ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 15767— 2012

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Контроль и оценка неопределенности взвешивания проб аэрозолей

ISO 15767:2009

Workplace atmospheres — Controlling and characterizing uncertainty in weighing collected aerosols

(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (АНО «НИЦ КД») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного 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 19 ноября 2012 г. № 937-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 15767:2009 «Воздух рабочей зоны. Контроль и оценка неопределенности взвешивания проб аэрозолей» (ISO 15767:2009 «Workplace atmospheres — Controlling and characterizing uncertainty in weighing collected aerosols»)

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р ИСО 15767—2007

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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 Термины и определения . . . 1
3 Причины нестабильности массы и способы ее уменьшения . . . 2
3.1 Общие положения . . . 2
3.2 Влагопоглощение . . . 2
3.3 Влияние статического электричества . . . 3
3.4 Влияние летучих соединений (кроме водяного пара) . . . 3
3.5 Механические повреждения . . . 3
3.6 Выталкивающая сила воздуха . . . 4
4 Внесение поправки на нестабильность массы с использованием холостых проб . . . 4
4.1 Общие положения . . . 4
4.2 Минимальное число холостых проб . . . 4
4.3 Продолжительность и последовательность взвешивания . . . 4
4.4 Продолжительность подготовки пробы к взвешиванию . . . 5
4.5 Условия хранения . . . 5
5 Транспортирование проб в лабораторию . . . 5
5.1 Общие положения . . . 5
5.2 Рекомендации по упаковке . . . 5
6 Оборудование для взвешивания, методика взвешивания . . . 6
6.1 Весы . . . 6
6.2 Рекомендации по контролю условий взвешивания . . . 6
6.3 Другие требования к оборудованию . . . 6
6.4 Методика . . . 6
7 Рекомендации по представлению результатов измерений массы с учетом предела обнаружения и предела количественного определения . . . 7
8 Оценка неопределенности метода аналитической процедуры взвешивания пылеуловителей . . . 7
8.1 Введение . . . 7
8.2 Оценка внутрилабораторного стандартного отклонения s_w, полученного за длительный период . . . 8
9 Подтверждение достоверности ранее определенной оценки неопределенности измерений . . . 8
9.1 Непрерывное определение внутрилабораторной воспроизводимости . . . 8
9.2 Участие лаборатории в проверке квалификации персонала . . . 8
9.3 Внутрилабораторная проверка неопределенности взвешивания . . . 8
Приложение А (обязательное) Оценка неопределенности взвешивания уловленных аэрозолей . . . 9
Приложение В (справочное) Интерпретация предела обнаружения и предела количественного определения . . . 12
Приложение С (справочное) Пример оценки метода . . . 14
Приложение D (обязательное) Проверка сохранности пробы при транспортировании . . . 15
Приложение Е (справочное) Проверка неопределенности взвешивания . . . 16
Приложение F (справочное) Неопределенность весов . . . 17
Библиография . . . 18

Введение

Для оценки воздействия аэрозолей, присутствующих в воздухе рабочей зоны, на здоровье работников проводят отбор проб аэрозолей с помощью пылеуловителя и последующий анализ собранных частиц. Масса пылеуловителя, как правило, во много раз (10, 20 или более) больше массы пробы аэрозоля. Поэтому взвешивание пробы аэрозоля более целесообразно, чем дифференциальное взвешивание пылеуловителя в том случае, если проба аэрозоля существенно его повреждает. Результаты взвешивания обычно представляют собой оценку содержания взвешенных частиц в воздухе. Точность оценки зависит от ряда факторов, в том числе от типа используемого специфического метода анализа.

В настоящем стандарте рассмотрен наиболее часто применяемый метод определения содержания аэрозолей, основанный на взвешивании отобранной пробы. Гравиметрический метод анализа технически достаточно прост, но при его применении имеют место погрешности, связанные с нестабильностью массы пылеуловителя и других элементов, подлежащих взвешиванию. Например, гравиметрический метод реализован в устройствах для отбора проб аэрозолей в соответствии с нормативом по вдыхаемой фракции. В пробоотборниках некоторых типов для оценки содержания взвешенных частиц фильтр взвешивают вместе с картриджем. Поэтому если в промежутках между взвешиваниями пылеуловитель, например, улавливает или теряет влагу, то это может привести к дополнительной погрешности. В настоящем стандарте рассмотрены возможные погрешности и приведены способы их уменьшения.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Контроль и оценка неопределенности взвешивания проб аэрозолей

Workplace atmospheres. Controlling and characterizing uncertainty in weighing collected aerosols

Дата введения — 2013—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает рекомендации по снижению неопределенности, связанной со взвешиванием проб аэрозолей и обусловленной нестабильностью улавливающего материала, подлежащего взвешиванию. Под улавливающим материалом или пылеуловителем понимают любое средство, предназначенное для улавливания частиц, взвешенных в воздухе (например, фильтр, пористый материал), а также элементы пробоотборника, которые должны быть взвешены.

Настоящий стандарт применяют к результатам, взятым из литературных источников, а также (где это возможно и необходимо) к результатам лабораторных экспериментов. Ожидаемую неопределенность конкретных методов отбора проб аэрозолей по возможности оценивают количественно. В стандарте также приведены рекомендации по выбору улавливающего материала, описаны способы уменьшения неопределенности, связанной с нестабильностью массы частиц, приведены рекомендации по методике взвешивания и оценки ее неопределенности. Также приведены рекомендации по представлению результатов измерений массы с учетом их неопределенности и пределов обнаружения и количественного определения.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

2.1 **проба аэрозолей** (aerosol sample): Частицы аэрозоля, собранные на пылеуловитель или картридж.

2.2 **пылеуловитель** (collection substrate): Фильтрующий материал для отбора проб аэрозолей, пористый материал, пластина импактора или другая седиментационная пластина с устройством для установки в пробоотборниках, например картриджем (при его применении), подлежащие в процессе анализа взвешиванию как одно целое вместе с пробой аэрозоля (при ее наличии).

Примечание — В других случаях пластиковый фильтродержатель открытого или закрытого типа для фильтров диаметром 25 или 37 мм, часто используемый для отбора проб всей пыли, не рассматривают как часть пылеуловителя, так как он не подлежит взвешиванию.

2.3 **патрон пылеуловителя** (substrate holder): Патрон, предназначенный, главным образом, для размещения пылеуловителя (любого типа), при этом взвешиванию (анализу) подлежит только осадок на пылеуловителе.

2.4 **фильтродержатель** (filter holder): Держатель пылеуловителя, предназначенный для поддержки фильтра, при этом взвешиванию (анализу) подлежит только осадок на фильтре.

2.5 **картридж** (sampling cassette): Пылеуловитель вместе с каким-либо держателем, применяемые и анализируемые (взвешиваемые) как одно целое.

Издание официальное

2.6 **период установления равновесия** (equilibration time): Постоянная времени, зависящая от типа пылеуловителя и характеризующая процесс приближения (по закону, близкому к экспоненциальному) массы улавливающего материала к постоянному значению.

Примечания

1 Постоянная времени может быть определена как отношение среднего отклонения массы пылеуловителя от постоянного значения к средней скорости потери или увеличения массы, усредненной за любой период времени.

2 В некоторых особых случаях для описания процесса приближения к равновесию необходимы несколько независимых постоянных времени.

3 Период установления равновесия может составлять от нескольких секунд до нескольких недель.

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

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

2.9 **чистый пылеуловитель** (blank collection substrate): Улавливающий материал или пылеуловитель из той же партии, что и пылеуловители для отбора проб, но не использованный для отбора пробы.

