

## **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

### **Система стандартов безопасности труда**

### **ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

#### **Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ**

#### **Occupational safety standards system. Working zone air. Requirements for measurement techniques of unhealthy matters concentrations**

Дата введения 1982-01-01

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 мая 1979 г. N 1710

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 03.04.92 N 361

ИЗДАНИЕ (апрель 2001 г.) с Изменением N 1, утвержденным в июне 1983 г. (ИУС N 9-83)

1. Стандарт устанавливает единые требования к построению, содержанию, изложению методик измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны, требования к приборам, аппаратуре, реактивам, отбору проб, подготовке и проведению измерения, обработке результатов.

Стандарт не распространяется на методики измерения концентраций вредных веществ при помощи индикаторных трубок и автоматических газоанализаторов, а также на методики измерения концентраций радиоактивных и бактериальных загрязнений.

Основные понятия терминов, применяемых в стандарте, приведены в приложении 1.

2. Построение, содержание и изложение методик измерения концентраций вредных веществ должны соответствовать требованиям ГОСТ Р 1.5-93\* и ГОСТ 8.010-72\*\*.

---

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 1.5-92.

\*\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563-96 (здесь и далее).

3. Методики измерения концентраций вредных веществ, загрязняющих воздух рабочей зоны, должны разрабатываться для веществ, на которые установлены или устанавливаются предельно допустимые концентрации.

4. Методики измерения концентраций вредных веществ должны быть проверены в экспериментальных и производственных условиях и разрабатываться с учетом их широкого использования в различных производствах. В случае ограниченного применения методики должны быть указаны конкретные виды производства, где она может быть использована.

5. В методиках измерения концентраций вредных веществ должны предусматриваться приборы, прошедшие государственные испытания, внесенные в Государственный реестр и выпускаемые серийно, приборы, требования к которым установлены в государственных стандартах, распространяющихся на эти приборы, а также средства измерений, метрологические характеристики которых определены в процессе аттестации методик.

6. В методиках измерения концентраций вредных веществ должны предусматриваться приборы с выходом на цифровой отсчет или с регистрацией показаний в форме, пригодной для статистической обработки, в том числе с выходом на вычислительные устройства.

7. Методики измерения концентраций вредных веществ в соответствии с требованиями ГОСТ 8.010-72 и настоящего стандарта должны быть аттестованы органами ведомственной метрологической службы. Отчет о метрологической аттестации методики должен включать:

расчет погрешности измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 8.207-76, ГОСТ 8.010-72 и настоящего стандарта;

список литературы, использованной при разработке методики;

протокол о производственных испытаниях методики.

8. Методика и отчет о ее метрологической аттестации должны иметь титульные листы, подписанные лицами, проводившими разработку и метрологическую аттестацию методики, утверждены организацией-разработчиком, согласованы с Министерством здравоохранения СССР и ведомственной метрологической службой, проводившей аттестацию методики.

9. Методика должна иметь заглавие, отражающее принцип измерения вредного вещества в воздухе рабочей зоны.

10. Вводная часть методики должна содержать:

название вещества согласно рекомендациям Международного союза чистой и прикладной химии и его химическую формулу;

сведения о физико-химических свойствах вещества (агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны, плотность, упругость пара, растворимость);

краткую токсикологическую характеристику с указанием величины ПДК в воздухе рабочей зоны;

изложение принципа, на котором основана методика с указанием основных параметров;

условия измерения;

нижний предел измерения концентраций вредных веществ в микрограммах в объеме анализируемого раствора и в миллиграммах на  $1 \text{ м}^3$  воздуха;

диапазон измеряемых концентраций в миллиграммах на  $1 \text{ м}^3$  воздуха;

избирательность измерения с указанием влияния концентраций сопутствующих веществ, в миллиграммах на  $1 \text{ м}^3$  воздуха;

значение погрешности;

время выполнения измерения от отбора пробы до получения информации о концентрации веществ

а.

11. В разделе "Приборы, аппаратура, посуда" при использовании аспирационного устройства, погрешность которого неизвестна, погрешность измерения объемного расхода определяют погрешностью средства измерения (например, счетчика газового барабанного ГСБ-400), при помощи которого проводили градуировку устройства.

