	140
4	−2	6	20	6	8	6	51
5	−11	11	4	5	0	1	54
Среднее значение оценок дисперсии s^2 , мкг ²							56

Квадратный корень из среднего значения оценок дисперсий по всем партиям является оценкой стандартного отклонения изменения массы пылеуловителя в партии. Например,

$$s = \sqrt{56} = 7,5,$$

что хорошо согласуется с истинным значением 7,1 мкг.

Из формулы (В.2) получаем границу 95 %-ного доверительного интервала:

$$s_{95\%} = \sqrt{25/14,61} \cdot 7,5 = 9,8.$$

Предположив, что для каждой партии использованы три холостые пробы, получают (из формулы А.5) оценку неопределенности измерений массы:

$$s_w = 8,6.$$

Это дает следующие значения пределов обнаружения LOD и количественного определения LOQ [см. формулы (А.6) и (А.7) соответственно]:

$$LOD = 26;$$

$$LOQ = 86.$$

Приложение D
(обязательное)**Проверка сохранности пробы при транспортировании****D.1 Общие положения**

Целью настоящей проверки является снижение погрешности измерения массы, обусловленной либо потерями материала пробы, либо загрязнением пылеуловителя в процессе транспортирования проб в лабораторию. Процедура проверки, приведенная в настоящем стандарте, отличается от той, что установлена в ЕН 13205 (приложение D), поскольку большинство лабораторий не имеет возможностей для производства в этих целях порошка монодисперсного оксида алюминия. В отличие от настоящего стандарта ЕН 13205 требует:

- а) использовать смесь монодисперсного оксида алюминия вместо «реальной» пыли;
- б) применять вибростол, воспроизводящий орбитальные траектории движения для имитации процесса транспортирования, вместо «реального» транспортирования собранной пробы;
- с) чтобы максимальная масса уловленных частиц не превосходила значения, определяемого умножением производительности насоса пробоотборника на восемь часов работы и на предельно допустимую концентрацию взвешенных частиц (5 мг/м^3 или 10 мг/м^3).

D.2 Методика

D.2.1 В соответствии с применяемой в лаборатории методикой измерений взвешивают не менее 30 пылеуловителей, а также дополнительно пылеуловители, которые будут использованы для холостых проб.

D.2.2 Осаждают пыль на пылеуловители, составляющие, по крайней мере, три группы по 10 пылеуловителей в каждой, причем масса пыли на пылеуловителе каждой группы равна:

- а) пределу количественного определения для используемой в лаборатории методики измерений;
- б) максимальному значению массы уловленной пыли, допускаемому методикой измерений;
- с) полусумме значений, указанных в перечислениях а) и б).

D.2.3 Вместо монодисперсных частиц используют пыль с непрерывным распределением размера частиц, включая частицы меньшего и большего размера, чем ожидаемые по результатам предварительного отбора проб в соответствии с условиями отбора проб. Пыль должна быть нелетучей, химически нейтральной, нелипкой и негигроскопичной. Пыль необязательно осаждают в лаборатории. Допускается осаждение пыли на пылеуловители на рабочем месте, однако необходимо проявлять осторожность, чтобы избежать при переносе проб в лабораторию потери частиц, которые наиболее легко могут быть потеряны при транспортировании.

D.2.4 Пылеуловители взвешивают в соответствии с методикой измерений.

D.2.5 Пылеуловители упаковывают в соответствии с методикой измерений.

D.2.6 Отправляют контейнеры для транспортирования почтой, через службу доставки или собственным транспортом конечного потребителя (в зависимости от того, какой из способов обычно использует лаборатория в своей практике) к доверенному грузополучателю. Грузополучатель, не вскрывая упаковку, должен вернуть пылеуловители тем же способом обратно в лабораторию.

D.2.7 Пылеуловители, на которые была осаждена пыль, и пылеуловители холостой пробы взвешивают в соответствии с методикой измерений.

D.2.8 Определяют относительные потери при транспортировании для каждой из трех групп.

D.3 Требования

D.3.1 Относительные потери пыли при транспортировании должны составлять менее 5 %.

D.3.2 Фиксируют границы диапазона масс, для которых выполняются требования D.3.1.

Приложение Е
(справочное)

**Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным
международным (региональным) стандартам**

Т а б л и ц а Е.1

Обозначение ссылочного международного (регионального) стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 7708:1995	ГОСТ ИСО 7708—2006 Определение гранулометрического состава частиц при санитарно-гигиеническом контроле
ЕН 482:1994	*
ЕН 13205:2001	*
* Соответствующий национальный или межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского стандарта.	