2.10 **предел обнаружения [*LOD*]** (limit of detection [*LOD*]): Утроенное значение оцененного стандартного отклонения результата измерения массы пробы аэрозоля (после внесения поправок, определенных по результатам повторного взвешивания пылеуловителя до и после отбора проб и на основе сравнения с холостыми пробами).

Примечание — При вычислении *LOD* таким способом не будут учтены источники изменчивости, не связанные со взвешиванием.

2.11 **вероятность ложного обнаружения** (false positive rate): Доля ошибочных утверждений о присутствии пробы аэрозоля на пылеуловителе.

Примечание — В приложении В приведена методика оценки вероятности ложного обнаружения для таких утверждений.

2.12 **предел количественного определения [*LOQ*]** (limit of quantification [*LOQ*]):Оценка стандартного отклонения массы пробы, умноженная на десять.

Примечание — Значение *LOQ* используют в качестве порогового значения, при превышении которого массу уловленных частиц количественно определяют с установленной точностью (см. приложение В).

2.13 **составляющая неопределенности u_w** (uncertainty component u_w): Оцененное стандартное отклонение массы пробы аэрозоля.

Примечание — Способы оценки неопределенности — в соответствии с приложением А и [30].

3 Причины нестабильности массы и способы ее уменьшения

3.1 Общие положения

Изменение массы пылеуловителя с уловленными частицами аэрозоля обусловлено рядом причин (см. [1]—[14]), наиболее важные из которых рассмотрены в настоящем разделе.

3.2 Влагопоглощение

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

3.2.2 Влагопоглощение можно уменьшить использованием негигроскопичных материалов. Однако в некоторых случаях такие материалы использовать нельзя. Перечень пылеуловителей, наиболее часто применяемых для отбора проб аэрозолей, с указанием их влагопоглощающей способности приведен в таблице 1.

Таблица 1 — Влагопоглощение некоторых материалов, используемых для отбора аэрозольных проб

Тип пылеуловителя или патрона	Влагопоглощение			
	очень низкое	низкое	высокое	очень высокое
Фильтр из целлюлозного волокна			*	
Фильтр из стекловолокна		*		
Фильтр из кварцевого волокна		*		
Мембранный фильтр из эфиров целлюлозы			*	
Фильтр из политетрафторэтилена	*			
Мембранный фильтр из поливинилхлорида		*	*	
Поликарбонатный фильтр	*			
Серебряный мембранный фильтр	*			
Пенополиуретан				*
Промасленная полиэтилентерефталатная пленка		*	*	
Промасленная алюминиевая фольга		*		
Полимер, армированный углеволокном				*
Алюминиевый патрон		*	*	
Патрон из нержавеющей стали	*			

Примечания

1 Более подробные сведения по перечисленным материалам содержатся в [2]—[4]. Кроме того, влагопоглощение фильтров из одного и того же материала, но изготовленных разными производителями, может различаться в широких пределах (см. [5]).

2 Для многих пылеуловителей наблюдается взаимосвязь между гигроскопичностью материала и его электропроводимостью (см. [9]). Это следует иметь в виду, выбирая пылеуловители с низкой гигроскопичностью.

3 На гигроскопичность пылеуловителей влияет также их предварительная подготовка, например нанесение на пленку масла.

3.3 Влияние статического электричества

Статическое электричество часто создает проблемы при взвешивании. Его влияние можно свести к минимуму путем разрядки пылеуловителя с использованием плазменного источника ионов или радиоактивного источника непосредственно перед взвешиванием или во время него. Другим решением проблемы может быть применение токопроводящих материалов (см. [7]).

3.4 Влияние летучих соединений (кроме водяного пара)

3.4.1 Летучие соединения могут присутствовать в неиспользованных улавливающих материалах (см. [3]) или могут быть адсорбированы ими в процессе отбора проб.

3.4.2 Десорбцию летучих соединений с неиспользованных материалов проводят путем их нагревания или обработки кислородной плазмой перед подготовкой к отбору проб и взвешиванию. В качестве альтернативы влияние летучих соединений может быть скорректировано на основе сравнения с холостой пробой (см. раздел 4).

3.4.3 Если летучие соединения, уловленные во время отбора проб, являются частью предполагаемой пробы аэрозоля, то, для сведения к минимуму потерь (или, по крайней мере, их учета) перед взвешиванием пробы, используют стандартные документированные процедуры, например подготавливают ее в строго установленных условиях.

3.4.4 Если летучие соединения, уловленные во время отбора проб, не являются частью предполагаемой пробы аэрозоля, то оценить их влияние сложно, когда единственной формой анализа является взвешивание. В этом случае рекомендуется использовать пылеуловители, не сорбирующие летучие соединения.

3.5 Механические повреждения

3.5.1 При использовании пылеуловителей из хрупких материалов, таких как кварцевое волокно, необходимо принимать меры по предотвращению их механического повреждения.

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

3.5.3 Для выемки и установки фильтров используют пинцет с плоскими губками. Для взвешивания пылеуловителей из хрупкого материала могут быть использованы тигли из неокисляющегося металла.

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

3.5.5 При использовании перчаток необходимо следить за тем, чтобы они не оставляли следы на частях, подлежащих взвешиванию.

3.5.6 Все работы следует проводить в чистом помещении во избежание загрязнения.

3.6 Выталкивающая сила воздуха

Поправку на выталкивающую силу воздуха (см. [8]) вычисляют как произведение объема вытесненного воздуха на его плотность. Поправку не применяют для объектов малого объема, таких как мембранный фильтр диаметром 37 мм. Однако в некоторых случаях (например, взвешиванию подлежит картридж, а сравнение с холостой пробой не применяют), когда объем взвешиваемого объекта большой, вводят поправку. Например если объем взвешиваемого объекта превышает 0,1 $см^3$, а давление, при котором проводят взвешивание, различается приблизительно на 10 % (взвешивание проводят на разных высотах), то значение поправки может составить до 0,1 мг. При введении поправки на выталкивающую силу воздуха регистрируют атмосферное давление и температуру окружающего воздуха в момент взвешивания.

4 Внесение поправки на нестабильность массы с использованием холостых проб

4.1 Общие положения

4.1.1 Существуют разные способы учета нестабильности массы (см. [15]—[25]). Наиболее часто применяемый на практике способ учета погрешностей из-за нестабильности массы — использование холостых проб. Поправка на нестабильность массы зависит от конкретного применения, и ее вносят в соответствии с описанной процедурой. Основные принципы следующие. Чистый пылеуловитель должен находиться в реальных условиях отбора проб, но при этом анализируемый воздух через него не пропускают. Поправку определяют вычитанием среднего изменения массы чистого пылеуловителя из изменения массы пылеуловителя с пробой аэрозоля. Следует учитывать, что данная процедура не обеспечивает точного вычисления поправки, если в воздухе присутствуют капли воды или другие летучие соединения. Особым образом рассматривают случаи, когда проба аэрозоля адсорбирует воду, например, если адсорбируемую воду необходимо учитывать. Пробоотборник, используемый для отбора холостой пробы, должен быть парным пробоотборнику, используемому для отбора реальной пробы, т. е. если взвешиванию подлежит картридж с фильтром, то для отбора холостой пробы применяют картридж такого же типа.

4.1.2 В качестве альтернативы может быть применено взвешивание двух предварительно отобранных фильтров одинаковой массы, которые устанавливают друг за другом, при этом фильтр, расположенный ниже по потоку, используют для отбора холостой пробы. Массу уловленного аэрозоля вычисляют простым вычитанием массы холостого фильтра из массы фильтра с пробой на основе двух, а не четырех измерений. В данном случае неопределенность оценивают в соответствии с настоящим стандартом, но при этом учитывают оценку неопределенности совпадения фильтров, проводимую перед отбором проб.