12. В разделе "Реактивы и материалы" для применяемых реактивов и материалов должна быть указана нормативно-техническая документация, которой они должны соответствовать, а для реактивов - также их квалификация.

10-12. (Измененная редакция, Изм. N 1).

13. Раздел "Отбор пробы воздуха" должен содержать требования к виду, количеству, порядку соединения поглотительных сосудов, фильтродержателей и других устройств, требования к объему поглотительного раствора, к объемному расходу воздуха, объему отбираемого воздуха, длительности отбора проб в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88, требования к срокам и условиям хранения отобранных проб.

13.1. Пробы воздуха на содержание газов и паров должны отбираться в поглотительные сосуды с поглотительными растворами, в концентрационные трубки с сорбентами, в шприцы, пипетки и другие высокоэффективные средства отбора.

13.2. Пробы воздуха на содержание аэрозолей должны отбираться на аналитические аэрозольные фильтры (типа АФА, бумажные, стекловолоконистые и др.).

13.3. Полнота поглощения вредных веществ, загрязняющих воздух рабочей зоны, должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 и устанавливаться экспериментально.

14. Раздел "Подготовка к измерению" должен содержать требования ко всем подготовительным работам, предшествующим измерению концентраций вредных веществ: приготовлению стандартных, поглотительных и вспомогательных растворов с указанием сроков их хранения, приготовлению хроматографических колонок, градуировочных смесей вредных веществ с воздухом и т.д., а также требования к установке и подготовке всех средств измерения в соответствии со стандартами и

нормативно-технической документацией.

14.1. Концентрации вредных веществ в отобранных пробах воздуха должны измеряться по градуировочному графику или градуировочным коэффициентам. Для построения градуировочного графика проводится 6 серий измерений по 5-10 концентраций вредного вещества в каждой серии. Число концентраций устанавливается в каждом конкретном случае в зависимости от погрешности измерения.

14.2. Величины аналитических сигналов концентраций вредных веществ в отобранных пробах воздуха устанавливаются по отношению к контрольным растворам, не содержащим измеряемых вредных веществ.

14.3. Проверка градуировочного графика должна проводиться не менее чем по 5 точкам периодически (не реже раза в квартал), а также при изменении условий измерения концентраций вредных веществ. Один раз в год градуировочный график строится заново.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

15. Раздел "Проведение измерения" должен содержать конкретные сведения о числе измерений, необходимых для получения результата с погрешностью, указанной в вводной части методики.

16. Раздел "Обработка результатов" должен содержать указания по расчету концентраций вредных веществ в отобранных пробах воздуха и погрешности измерения.

16.1. Концентрацию вредных веществ в миллиграммах на 1 м<sup>3</sup> воздуха (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по установленным методикой формулам, учитывающим условия отбора и анализа проб (см. приложение 2)

16.2. Погрешность измерения концентраций вредных веществ в воздухе следует рассчитывать в соответствии с МИ 1317-86, ГОСТ 8.207-76 и приложением 3 данного стандарта по всему интервалу измеряемых концентраций не менее чем в 3-5 точках. Методика должна содержать требования к случайной составляющей погрешности измерения концентраций вредных веществ. Суммарная погрешность измерения не должна превышать  $\pm 25\%$ .

(Измененная редакция, Изм. N 1).

17. Раздел "Требования к квалификации лиц, проводящих измерение концентраций вредных веществ в воздухе" должен содержать требования к образованию, опыту, стажу работы и т.п.

18. Раздел "Требования безопасности" должен содержать конкретные требования безопасности и производственной санитарии при выполнении всех операций по измерению концентраций вредных веществ, соответствовать требованиям государственных стандартов и нормативно-технической документации, утвержденной Министерством здравоохранения СССР и другими органами государственного надзора.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Справочное

## ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМИНОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В СТАНДАРТЕ