Библиография

- [1] Smith J.P., Bartley D.L., and Kennedy E. Laboratory investigation of the mass stability of sampling cassettes from inhalable aerosol samplers. Amer. Ind. Hyg. Assoc. J., 1998
- [2] Gonzalez-Fernandez E. Sampling of contaminants with membrane filters: their various applications and analysis method. Offprint of report presented at the I. Ibero-American Congress on the Environment, 1975
- [3] Kauffer E., Vigneron J.C., and Fabries J.F. Mass concentration measurement of atmospheric airborne pollutants in occupational hygiene: Study of some filtration media. Analisis, 1989
- [4] Lippmann M. Air Sampling Instruments for Evaluation of Atmospheric Contaminants. Cohen, B.S., and Hering, S.V., eds., ACGIH, Cincinnati, 1995
- [5] Vaughan N.P., Milligan B.D., and Ogden T.L. Filter weighing reproducibility and the gravimetric limit. Ann. occup. Hyg, 1989
- [6] Mark D. Problems associated with the use of membrane filters for dust sampling when compositional analysis is required. Ann. occup. Hyg, 1974
- [7] Engelbrecht D.R., Cahill T.A., and Feeney P.J. Electrostatic effects on gravimetric analysis of membrane filters. J. Air Pollution Control Assoc., 1980
- [8] Schoonover R.M., and Jones F.E. Anal. Chem., 1981
- [9] Chen C.-C. and Baron P.A. Aspiration efficiency and inlet wall deposition in the fiber sampling cassette. Amer. Ind. Hyg. Assoc., 1996
- [10] Demuyne M. Determination of irreversible absorption of water by cellulose filters. Atmospheric Environment, 1975
- [11] Feeney P.J., Cahill T.A., Olivera J. and Guidar R. Gravimetric determination of mass on lightly loaded membrane filters. J. Air Pollution Control Assoc., 1984
- [12] Awan S. and Burgess G. The effect of Storage, Handling and Transport Traumas on Filter-Mounted Dusts. Ann. occup. Hyg, 1996
- [13] Van Tongeren M.J.A., Gardiner K. and Calvert I.A. An Assessment of the Weight-Loss in Transit of Filters loaded with Carbon Black. Ann. occup. Hyg, 1994
- [14] Christenson B. Weighing of membrane filters. Internrapport 106, Aerosol Section, National Bureau of Occupational Safety and Health, Stockholm, 1984
- [15] DIN 1319, Fundamentals of Meteorology. Part 1: Basic terminology; Part 2: Concepts for the use of measuring equipment; Part 3: Evaluation of measurements of a single measurand, measurement uncertainty
- [16] Health and Safety Executive (HSE), Gravimetric analysis of filters, foams and impactor substrates. Aerosols, Standard Operating Procedure/A7, United Kingdom
- [17] NF X 43-257 Gravimetric determination of the mass of sampled aerosol, AFNOR, France
- [18] INSHT, Filter Weighing for Dust Sampling — Standard Operating Procedure. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo, Spain
- [19] INSHT, Sampling and Analysis methods, Determination of particulate matter (total and respirable fraction) in the air — Gravimetric method. MTA/MA — 014/A88. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo, Spain
- [20] Draft U.N.E. Standard, Determination of particulate matter (inhalable and respirable fractions) in the air — Gravimetric method)

- [21] Charell P.R. and Hawley R.E. Characteristics of water adsorption on air sampling filters. Amer. Ind. Hyg. Assoc. J., 1981
- [22] Grogin P.W. and Pannell M.A. Elimination of desiccation of 37 mm PVC filters used in dust collection. Internal report, Los Alamos National Laboratory
- [23] Pannell M.A. and Grogin P.W. An investigation of sample weight loss from air filter samples. Internal report, Los Alamos National Laboratory
- [24] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), 1993, BIPM, IEC IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML
- [25] Arroyo Buezo C. The gravimetric detection limit, presented at the XIVth World Congress on Occupational Safety and Health. Available from the Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo, Baracaldo, Spain
- [26] American Chemical Society (ACS). Principles of environmental analysis, Subcommittee on Environmental Improvement, Anal. Chem., 1983
- [27] Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, Analyst, 1987
- [28] Lehmann E., Fronlich N., Heidemanns G. and Hansen M. Gravimetric filter analysis as a simple method for dust measurements — Applicability and limitations, 1992
- [29] Kennedy E.R., Fischbach T.J., Song R., Eller P.M., Shulman S.A. Limits of detection and quantification, Appendix 3, Guidelines for Air Sampling and Analytical Method Development and Evaluation, DHHS (NIOSH) Pub. No. 95 — 117, Cincinnati, 1995
- [30] Busch K.A. SPC Statistical Protocol, in Documentation of the NIOSH Validation Tests, Taylor D.G., Kupel R.E. and Bryant J.M., DHEW, eds. (NIOSH) Pub. No. 77 — 185, Cincinnati, 1977
- [31] NIOSH Manual of Analytical Methods, ed. Eller, P., 4th edn., U.S. Department of Health and Human Services, 1994
- [32] OSHA Technical Manual, Personal sampling for air contaminant, U.S. Department of Labor, OSHA Instruction CPL 2-2.20

УДК 504.3:006.354

ОКК 13.040

T58

Ключевые слова: воздух, рабочая зона, взвешенные частицы, пылеуловитель, подготовка к взвешиванию, точность взвешивания, нестабильность массы

Редактор *О.В. Гелемеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 28.03.2007. Подписано в печать 26.04.2007. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,70. Тираж 504 экз. Зак. 354. С 3976.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.