4.1.3 В других случаях для исключения погрешностей, возникающих при обращении с холостой пробой (за счет высокого значения *LOD*) изначально моделируют равновесную массу фильтра с учетом влажности. Масса впоследствии оценивается с учетом поправки на влажность при применении взвешивания.

4.2 Минимальное число холостых проб

Рекомендуется, чтобы на каждые десять реальных проб приходилась по крайней мере одна холостая проба. В используемых в настоящее время измерениях требуется от одной до четырех холостых проб на партию пылеуловителей. В приложении А рассмотрены преимущества применения большого числа холостых проб.

4.3 Продолжительность и последовательность взвешивания

Холостые и реальные пробы чередуют до и после отбора проб для обнаружения систематических изменений массы пылеуловителя (например, обусловленных сорбцией или испарением загрязняющего вещества во время взвешивания).

4.4 Продолжительность подготовки пробы к взвешиванию

Продолжительность кондиционирования пробы, необходимого для достижения равновесия пробы с окружающей средой в месте взвешивания, может составлять от нескольких часов до нескольких недель или более, в зависимости от свойств материала пылеуловителя. Как правило, при отборе проб в рабочей зоне с использованием фильтров достаточно кондиционирования в течение одной ночи. Введение поправок с использованием холостых проб особенно важно для пылеуловителей с продолжительным периодом установления равновесия.

4.5 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 со взвешенными холостыми пробами и используют в пределах установленного срока хранения. Требования к сроку годности и условиям хранения должны быть установлены в методике анализа.

Примечание — Срок хранения зависит от свойств улавливающего материала, условий хранения, материала патрона или фильтродержателя и значений *LOQ* или *LOD*.

Пылеуловители с пробами аэрозолей хранят вместе со взвешенными чистыми пылеуловителями в чистой лаборатории в условиях, незначительно отличающихся от условий весовой комнаты. Если фильтры хранят в фильтродержателях, то следует иметь в виду, что между ними возможен массоперенос.

5 Транспортирование проб в лабораторию

5.1 Общие положения

Требования к транспортированию пылеуловителей с пробами аэрозоля должны быть установлены в документированной методике измерений. Необходимо проверить, что транспортирование позволяет избежать значительных потерь массы пробы. Методика проверки сохранности пробы при транспортировании приведена в приложении D.

Основные проблемы, имеющие место при обработке пылеуловителей с пробами и их транспортировании, следующие:

- если пылеуловитель необходимо вынуть из патрона, то при этом уловленная пыль может попасть в контейнер для транспортирования, что приведет к потере пробы;
- с другой стороны, загрязнение картриджа может привести к значительному увеличению погрешности, поскольку его взвешивают вместе с пылеуловителем;
- если картридж транспортируют без крышки, то уловленная пыль может попасть в контейнер для транспортирования;
- пыль с патрона может попасть на пылеуловитель.

Примечание — Проблемы, связанные с потерями при транспортировании пробы, приведены в [15] и [16].

5.2 Рекомендации по упаковке

5.2.1 Пылеуловители без картриджей транспортируют в чашках Петри, тиглях или других закрытых контейнерах, обеспечивающих предотвращение контакта с поверхностью пылеуловителя.

5.2.2 Рекомендуется транспортировать картриджи с установленными в них фильтрами, закрытые крышками. Если проба аэрозоля должна содержать пыль, осевшую на картридже (с фильтром), то пыль, попавшую из картриджа на крышку при транспортировании, также необходимо взвешивать.

5.2.3 Запечатанные пылеуловители транспортируют в соответствующем контейнере или пакете. Дно, крышка и стенки контейнера должны быть футерованы губчатым материалом (предпочтительно токопроводящим), который амортизирует механические удары и тем самым защищает пробы аэрозоля при транспортировании.

5.2.4 Следует принимать меры по предотвращению чрезмерного нагревания или охлаждения проб при их транспортировании.

Примечания

1 При транспортировании нестабильных частиц или биологических материалов обычно следуют специальным процедурам/методикам.

2 При возможной потере пыли с пылеуловителя при его транспортировании потери массы можно учесть, используя для транспортирования пылеуловителя взвешенный контейнер.

6 Оборудование для взвешивания, методика взвешивания

6.1 Весы

Весы подбирают в зависимости от типа задачи. Выбор весов зависит от применяемых пределов количественного определения (см. раздел 7) и максимальной массы взвешиваемого пылеуловителя.

При отборе проб воздуха рабочей зоны используют весы, позволяющие измерять массу с погрешностью от 1 до 10 мкг. Весы периодически градуируют с использованием эталонных мер массы.

Примечание — Метрологические характеристики 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. Стандартное отклонение, оцененное по результатам измерений, было меньше, чем при усредненном для нескольких суток, но именно оно важно с точки зрения точности измерений, т. к. дополнительная межсуточная изменчивость корректируется применением холостых проб (см. [11]).

6.2 Рекомендации по контролю условий взвешивания

6.2.1 Приведение пробы в равновесие и ее взвешивание следует проводить в одних и тех же условиях, т. е. в одной и той же комнате или камере. Постоянные условия окружающей среды обеспечивают за счет того, что весы, пробы и персонал, проводящий взвешивание:

- постоянно находятся в весовой комнате;
- находятся в весовой комнате с контролируемыми параметрами окружающей среды, которая, в свою очередь, находится в чистой лаборатории.

Примечание — В ряде случаев параметры окружающей среды можно поддерживать на соответствующем уровне без принудительного кондиционирования. Тем не менее качество гравиметрического анализа в значительной степени зависит от качества контроля окружающих условий.

6.2.2 Контроль температуры и влажности в весовой комнате или помещении для взвешивания необходим при анализе проб аэрозоля, чувствительных к этим факторам (т. е. гигроскопичных). В этом случае температуру окружающей среды поддерживают постоянной в пределах $\pm$ 2 °С, относительную влажность — в пределах $\pm$ 5 %. Заданные температура и влажность должны находиться в рабочем диапазоне, рекомендуемом изготовителем весов (например, (20 $\pm$ 2) °С для температуры окружающей среды и (50 $\pm$ 5) % для относительной влажности). Следует избегать взвешивания в очень сухой среде (при относительной влажности менее 20 %), поскольку в таких условиях увеличивается вероятность накопления на пробах статического электричества. Применяемая система контроля параметров окружающей среды должна обеспечивать компенсацию влияний источников тепла и влаги, какими являются, например, персонал лаборатории или работающие электроприборы (см. [3]).

Примечание — Кондиционировать воздух в весовой комнате нет необходимости, т. к. в нее можно подавать через приточно-вытяжную вентиляцию отфильтрованный лабораторный воздух.

6.2.3 Содержание твердых частиц в воздухе весовой комнаты или климатической камеры должно быть сведено к минимуму с помощью фильтрации (например, с помощью высокоэффективного сухого воздушного фильтра).

6.2.4 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 климатической камере, должно быть сведено к минимуму во избежание его влияния на показания весов.

6.3 Другие требования к оборудованию

В местах установки весов должна отсутствовать вибрация (например, вызванная работой лифтов или вращающихся механизмов машин). Для уменьшения передаваемой вибрации весы устанавливают на массивный стол (например, изготовленный из блока мрамора массой 200 кг). Место для взвешивания должно быть удалено от дверей, окон, воздуховодов, источников излучения, таких как прямой солнечный свет, сушильных шкафов. Весы должны быть обеспечены стабильным электропитанием и размещены на расстоянии от источников сильного электромагнитного излучения.

6.4 Методика

6.4.1 Методика взвешивания должна быть документирована.