Термин	Определение
1. Рабочая зона	По ГОСТ 12.1.005-88
2. Методика измерения концентраций вредных веществ	Подробное описание средств измерений условий и операций, которые обеспечивают регламентированные характеристики точности
3. Точность измерения	По РМГ 29-99
4. Метод измерения	По РМГ 29-99
5. Аналитический сигнал	Среднее результатов измерения физической величины, а в заключительной стадии анализа, функционально связанное с содержанием измеряемых компонентов
6. Вредное вещество	По ГОСТ 12.1.007-76
7. Проба воздуха	Объем воздуха, отобранный для измерения концентраций вредных веществ
8. Предельно допустимая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны	По ГОСТ 12.1.005-88
9. Избирательность	Возможность измерения концентрации вредного вещества на фоне сопутствующих веществ
10. Погрешность	По РМГ 29-99
11. Диапазон измеряемых концентраций	Область значений измеряемых концентраций, предусмотренная данной методикой
12. Нижний предел измерения	Наименьшее значение концентраций, измеряемое с допустимой погрешностью
13. Объемный расход	Объем воздуха, равномерно проходящий через систему отбора проб в единицу времени (л/мин)
14. Поглотительный раствор	Раствор или растворитель, предназначенные для поглощения вредного вещества из воздуха
15. Стандартные растворы	Растворы, содержащие в единице объема определенное количество измеряемого вредного вещества или его химико-аналитического эквивалента
16. Градуировочный график	Графическое выражение зависимости аналитического сигнала от концентрации (или количества) вредного вещества

17. Градуировочные растворы	Растворы, приготовленные из стандартных и вспомогательных растворов, предназначенные для построения градуировочного графика
18. Градуировочная смесь вредных веществ с воздухом	Смесь, содержащая определенные концентрации газов, паров или аэрозолей в воздухе, полученная при помощи дозирующего устройства или динамической установки и предназначенная для построения градуировочного графика
19. Аспирационное устройство	Устройство для принудительного протягивания воздуха через поглотительные растворы, сорбенты, фильтры, пипетки

(Измененная редакция, Изм. N 1).

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Справочное

### ПРИМЕРЫ РАСЧЕТА КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Пример 1. Измерение концентраций вредных веществ, отобранных из воздуха с концентрированием.

Концентрацию вредных веществ ( $C$ ), отобранных из воздуха с концентрированием и переведенных в раствор, вычисляют по формуле

$$C = \frac{a \cdot v}{b \cdot V},$$

где  $a$  - количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора, мкс;

$b$  - объем раствора, взятого для анализа, см<sup>3</sup>;

$v$  - общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$V$  - объем воздуха, отобранный для анализа, приведенный к условиям в соответствии с ГОСТ 8.395-80 при температуре 293 К (20°C) и атмосферном давлении 101,3 кПа (760 мм рт.ст.), л.

При аспирационном способе отбора проб  $V$  вычисляют по формуле

$$V = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,3},$$

при вакуумном способе отбора проб  $V$  вычисляют по формуле

$$V = \frac{V_c \cdot 293 \cdot (P - p)}{(273 + t) \cdot 101,3},$$

где  $V_t$  - объем воздуха при температуре  $t$  в месте отбора пробы, дм<sup>3</sup>;

$P$  - атмосферное давление, кПа;

$V_c$  - объем сосуда, дм<sup>3</sup>;

$t$  - температура воздуха в месте отбора пробы, °C;

$P$  - остаточное давление в сосуде, измеренное вакуумметром, кПа.

Пример 2. Измерение концентраций вредных веществ в воздухе без концентрирования.

Концентрацию вредных веществ ( $C$ ) в воздухе без концентрирования вычисляют по формуле

$$C = \frac{a}{V},$$

где  $a$  - количество вещества, найденное в анализируемой пробе воздуха, мкг;

$V$  - рассчитывают по формуле, принятой для измерения концентраций вредных веществ, отобранных из воздуха с концентрированием.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

### ПРИЛОЖЕНИЕ 3

Рекомендуемое

#### **РАСЧЕТ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

Расчет погрешности измерения концентраций вредных веществ в воздухе составлен с учетом условий построения градуировочных графиков при применении как градуировочных растворов, так и градуировочных смесей вредных веществ с воздухом.

Погрешность измерения концентраций вредного вещества в воздухе рабочей зоны складывается из суммы неисключенных остатков систематической и случайной погрешностей.

Неисключенная систематическая погрешность обуславливается:

погрешностью приготовления растворов\* (взятие навески, ее растворение, разбавление растворов и т.п.);

\* Стандартных, градуировочных, поглотительных, контрольных и вспомогательных растворов, используемых по методике.