6.4.2 Период приведения пробы в равновесие с температурой и влажностью в весовой комнате или климатической камере должен быть подобран в зависимости от пылеуловителя и пробы аэрозоля. Пылеуловители и пробы аэрозоля хранят в чистых контейнерах, открытых для доступа воздуха для обеспечения равновесия.

Примечание — Иногда перед приведением в равновесие пылеуловителей или проб аэрозоля, отобранных во влажной среде, применяют осушку для удаления избытка влаги (см. [26]—[29]).

6.4.3 Непосредственно перед помещением пылеуловителя на чашу весов следует (по возможности) удалить электростатические заряды с пылеуловителя и пробы аэрозоля. Например, внутрь корпуса весов может быть помещен нейтрализатор статического электричества.

6.4.4 Показания весов снимают только после их стабилизации.

6.4.5 При необходимости переустанавливают нуль.

Примечание — Иногда по аномальному значению начальной массы можно судить о дефекте взвешиваемого пылеуловителя.

7 Рекомендации по представлению результатов измерений массы с учетом предела обнаружения и предела количественного определения

Форма протокола с результатами взвешивания зависит от конкретного случая. Ниже приведены основные положения, которые должны быть указаны в протоколе.

7.1 Если полученное значение массы превышает *LOQ* (см. приложения А—С), то это указывают в протоколе измерений.

7.2 Если полученное значение массы находится в интервале между значениями *LOD* и *LOQ* (см. приложения А—С), то это должно быть указано в протоколе измерений.

7.3 Если полученное значение массы меньше *LOD*, то в протоколе измерений следует это указать без приведения результата измерений.

Примечания

1 При превышении *LOD* вероятность ложного обнаружения составляет не более 1 %, если метод был оценен с использованием максимального числа степеней свободы (25), как в примерах, приведенных в приложениях А—С.

2 В некоторых случаях серии полученных значений массы, не превышающих *LOD*, можно использовать для подтверждения наличия частиц аэрозолей, даже когда результат каждого отдельного измерения слишком мал, чтобы это подтверждение было достоверным. В данном случае в протоколе указывают фактически полученные значения массы (даже если они отрицательны).

7.4 Значения *LOD* и *LOQ* должны быть определены и приведены в протоколе. Соответствующие методы определения *LOD* и *LOQ* приведены в приложениях А—С.

7.5 Также в протоколе измерений следует привести значение составляющей неопределенности u_w (см. раздел 8).

8 Оценка неопределенности метода аналитической процедуры взвешивания пылеуловителей

8.1 Введение

8.1.1 В качестве неопределенности взвешивания u_w применяют оцененное внутрилабораторное стандартное отклонение s_w массы пробы аэрозоля с учетом поправки на холостую пробу.

8.1.2 Неопределенность, связанную с градуировкой весов, обычно не учитывают (см. приложение F).

8.1.3 Величина u_w — это составляющая неопределенности, на основе которой при объединении с другими составляющими неопределенности оценивают суммарную неопределенность u_c и расширенную неопределенность U (обычно равную $2 \times u_s$) всей методики измерений (см. [30] и [42]). Кроме взвешивания, источниками изменчивости могут быть:

- смещение скорости потока используемого побудителя расхода;
- пульсации/колебания потока (при отборе проб с внутренним аэродинамическим разделением);
- изменения физического размера/физических параметров пробоотборника;
- электростатические эффекты при отборе проб или
- смещение, связанное с соответствием отбора проб нормативу.

8.1.4 При низкой нагрузке пылеуловителя, если изменчивость, связанная с взвешиванием, значительно выше неопределенности, связанной с другими источниками изменчивости, то $u_c \rightarrow u_w$.

8.2 Оценка внутрилабораторного стандартного отклонения s_w, полученного за длительный период

8.2.1 Это стандартное отклонение определяют по методике, описанной в приложении А, а вычисляют по формулам (А.3)—(А.5). Взвешивание контрольных пылеуловителей проводят периодически на протяжении года, в течение которого в лаборатории обычно взвешивают пылеуловители.

Примечание — Если в летние месяцы взвешивание проводят очень редко, то этот период не рассматривают.

8.2.2 Со всеми контрольными пылеуловителями обращаются так же, как с пылеуловителями, предназначенными для отбора проб.

8.2.3 Период времени между взвешиваниями пылеуловителя, до и после отбора проб для каждой партии контрольных пылеуловителей, должен быть равен номинальному (максимальному) сроку годности пылеуловителей, установленному для данной лаборатории.

8.2.4 В период между взвешиваниями пылеуловителей, до и после отбора проб, их помещают в обычный контейнер, используемый в лаборатории, как в случае их транспортирования. Контейнер для транспортирования с контрольными пылеуловителями должен находиться в лаборатории, но вне весовой комнаты/климатической камеры в период между взвешиваниями.

8.2.5 Если после предварительного взвешивания пылеуловители не устанавливают в пробоотборники в лаборатории, проводящей испытание, то каждый пылеуловитель следует однократно установить в пробоотборник на период, равный рекомендуемой продолжительности отбора проб, т. е. обычно от 4 до 8 ч, на данном этапе испытания.

9 Подтверждение достоверности ранее определенной оценки неопределенности измерений

9.1 Непрерывное определение внутрилабораторной воспроизводимости

Каждый год следует заново проводить, по крайней мере, одну серию экспериментов, приведенную в А.3. Если вновь полученные результаты экспериментов по взвешиванию пылеуловителей до и после отбора проб лучше соответствуют требованиям к внутрилабораторной воспроизводимости, то ранее полученные результаты удаляют из базы данных и заменяют на новые.

9.2 Участие лаборатории в проверке квалификации персонала

Если существует группа лабораторий, аккредитованных в области взвешивания пылеуловителей конкретного типа, то обычно этой группой разрабатывается план проверки квалификации персонала, требующий обязательного участия каждой лаборатории, входящей в эту группу.

9.3 Внутрилабораторная проверка неопределенности взвешивания

Если лаборатории необходимо проверить неопределенность взвешивания, то это может быть осуществлено по методике, приведенной в приложении Е.

Приложение А
(обязательное)

Оценка неопределенности взвешивания уловленных аэрозолей

А.1 Символы и обозначения

В настоящем приложении и приложении В применены следующие символы и обозначения:

A — коэффициент охвата, характеризующий интервал вокруг истинных значений, содержащий заданную долю результатов измерений;

b — индекс партии (1, ..., B);

B — число партий пылеуловителей, используемых при оценке точности метода;

f — номер пылеуловителя (1, ..., F);

F — число пылеуловителей (например, фильтров) в каждой партии, используемых при оценке точности метода;

LOD — значение предела обнаружения ($3s_w$), выраженное в микрограммах;

LOQ — значение предела количественного определения ($10s_w$), выраженное в микрограммах;

N_b — число чистых пылеуловителей в партии;

s — оценка стандартного отклонения σ;

s_w — оценка стандартного отклонения σ_w;

u_c — суммарная неопределенность (включая источники неопределенности, не связанные со взвешиванием);

u_w — составляющая неопределенности взвешивания уловленных аэрозолей: принимается равной оценке стандартного отклонения s_w, выраженной в микрограммах;

U — расширенная неопределенность (охватывающая источники неопределенности, не связанные со взвешиванием) (см. А.2.1);

α — вероятность ложного обнаружения (см. приложение В);

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 с дисперсией σ^2, выраженная в микрограммах;

ε_b — случайное изменение массы пылеуловителя, характеризующее промежуточную прецизионность (от партии к партии), выраженное в микрограммах;

γ — дополнительная степень достоверности (достоверность) при оценке точности метода;

ν — число степеней свободы при оценке точности метода;

σ — неснижаемое[1)] стандартное отклонение единичного измерения изменения массы, выраженное в микрограммах;

σ_w — стандартное отклонение оценки собранной массы, выраженное в микрограммах;

Φ — функция распределения Гаусса;

χ^2 — Хи-квадрат распределение случайной величины;

$\chi_{\gamma\nu}{}^2$ — квантиль χ^2-распределения.