погрешностью приготовления градуировочных смесей вредных веществ с воздухом;

погрешностью прибора;

погрешностью построения градуировочного графика;

погрешностью отбора проб воздуха;

погрешностью измерения.

Случайная погрешность обуславливается погрешностями, случайно изменяющимися при повторных измерениях одной и той же величины.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1. Определение неисключенной систематической погрешности измерения концентраций вредных веществ методами, использующими градуировочные растворы

1.1. Погрешность приготовления растворов  $\Theta_{\text{пр.раств}}$  обуславливают следующие погрешности:

1.1.1. Погрешность реактивов  $\Theta_1$ , определяемая их квалификациями и показателями качества.

1.1.2. Погрешность взвешивания навески  $\Theta_2$ , например, 0,050 г на весах типа ВЛА-200 с погрешностью, равной 0,0001 г (цена деления весов согласно выпускному аттестату)

$$\Theta_2 = \frac{2 \cdot 0,0001 \cdot 100^*}{0,05}$$

\* Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

1.1.3. Погрешность измерения объема раствора в мерной колбе  $\Theta_3$ , например, вместимостью 25 см<sup>3</sup> (2-го класса) с погрешностью, равной  $\pm 0,06$  см<sup>3</sup> согласно ГОСТ 1770-74.

$$\Theta_3 = \frac{0,06 \cdot 100}{25}$$

1.1.4. Погрешность измерения объема раствора пипеткой  $\Theta_4$ , например, при измерении объема раствора в 1,5 см<sup>3</sup> пипеткой вместимостью 2 см<sup>3</sup> (2-го класса) с погрешностью, равной половине цены деления  $\pm 0,010$  см<sup>3</sup>.

$$\Theta_4 = \frac{0,010 \cdot 100}{1,5}$$

Погрешность приготовления растворов рассчитывают по формуле

$$\Theta_{\text{пр.раств}} = \sqrt{\Theta_1^2 + \Theta_2^2 + \Theta_3^2 + \Theta_4^2}$$

1.1.2-1.1.4. (Измененная редакция, Изм. N 1).

1.2. Погрешность прибора  $\Theta_{\text{приб}}$  определяют его классом в соответствии с научно-технической документацией на прибор (для газового хроматографа погрешность определяют по экспериментальным данным с применением градуировочных растворов



или градуировочных смесей вредных веществ с воздухом в соответствии с п.2.5 настоящего приложения).

1.3. Погрешность построения градуировочного графика  $\Theta_{\text{град}}$  рассчитывают по экспериментальным данным по всему интервалу концентраций, для чего проводят 6 серий измерений по 5-10 концентрациям вредного вещества в каждой серии.

Данные заносят в таблицу по форме табл.1.

Таблица 1

Число измерений в серии	Концентрация вредного вещества в одном из градуировочных растворов $C_i$ , мкг/мл	Величина аналитического сигнала $y_i$	Среднее арифметическое $\bar{y}$	$\Delta y = y_i - \bar{y}$	$\Delta y_{\text{max}}$	Концентрация, найденная по графику и соответствующая $\Delta y_{\text{max}}, \Delta C_{\text{max}}$	$\frac{\Delta C_{\text{max}} \cdot 100}{C_i}, \%$
1		0,242		0,002			
2		0,244		0,000			
3		0,246		0,002			
4	5,0	0,247	0,244	0,003	0,003	0,2	$\frac{0,2 \cdot 100}{5,0} = 4,0$
5		0,242		0,000			
6		0,244		0,000			

Далее из погрешности всего интервала концентраций выбирают максимальное значение погрешности, которое принимают за погрешность построения градуировочного графика. Грубые погрешности измерений исключают.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1.4. Погрешность отбора проб воздуха  $\Theta_{\text{отб}}$  обуславливают следующие погрешности.

1.4.1. Погрешность измерения объема, отобранного для анализа воздуха  $\Theta_V$ , исходя из погрешности аспирационного устройства, указанной в паспорте.

В случае применения аспирационного устройства, погрешность которого неизвестна, погрешность измерения объемного расхода определяют погрешностью

средства измерения (например, счетчика газового барабанного ГСБ-400 и др.), при помощи которого проводили градуировку устройства.

1.4.2. Погрешность измерения температуры  $\Theta_t$  исходя из погрешности (класса) термометра или определяемая половиной цены деления термометра.

Например, при погрешности термометра  $\pm 0,5$  °С и температуре 20 °С.

$$\Theta_t = \frac{0,5 \cdot 100}{273 + t} = \frac{0,5 \cdot 100}{293}.$$

1.4.3. Погрешность измерения атмосферного давления  $\Theta_p$ , определяемая погрешностью (классом) барометра или половиной цены деления барометра.

Например, при погрешности барометра  $\pm 0,065$  кПа и давлении 101,3 кПа

$$\Theta_p = \frac{0,065 \cdot 100}{101,3}.$$

1.4.4. Погрешность за счет уноса или проскока измеряемого вредного вещества  $\Theta_{\text{ун}}$  из поглотительных сосудов, с фильтров и других устройств, определяемая экспериментально при соответствующих объемных расходах путем применения дополнительных устройств.

Максимальные из найденных в дополнительных устройствах значения концентраций принимают за погрешность.

Например, при применении для отбора проб воздуха одного устройства (концентрация измеряемого вредного вещества в котором составляет  $C_1$ ) и двух последовательно соединенных устройств (соответственно концентрации в которых составляют  $C_2$  и  $C_3$ ) для определения уноса или проскока из первого устройства

$$\Theta_{\text{ун}} = \frac{(C_2 + C_3) \cdot 100}{C_1 + C_2 + C_3}.$$

1.4.5. Погрешность измерения концентраций за счет длительности хранения отобранной пробы воздуха  $\Theta_{\text{хр}}$  (в пределах времени, указанного в методике), определяемая как разность между концентрацией  $C_0$  при времени хранения  $t=0$  и концентрацией  $C_t$ , найденной при времени хранения  $t$ , допускаемом по методике.

$$\Theta_{\text{хр}} = \frac{(C_0 - C_t) \cdot 100 *}{C_0}.$$

\* При  $C_t > C_0$  для расчета берут абсолютное значение.

1.4.6. Погрешность измерения концентраций за счет влияния сопутствующих веществ  $\Theta_{\text{сп}}$ , определяемая как разность между концентрацией, найденной без сопутствующих веществ, и концентрацией в их присутствии (расчет погрешности аналогичен п.1.4.5).

Погрешность отбора проб воздуха рассчитывают по формуле

$$\Theta_{\text{отб}} = \sqrt{\Theta_V^2 + \Theta_f^2 + \Theta_p^2 + \Theta_{\text{ун}}^2 + \Theta_{\text{хр}}^2 + \Theta_{\text{сп}}^2}$$

\*  $\Theta_{\text{сп}}$  вводят в формулу расчета  $\Theta_{\text{отб}}$  при условии, когда значение погрешности измерения концентраций вредного вещества с учетом  $\Theta_{\text{сп}}$  не превышает  $\pm 25\%$ . В противном случае отмечают неизбирательность методики в присутствии сопутствующих веществ.

1.4.1-1.4.6. (Измененная редакция, Изм. N 1).

1.5. Погрешность измерения концентраций вредных веществ  $\Theta_{\text{изм}}$  обуславливают:

1.5.1. Погрешность измерения объема отобранной пробы, доведения до метки в мерной посуде, измерения при помощи цилиндра и т.п.  $\Theta_5$ , которые рассчитывают в соответствии с п.1.1.3-1.1.4 настоящего приложения.

1.5.2. Погрешности проведения предварительных операций по обработке отобранной пробы (фильтрование, кипячение, сжигание и т.п.)  $\Theta_6$ , которые определяют как разность между известной и полученной концентрациями после проведения указанных операций.

1.5.3. Погрешность измерения величины аналитических сигналов: оптическая плотность, высота волны и т.п.,  $\Theta_{\text{сигн}}$ .

Погрешность измерения рассчитывают по формуле

$$\Theta_{\text{изм}} = \sqrt{\Theta_5^2 + \Theta_6^2 + \Theta_{\text{сигн}}^2}$$

Доверительные границы неисключенной погрешности измерений, использующих градуировочные растворы, следует определять по формуле

$$\Theta_{\text{раств}} = \sqrt{\Theta_{\text{пр.раств}}^2 + \Theta_{\text{приб}}^2 + \Theta_{\text{град}}^2 + \Theta_{\text{отб}}^2 + \Theta_{\text{изм}}^2}$$

2. Определение неисключенной систематической погрешности измерения концентраций вредных веществ с помощью методов, использующих градуировочные смеси\*.