А.2 Компонент неопределенности u_w оценки массы

А.2.1 Общие положения

Дисперсия σ_w^2 оценки массы уловленных частиц аэрозоля зависит от числа холостых проб (предпочтительно холостых проб для условий применения), используемых для вычисления поправки на коррелированное изменение массы улавливающего материала. Неопределенность массы уловленных частиц u_w принимают равной оценке s_w стандартного отклонения σ_w. Оценку s_w определяют в соответствии с настоящим приложением на основе расширенной оценки результатов взвешивания холостых проб. Кроме составляющей неопределенности u_w (равной s_w) для вычисления предела обнаружения $LOD = 3s_w$ и предела количественного определения $LOQ = 10s_w$ метода необходима оценка s_w.

В приложении В физический смысл величины LOD интерпретирован на основе понятия вероятности ложного обнаружения, а LOQ — на основе коэффициента охвата. Пример при известном уровне доверия для оценки метода приведен в приложении С.

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

А.2.2 Отсутствие холостых проб

Измерения без применения холостых проб обычно не проводят из-за дополнительной неопределенности (однако см. 4.1.3 и [26]). Кроме 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. Следуя такой последовательности измерений, можно оценить составляющую неопределенности u_w. Из-за сложности учета всех реальных условий достоверность оценки может быть низкой. Кроме того, оценка, полученная по результатам парных взвешиваний (до и после отбора проб), может содержать систематическую погрешность, значение которой трудно определить.

А.2.3 Одна и более холостых проб

Если на одну реальную пробу приходится N_b холостых проб, то дисперсию оценки массы реальной пробы вычисляют по формуле

$$\sigma_w^2 = \sigma^2[1 + (1/N_b)]. \qquad (A.1)$$

Значение σ^2 является неснижаемой дисперсией оценки, полученной по результатам двух взвешиваний (до и после отбора пробы). Первый член в формуле (А.1) отражает тот факт, что определяется изменение массы единичной аэрозольной пробы. Коэффициент $1/N_b$ количественно определяет, насколько точность оценки изменения массы зависит от числа холостых проб, что может привести к значительному уменьшению суммарной погрешности. При $N_b = 2$ можно установить критерии, на основании которых результаты измерений для проб аэрозоля могут быть признаны недостоверными (значительно отличаются результаты взвешивания холостых проб). При $N_b = 3$ можно установить правило исключения выбросов среди холостых проб.

Примечания

1 Для снижения неопределенности (погрешности) при работе с весами можно проводить усреднение по нескольким снятым показаниям.

2 Лабораторные холостые пробы иногда используют вместо холостых проб в условиях применения, если можно подтвердить, что масса лабораторных холостых проб постоянна во времени и дисперсия результатов взвешивания в лаборатории является представительной для этих условий.

А.3 Определение неснижаемого стандартного отклонения изменения массы *s*

Дисперсию σ^2, необходимую для вычислений по формуле (А.1), оценивают на основе серии экспериментов по оценке точности метода. Ниже рассмотрен один из способов получения оценки σ, но могут быть разработаны и другие эквивалентные способы. Подготавливают и взвешивают партию, по крайней мере, из шести, а предпочтительно порядка десяти чистых пылеуловителей. Пылеуловители помещают в чистые контейнеры для транспортирования или пробоотборные насадки и выносят их из весовой комнаты или вынимают из климатической камеры на соответствующее время (см. 8.2). Если условия подготовки и отбора проб оказывают влияние на улавливающий материал, то все пылеуловители из партии следует поместить в одинаковые условия (не допуская воздействия на них пыли) на стандартный период отбора проб. Процедуру повторяют, по крайней мере, для четырех партий чистых пылеуловителей. Обычно в течение года должно быть испытано как минимум пять различных партий чистых пылеуловителей (см. 8.2).

Затем для F пылеуловителей (например, 6), взвешенных дважды в каждой из B партий (например, 5), получают результаты измерений изменения массы $\{\Delta m_{fb}\}$,

$f = 1, \ldots, F$; $b = 1, \ldots, B$. Тогда Δm_{fb} можно представить в виде:

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

где β — среднее приращение массы по всем холостым пробам;

ε_b — случайная переменная с нулевым средним в предположении нормального распределения, характеризующая изменчивость от партии к партии;

ε_{fb} — случайная переменная, характеризующая изменчивость измерения массы пылеуловителя на основе разности масс чистых пылеуловителей из одной партии.

Последнее слагаемое формулы (А.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. Следует учитывать, что σ включает некоррелируемую изменчивость улавливаемого материала, а также погрешность весов, поэтому ее значение, как правило, будет больше неопределенности разности результатов двух взвешиваний образцовых мер массы.

Примечания

1 Зависимость размера фильтров, пористого материала или картриджа от 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

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

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

Δm_b — среднее изменение массы чистого пылеуловителя в партии.

По полученным значениям оценки стандартного отклонения для каждой партии вычисляют среднее стандартное отклонение для всех партий по формуле

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

Число степеней свободы вычисляют по формуле

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

В приложении С приведен пример оценки σ.

Примечание — Описание идентичного эксперимента по оценке метода приведено в [28].

А.4 Стандартное отклонение s_w, необходимое для введения поправки на холостую пробу

Исходя из вышеизложенного стандартное отклонение s_w [см. формулу (А.1)] вычисляют по формуле

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

А.5 Предел обнаружения

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

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

Можно утверждать, что в пробе присутствуют уловленные частицы, если полученный результат измерений превышает LOD. Неопределенность связана с утверждениями, описанными в приложении В.

А.6 Предел количественного определения

Если дисперсия σ_w^2 постоянна при небольших нагрузках, то предел количественного определения LOQ вычисляют по формуле

$$LOQ = 10s_w. \quad (A.7)$$

Примечание — При отборе проб аэрозоля единственной известной причиной неопределенности при малой нагрузке является изменчивость свойств самого улавливающего материала. Для количественного описания соответствующей неопределенности требуется статистическое моделирование этой изменчивости, которая не входит в область применения настоящего стандарта (см. 3.4.3).

А.7 Составляющая неопределенности

Составляющая неопределенности u_w принимается равной s_w:

$$u_w = s_w.$$

Приложение В
(справочное)

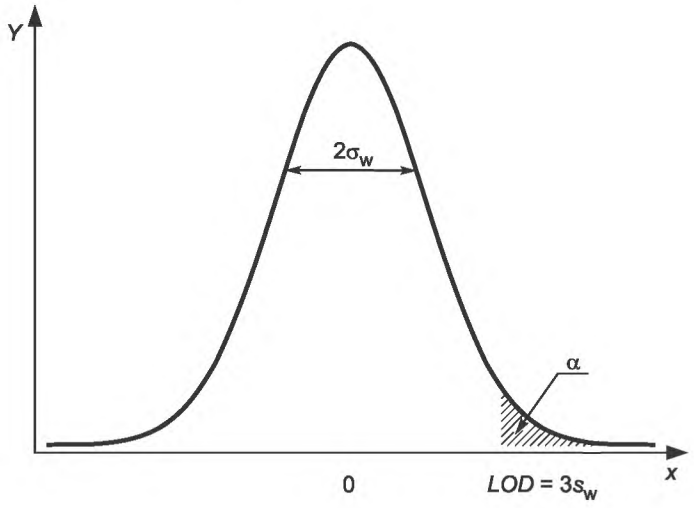
Интерпретация предела обнаружения и предела количественного определения

В.1 Оценка вероятности ложного обнаружения на основе предела обнаружения

Предполагается, что при малой нагрузке пылеуловителя дисперсия σ_w^2 от массы пробы не зависит. Предел обнаружения *LOD* вычисляют по результатам взвешивания по формуле

$$LOD = 3s_w. \quad (B.1)$$

Необходимо отметить, что физический смысл вероятности ложного обнаружения α (например, 2 %), при утверждении о присутствии частиц, проиллюстрирован на рисунке В.1.



X — оценка массы; *Y* — плотность (распределения) вероятности

Примечание — Заштрихованная площадь представляет собой α вероятность ложного обнаружения.

Рисунок В.1 — Предел обнаружения (известный) на кривой (неизвестного) распределением оценок массы

Если Φ — функция распределения Гаусса (например, Φ [1,960] = 97 %, тогда α вычисляют по формуле

$$\alpha = 1 - \Phi(LOD/\sigma_w). \quad (B.2)$$

Стандартное отклонение σ_w не может быть определено точно, но может быть задано в виде неравенства:

$$\sigma_w < s_w/\sqrt{\nu / \chi^2_{\gamma,\nu}}, \quad (B.3)$$

при оценке с уровнем доверительной вероятности $(1-\gamma)$ (например, 95 %). Квантиль $\chi^2_{\gamma\nu}$ -распределения может быть взят из стандартных статистических таблиц, в неявном виде задается как значение, для которого выполняется условие:

$$\text{prob}[\ \chi^2 > \chi^2_{\gamma,\nu}\ ] = 1 - \gamma. \quad (B.4)$$

Вероятность ложного обнаружения α вычисляют по формуле

$$\alpha < 1 - \Phi\ (3/\sqrt{\nu / \chi^2_{\gamma,\nu}}), \quad (B.5)$$

при оценке с доверительной вероятностью $(1-\gamma)$.

Из формулы (В.5) следует, что при γ = 5 % (что соответствует доверительной вероятности 95 %) и числе степеней свободы ν = 25 (как в предложенном эксперименте по оценке методики взвешивания) вероятность ложного обнаружения составляет менее 1 %. Аналогичным образом, если средняя масса пробы равна *LOD*, то вследствие

симметричности распределения неисключенных погрешностей измерения вероятность ложного необнаружения (ошибка 2-го рода) составит 50 %.

В.2 Интерпретация предела количественного определения

LOQ вычисляют аналогичным образом. Для оценки m_{est} действительной массы m с доверительной вероятностью 95 % справедливо:

$$m - 1{,}960\ \sigma_w < m_{est} < m + 1{,}960\ \sigma_w. \quad (B.6)$$

Таким образом, коэффициент охвата A относительно действительного значения m при доверительной вероятности 95 % вычисляют по формуле

$$A = 1{,}960\ \sigma_w / m. \quad (B.7)$$

При m, равном *LOQ*:

$$m = 10 s_w. \quad (B.8)$$

Таким образом, неравенство (В.3) означает, что при уровне $(1 - \gamma)$, соответствующем доверительной вероятности 95 %, коэффициент охвата A может быть задан неравенством:

$$A < \frac{1}{10}\ 1{,}960\ \sqrt{\nu / \chi^2_{\gamma,\nu}}. \quad (B.9)$$

Например, при оценке методики взвешивания с доверительной вероятностью 95 % и $\nu = 25$ 95 % проб с действительными массами, равными *LOQ*, будут находиться в интервале, составляющем ± 25,6 % от действительных значений.

Примечания

1 В соответствии с критерием точности, установленным NIOSH[1)] [35]—[38], должно выполняться условие $A < 25$ % при 95 %-ной доверительной вероятности (для методик, не имеющих неснижаемой неопределенности и систематической погрешности).

2 Аналогично при $A < 25{,}6$ % выполняется требование к расширенной неопределенности и оценке (см. ЕН 482), которая должна соответствовать не более 30 % при отсутствии систематической погрешности и значительных погрешностей, не связанных с взвешиванием, при массе, превышающей *LOQ*). В данном случае расширенную неопределенность обычно принимают равной $2 \times u_c$, где u_c — суммарная неопределенность, объединяющая в себе все составляющие неопределенности.

3 Таким образом, если установленные нормы содержания взвешенных частиц в воздухе (в рабочей зоне или в атмосферном воздухе) меньше *LOQ*, то это может указывать на необходимость усовершенствования методики.

4 Интерпретация *LOD* и *LOQ*, приведенная в настоящем стандарте, связана с понятием «доверительного интервала». Утверждение об обнаружении взвешенных частиц в данном случае всегда связано с доверительной вероятностью метода оценки.

[1)] NIOSH — Национальный институт профессиональной гигиены США.

Приложение С
(справочное)

Пример оценки метода

В таблице С.1 приведен пример типичных результатов эксперимента по определению точности измерения. В заголовках столбцов цифрами указан номер пылеуловителя из данной партии, в строке — номер партии. Для наглядности при моделировании было принято, что среднее приращение массы пылеуловителей во всех партиях 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 разности масс пылеуловителя в пределах одной партии $\sigma = \sqrt{2} \times 5$ мкг = 7,07 мкг.

Число степеней свободы при оценке σ в данном примере — 25.

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

Номер партии	Приращение массы пылеуловителя, мкг						Оценка дисперсии s_b^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
Средняя оценка дисперсии s^2							56

Квадратный корень из среднего значения оценки дисперсии по всем партиям является оценкой стандартного отклонения приращения массы пылеуловителя в партии. Например,

$$u = \sqrt{56} \text{ мкг} = 7{,}5 \text{ мкг, при } \nu = 25,$$

что хорошо согласуется с истинным значением 7,07 мкг.

Предположив, что для каждой партии использованы три холостые пробы, по формуле (А.5) получают оценку составляющей неопределенности u_w измерений массы:

$$u_w = s_w;$$

$$u_w = u\sqrt{1 + 1/3};$$

$$u_w = 8{,}6 \text{ мкг}.$$

В результате значения пределов обнаружения *LOD* и количественного определения *LOQ* [см. формулы (А.6) и (А.7) соответственно] составят:

$$LOD = 26 \text{ мкг};$$

$$LOQ = 86 \text{ мкг}.$$

Приложение D
(обязательное)

Проверка сохранности пробы при транспортировании

D.1 Общие положения

Целью данного испытания является снижение погрешности измерения массы, обусловленной либо потерями массы пробы, либо загрязнением пылеуловителя при транспортировании проб аэрозолей в лабораторию. Методика испытания, приведенная в настоящем стандарте, аналогична методике, установленной в ЕН 13205 (приложение Е). В обязанности персонала лаборатории, в которой проходит взвешивание, входит разработка требований к транспортированию проб аэрозолей и холостых проб из лаборатории и обратно, поэтому лаборатории следует передать заказчику инструкции по транспортированию.

D.2 Методика

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

D.2.2 Осаждают пыль на пылеуловители в сборе, разделенные, по крайней мере, на три группы по 10 пылеуловителей в каждой, при этом масса пыли на каждом пылеуловителе группы должна быть равна:

a) пределу количественного определения для используемой в лаборатории методики измерений;

b) максимальному значению массы уловленной пыли, допускаемому для данной методики измерений;

c) полусумме предельных значений, указанных в перечислениях a) и b).

Предпочтительно устанавливать пылеуловители в рабочей зоне, чтобы в испытании использовалась «реальная» пыль.