\* Для газохроматографических измерений концентраций вредных веществ.

2.1. Погрешность приготовления градуировочных смесей вредных веществ с воздухом  $\Theta_{\text{пр.см}}$  обусловлена погрешностью дозирующего устройства или динамической установки, определенной расчетным путем или в сравнении с методом, погрешность которого известна. Для дальнейших расчетов следует брать максимальную погрешность приготовления смесей.

2.2. Погрешность газового хроматографа  $\Theta_{\text{приб}}$  определяют аналогично п.1.2 настоящего приложения.

2.3. Погрешность построения градуировочного графика  $\Theta_{\text{град}}$  рассчитывают аналогично п.1.3 настоящего приложения.

2.4. Погрешность отбора проб воздуха обуславливают следующие погрешности.

2.4.1. Погрешность, вызываемая сорбцией вещества стенками стеклянного шприца, пипетки или кран-дозатора хроматографа и потерей вещества вследствие негерметичности  $\Theta_{\text{хр}}$ , в зависимости от концентрации вещества и времени хранения, которую определяют как разность между концентрацией при времени хранения  $t=0$  и концентрацией, найденной при времени хранения  $t$ , допускаемом по методике (рассчитывают аналогично п.1.4.5).

Для дальнейших расчетов следует брать максимальную погрешность

ь.

2.4.2. Погрешность измерения температуры  $\Theta_t$  рассчитывают аналогично п.1.4.2.

2.4.3. Погрешность измерения атмосферного давления  $\Theta_p$  рассчитывают аналогично п.1.4.3.

Погрешность отбора проб воздуха при газохроматографическом измерении рассчитывают по формуле

$$\Theta_{\text{отб}} = \sqrt{\Theta_{\text{хр}}^2 + \Theta_t^2 + \Theta_p^2}.$$

2.5. Погрешность измерения  $\Theta_{\text{изм}}$  обуславливают погрешность измерения высоты или площади хроматографических пиков  $\Theta_{\text{пик}}$  и погрешность измерения объема вводимой пробы воздуха за счет отклонения от номинальной вместимости стеклянного шприца или кран-дозатора  $\Theta_{\text{шпр}}$ , исходя из погрешности (класса), указанной в паспорте.

Погрешность измерения рассчитывают по формуле

$$\Theta_{\text{изм}} = \sqrt{\Theta_{\text{пик}}^2 + \Theta_{\text{шпр}}^2}.$$

Доверительные границы неисключенной систематической погрешности газохроматографических измерений, использующих градуировочные смеси вредных веществ с воздухом, рассчитывают по формуле

$$\Theta_{\text{гх}} = \sqrt{\Theta_{\text{пр.см}}^2 + \Theta_{\text{приб}}^2 + \Theta_{\text{град}}^2 + \Theta_{\text{отб}}^2 + \Theta_{\text{изм}}^2}.$$

2.4.2, 2.4.3, 2.5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3. Оценка границы суммы неисключенных систематических погрешностей измерения

Границы суммы неисключенных систематических погрешностей измерения рассчитывают с использованием данных оценки всех ее составляющих по формуле

$$\Theta = K \sqrt{\sum \Theta_i^2},$$

где  $K$ - коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью,

принимаемый равным 1,1 при доверительной вероятности 0,95;

$\Theta_i$  - неисключенные остатки систематических погрешностей измерения, которые слагаются из суммы погрешностей:

приготовления градуировочных растворов или градуировочных смесей вредных веществ с воздухом  $\Theta_{\text{пр.раств.}}$ ;

или  $\Theta_{\text{пр.см.}}$ ;

прибора  $\Theta_{\text{приб}}$ ;

построения градуировочного графика  $\Theta_{\text{град}}$ ;

отбора проб воздуха  $\Theta_{\text{отб}}$ ;

измерения

$\Theta_{\text{изм}}$ .

#### 4. Оценка случайной составляющей погрешности измерения концентраций вредных веществ

Для оценки случайной составляющей погрешности проводят 5-10 наблюдений при постоянной концентрации вредного вещества в градуировочном растворе или в градуировочной смеси с воздухом.