D.2.3 Вместо монодисперсных частиц используют пыль с распределением частиц по размерам, которое предпочтительно будет характерно для частиц в воздухе после прохождения его через испытываемый пробоотборник. Пыль должна быть нелетучей, химически нейтральной, нелипкой и негигроскопичной. Необходимо учитывать состав и размер частиц пыли. Например, частицы свинца или бериллия могут слабо удерживаться пылеуловителем, особенно при его высокой загрузке, а дизельная сажа, образующаяся при сгорании дизельного топлива, часто будет сильно связана с пылеуловителем, представляющим собой фильтр из кварцевого волокна. Пыль необязательно осаждают в лаборатории. Допускается осаждение пыли на пылеуловители, установленные в рабочей зоне. Однако необходимо следить за тем, чтобы при переносе проб в лабораторию не происходили потери тех частиц аэрозолей, которые легче всего 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, каким они были доставлены из лаборатории.

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

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

D.3 Требования

D.3.1 Относительная потеря массы пыли при транспортировании должна составлять не более 5 %.

D.3.2 Документируют диапазон значений массы пылеуловителя, для которого выполняется это требование.

Приложение Е
(справочное)

Проверка неопределенности взвешивания

Е.1 Общие положения

Неопределенность взвешивания можно проверить, загрузив пылеуловители с известным количеством соли, посредством нанесения ее водного раствора. Следующая методика подходит для определения внутрилабораторной дисперсии. Более подробно она описана в [40]. Для загрузки подходит пентагидрат тетрабората натрия $Na_2B_4O_7 \cdot 5H_2O$, растворенный в воде, квалификации о. с. ч.

Е.2 Методика

Е.2.1 Растворяют 100 мг пентагидрата тетрабората натрия в 1 $см^3$ воды (о. с. ч.). Следует убедиться в том, что весь осадок перешел в раствор.

Е.2.2 Определяют количество воды, необходимое для нанесения на каждый пылеуловитель для получения осадков требуемой массы.

Е.2.3 Устанавливают пылеуловитель так, чтобы на него можно было нанести жидкость без ее проскока или контакта с нижней поверхностью пылеуловителя.

Е.2.4 Проверяют, чтобы на поглотитель было нанесено необходимое количество жидкости без ее потерь.

Е.2.5 Предварительно взвешивают необходимое число пылеуловителей, в том числе пылеуловители, используемые для получения холостых проб.

Е.2.6 Для получения осадков необходимой массы наносят жидкость, по крайней мере, на семь пылеуловителей. Также наносят одинаковое количество жидкости (без растворенной соли) на чистые пылеуловители. Дают осадкам высохнуть.

Е.2.7 Взвешивают пылеуловители с сухими осадками, в том числе используемые для отбора холостых проб. Определяют увеличение массы для всех пылеуловителей.

Е.3 Анализ

Для каждого количества осажденной соли определяют относительную разность между полученной загрузкой пылеуловителя (определенной по результатам взвешивания) и номинальной загрузкой и отношение стандартного отклонения загрузки пылеуловителя (определенной по результатам взвешивания) к номинальной загрузке. Если какая-либо из этих величин составляет более 0,025 (2,5 %), то это будет свидетельством того, что либо погрешность лабораторной методики взвешивания слишком большая, либо процедура проверки неопределенности в соответствии с настоящим приложением проводилась некорректно.

Приложение F
(справочное)

Неопределенность весов

F.1 Общие положения

Составляющая неопределенности, обусловленная градуировкой весов, осуществляемой производителем, и неточностями самих образцовых мер массы, обычно незначительна по сравнению с изменчивостью массы пылеуловителей во время взвешивания. Это может быть объяснено следующим образом. Полагают, что неопределенность образцовых мер массы, установленная изготовителем весов, может быть взята из таблицы F.1. Далее допускают, что неопределенность взвешивания образцовых мер массы приблизительно равна их неопределенности, указанной изготовителем.

Таблица F.1 — Образцовые меры массы и их неопределенность (стандартное отклонение), установленная изготовителем

Образцовые меры массы, мкг	Неопределенность образцовых мер массы (u_m), мкг
10000	2
100000	3
500000	4
1000000	5
2000000	6
5000000	8

F.2 Анализ

F.2.1 При взвешивании проб аэрозолей собственная масса пылеуловителя всегда во много раз больше массы пробы аэрозоля. Поэтому взвешивание всегда является дифференциальным, т. е. масса пробы аэрозоля представляет собой разность масс пылеуловителя до и после отбора пробы с учетом поправки на изменение массы пылеуловителя при взвешивании. Таким образом, неопределенность u_{cal} массы пробы аэрозоля, обусловленная неточностью градуировки, связана с неопределенностью углового коэффициента градуировочной характеристики весов, а именно:

$$u_{cal} = \sqrt{2 \times V(k)}, \qquad (F.1)$$

где 2 — коэффициент, применяемый для учета неопределенности образцовых мер массы и их измерения при градуировке в соответствии с упрощающим допущением (см. F.1);

$V(k)$ — дисперсия k.

Примечание — Неопределенность градуировки является систематической погрешностью, т. к. она в процессе градуировки проявляет себя как систематическая погрешность при каждом использовании весов в интервалах между градуировками. Систематическую погрешность объединяют с другими составляющими неопределенности, связанными с изменчивостью каждого измерения. Результирующую суммарную неопределенность можно интерпретировать в соответствии с [39] или просто как абстрактный показатель качества.

F.2.2 Самый простой способ вычисления $V(k)$ — моделирование на основе большого числа серий результатов измерений массы с использованием значений u_m, приведенных в таблице F.1. Значение k получают, используя метод взвешенной линейной регрессии для каждой серии, состоящей из шести масс, равных $1/u_m^2$, где u_m берут из таблицы F.1. На основе серии, состоящей приблизительно из 1000 значений k, можно вычислить дисперсию легко и безошибочно.

F.3 Результаты

Методика, описанная в F.2, позволяет получить следующий результат:

$$u_{cal} = \sqrt{2 \times V(k)} = 2 \times 10^{-4}\ \%. \qquad (F.2)$$

Таким образом, эта неопределенность незначительна даже при умножении на 1,960, при условии, что применен коэффициент охвата для уровня доверительной вероятности 95 %.

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.*, 59, 1998, pp. 582—585

[2] Gonzalez-Fernandez E. Toma de muestras de contaminantes con filtros de membrana: sus distintas aplicaciones y métodos de análisis *(Sampling of contaminants with membrane filters: their various applications and analysis methods)*, offprint of report presented at the I. Ibero-American Congress on the Environment, 1975

[3] Kauffer E., Vigneron J.C., and Fabries J.F. Mesure de la concentration pondérale de polluants particulaires atmosphériques en hygiéne professionnelle: étude de quelques média filtrants (Mass concentration measurement of atmospheric airborne pollutants in occupational hygiene: Study of some filtration media). *Analusis*, 17, 1989, pp. 389—393

[4] Lippmann M. Chapter 5: Size-Selective Health Hazard Sampling. In: Air *Sampling Instruments for Evaluation of Atmospheric Contaminants*, 9th Edition (ed. Cohen, B.S. and McCammon Jr., C.S.), ACGIH, Cincinnati, 2001, pp. 93—134

[5] Vaughan N.P., Milligan B.D., and Ogden T.L. Filter weighing reproducibility and the gravimetric limit. *Ann. occup. Hyg*, 33, 1989, pp. 331—337

[6] Mark D. Problems associated with the use of membrane filters for dust sampling when compositional analysis is required. *Ann. occup. Hyg*, 17, 1974, pp. 35—49