Результаты наблюдений заносят в таблицу по форме табл.2.

Таблица 2

Число наблюдений $n$	Концентрация вредного вещества, $\text{мкг/см}^3$ , или $\text{мг/м}^3$ $C_i$	Среднее арифметическое $\bar{C}$	$\Delta C_i = C_i - \bar{C}$	$(\Delta C_i)^2$	$s$
1	11,15	10,74	0,41	0,1681	0,245
2	10,80		0,06	0,0036	
3	10,50		0,24	0,0576	
4	10,60		0,14	0,0196	
5	10,65		0,09	0,0081	

				$\sum_i^n (\Delta C_i^2) = 0,257$	
--	--	--	--	-----------------------------------	--

где  $n$  - число наблюдений;

$C_i$  - числовые значения величин концентраций, найденные в одних и тех же условиях;

$\bar{C}$  - среднее арифметическое значение;

$\Delta C_i = (C_i - \bar{C})$  - разность между  $i$ -результатом наблюдения ( $C_i$ ) и средним значением ( $\bar{C}$ );

$s$  - среднее квадратическое отклонение группы результатов наблюдений.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_i^n (\Delta C_i)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0,2570}{5-1}} = \sqrt{0,06425} = 0,253$$

Находят относительное среднеквадратическое отклонение результата измерения

$$s_{\bar{C}} = \frac{s \cdot 100}{\sqrt{n} \cdot \bar{C}} = \frac{0,245100}{\sqrt{5} \cdot 10,74} = \frac{24,50}{24,05} = 1,01\%$$

где  $n$  - число измерений, указанное в методике (не менее 5), которое определяют исходя из погрешности результата измерения.

Значения  $S$  и  $s_{\bar{C}}$  определяют не менее чем в 3-5 точках по всему диапазону концентраций и выбирают для расчета максимальные значения.

(Измененная редакция, Изм. N 1)

## 5. Доверительные границы случайной погрешности

Доверительные границы случайной погрешности результата измерения находят по формуле  $\varepsilon = t s_{\bar{C}}$ , где  $t$  - коэффициент Стьюдента, который в зависимости от доверительной вероятности и числа результатов наблюдений находят по таблице приложения ГОСТ 8.207-76.

6. Оценка суммарной погрешности результата измерений концентраций вредных веществ

Для расчета суммарной погрешности определяют отношение систематической  $\Theta$  и случайной  $s_{\bar{C}}$  составляющих согласно ГОСТ 8.207-76.

Если  $\frac{\Theta}{s_{\bar{C}}} < 0,8$ , то неисключенными систематическими погрешностями пренебрегают.

Если  $\frac{\Theta}{s_{\bar{c}}} > 8$ , то пренебрегают случайными погрешностями.

Если  $8 > \frac{\Theta}{s_{\bar{c}}} > 0,8$ , то границу погрешности результатов измерения находят путем построения композиций распределения случайных и неисключенных систематических погрешностей, рассматриваемых как случайные величины по формуле

$$\Delta = K S_{\Sigma} ,$$

где  $K$  - коэффициент, зависящий от соотношения случайной и неисключенной систематической погрешности;

$S_{\Sigma}$  - оценка суммарного среднего квадратического отклонения результата измерения, вычисляемая по формуле

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\sum \frac{(\Theta_i)^2}{3} + S_c^2} ,$$

где

$$\sum \frac{(\Theta_i)^2}{3} = \frac{\Theta_{\text{пр.раств}}^2}{3} + \frac{\Theta_{\text{приб}}^2}{3} + \frac{\Theta_{\text{град}}^2}{3} + \frac{\Theta_{\text{отб}}^2}{3} + \frac{\Theta_{\text{изм}}^2}{3} .$$

Коэффициент  $K$  вычисляют по формуле

$$K = \frac{\varepsilon + \Theta}{s_{\bar{c}} + \sqrt{\sum \frac{\Theta_i^2}{3}}} ,$$

где  $\varepsilon$  - доверительные границы случайной погрешности (п.5 настоящего приложения);

$\Theta$  - границы неисключенной систематической погрешности результата измерения (п.3 настоящего приложения).

(Измененная редакция, Изм. N 1).