[7] Engelbrecht D.R., Cahill T.A., and Feeney P.J. Electrostatic effects on gravimetric analysis of membrane filters. J. *Air Pollution Control Assoc.*, 30, 1980, p. 391

[8] Schoonover R.M. and Jones F.E. Air buoyancy correction in high-accuracy weighing on analytical balances. *Anal. Chem.*, 53(6), 1981, pp. 900—902

[9] Chen C.-C. and Baron P.A. Aspiration efficiency and inlet wall deposition in the fiber sampling cassette. *Amer. Ind. Hyg. Assoc.*, 57, 1996, pp. 142—152

[10] Demuynck M. Determination of irreversible absorption of water by cellulose filters. *Atmospheric Environment,* 9, 1975, pp. 523—528

[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.*, 31, 1984, p. 376

[12] Li Shou Nan and Lundgren D.A. Weighing accuracy of samples collected by IOM and CIS inhalable samplers. *Amer. Ind. Hyg. Assoc.* J., 60, 1999, pp. 235—236

[13] Liden G. and Bergman G. Weighing imprecision and handleability of the sampling cassettes of the IOM sampler for inhalable dust, *Ann. occup. Hyg.*, 45, 2001, pp. 241—252

[14] Paik S. and Vincent J.H. Filter and cassette mass instability in ascertaining the limit of detection of inhalable airborne particles, *Amer. Ind. Hyg. Assoc. J.*, 63, 2002, pp. 698—702

[15] Awan S. and Burgess G. The effect of Storage, handling and transport traumas on filter-mounted dusts. *Ann. occup. Hyg*, 40, 1996, pp. 525—530

[16] 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,* 38, 1994, pp. 319—323

[17] Christenson B. Väghing av membranfilter (*Weighing of membrane filters*). Internrapport 106, Aerosol Section, National Bureau of Occupational Safety and Health, Stockholm, 1984

[18] DIN 1319-1 Fundamentals of Metrology — Part 1: Basic terminology (DIN 1319-1, Метрология. Основные понятия. Часть 1. Основные термины)

[19] DIN 1319-2 Fundamentals of metrology — Part 2: Terminology related to measuring equipment (DIN 1319-2 Метрология. Основные понятия. Часть 2. Терминология, относящаяся к измерительному оборудованию)

[20] DIN 1319-3 Fundamentals of metrology — Part 3: Evaluation of measurements of a single measurand, measurement uncertainty (DIN 1319-2 Метрология. Основные понятия. Часть 3. Понятия, связанные с погрешностями и оценкой результатов измерений)

[21] Health and Safety Executive (HSE), *Gravimetric analysis of filters, foams and impactor substrates*. Aerosols, Standard Operating Procedure/A7, United Kingdom

[22] NF X 43-257 *Qualité de l'air — Air des lieux de travail — Prélèvement d'aérosol à l'aide d'une cassette (orifice 4 mm), Annexe B, Détermination par gravimétrie de la masse d'aérosol prélevée (Gravimetric determination of the mass of sampled aerosol). AFNOR, France*

[23] INSHT, *Filter Weighing for Dust Sampling — Standard Operating Procedure*. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo, Spain

[24] INSHT, Métodos de Toma de Muestras y Análisis, Determinacién de materia particulada (total y fracción respirable) en aire — método gravimétrico (*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

[25] UNE 81599:1996 Atmósferas en el lugar de trabajo, Determinación de materia particulada (fracciónes inhalable y respirable) en aire — método gravimétrico (Air Quality, Workplace Atmospheres, *Determination of particulate matter (inhalable and respirable fractions) in the air — Gravimetric method*), AENOR, Spain

[26] Sampling and Determining Aerosols and their Chemical Components, *The MAK-Collection Part III: Air Monitoring Methods*, Vol. 9., Chapter 6: Determination of the Dust Concentration, DFG, Deutsche Forschungsgemeinschaft, Copyright 2005 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, ISBN: 3-527-31138-6

[27] Charell P.R. and Hawley R.E. Characteristics of water adsorption on air sampling filters. *Amer. Ind. Hyg. Assoc.* J., 1981

[28] 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

[29] Pannell M.A. and Grogin P.W. *An investigation of sample weight loss from air filter samples*. Internal report, Los Alamos National Laboratory

[30] ISO/IEC Guide 98-3:2008 *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)* [ИСО/МЭК Guide 98-3:2008 Неопределенность измерений. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерений (GUM:1995)]

[31] 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

[32] American Chemical Society (ACS). Principles of environmental analysis, Subcommittee on Environmental Improvement, *Anal. Chem.*, 1983 pp. 2210—2218

[33] Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, *Analyst*, 1987, p. 199

[34] Lehmann E., Frönlich N., Heidermanns G. and Hansen M. Gravimetrie als einfaches Meβverfahren für Staubmessungen — Einsatzmöglichkeiten und Grenzen (Gravimetric filter analysis as a simple method for dust measurements — Applicability and limitations). *Staub — Reinhaltung der Luft*, 52, 1992, pp. 80—92

[35] Kennedy E.R., Fischbach T.J., Song R., Eller P.M., Shulman S.A. Limits of Detection and Quantitation, Appendix 3, *Guidelines for Air Sampling and Analytical Method Development and Evaluation*, DHHS (NIOSH) Pub. No. 95—117, Cincinnati, 1995

[36] Busch K.A. SPC Statistical Protocol, in Documentation of the NIOSH Validation Tests (ed.Taylor D.G., Kupel R.E. and Bryant J.M., DHEW (NIOSH) Pub. No. 77—185, Cincinnati, 1977

[37] NIOSH, Chapter P: Measurement Uncertainty and NIOSH Method Accuracy Range. In: *NIOSH Manual of Analytical Methods*, 4th edition, 3rd Suppl. (ed. Schlecht, P.C. and O'Connor, P.F.), pp. 208—228. U.S. Dept. of Health and Human Services, Cincinnati, OH, 2003. [DHHS (NIOSH) Publication No. 2003-154.]. Available (2007-07-13) at: gost.e-ecolog.ru

[38] OSHA Technical Manual, Personal sampling for air contaminant, U.S. Department of Labor, OSHA Instruction CPL 2-2.20

[39] ISO 16107:2007 Workplace atmospheres — Protocol for evaluating the performance of diffusive samplers (ИСО 16107:2007 Воздух рабочей зоны. Оценка характеристик диффузионных пробоотборников)

[40] Health and Safety Laboratory, Inorganic and Fibre Section, Operating Procedure, Loading of filters with borax for proficiency testing, MF407-1 (2005)

[41] ISO 7708 *Air quality — Particle size fraction definitions for health-related sampling* (ИСО 7708 Качество воздуха. Определение гранулометрического состава частиц при санитарно-гигиеническом контроле)

[42] EN 482:2006 *Workplace atmospheres — General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents* (ЕН 482:2006 Воздух рабочей зоны. Общие требования к характеристикам методик измерений содержания химических веществ)

[43] EN 13205:2001 *Workplace atmospheres — Assessment of performance of instruments for measurement of airborne particle concentrations* (ЕН 13205:2001 Воздух рабочей зоны. Оценка характеристик приборов для определения содержания твердых частиц)

УДК 504.3:006.354 ОКС 13.040.30 Т58

Ключевые слова: воздух рабочей зоны, проба аэрозоля, твердые частицы, пылеуловитель, подготовка к взвешиванию, взвешивание, оценка неопределенности

Редактор *А.В. Маркин*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Ю.В. Демениной*

Сдано в набор 24.06.2014. Подписано в печать 25.07.2014. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,40. Тираж 123 экз. Зак. 2758.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru