

Grażyna Stroszejn-Mrowca

Urszula Mikołajczyk

## PRECYZJA WAŻENIA FILTRÓW STOSOWANYCH W MIERNICTWIE PYŁÓW: POWTARZALNOŚĆ I ODTWARZALNOŚĆ\*

WEIGHING PRECISION OF FILTERS USED IN DUST MEASUREMENTS: REPEATABILITY AND REPRODUCIBILITY

Z Zakładu Środowiskowych Zagrożeń Zdrowia

Pracowni Aerozoli

Instytutu Medycyny Pracy im. prof. dra med. J. Nofera w Łodzi

### STRESZCZENIE

**Wstęp.** Pomiary stężenia pyłu wdychalnego i pyłu respirabilnego w środowisku pracy są najczęściej wykonywane metodą opartą na filtracji powietrza przez filtry analityczne umieszczone w głowicach pomiarowych a następnie oznaczaniu masy pyłu wytrąconego na filtrze i odniesieniu jej do objętości przefiltrowanego powietrza. Dwukrotne ważenie filtrów w celu oznaczenia masy pyłu jest zatem podstawową techniką pomiarową a precyzja ich ważenia decyduje o precyzji pomiaru stężenia pyłu wdychalnego i respirabilnego. **Materiał i metody.** Badano precyzję ważenia filtrów polipropylenowych FiPro powszechnie stosowanych w miernictwie pyłów przemysłowych w Polsce. Po 10 filtrów Ø 25 mm i 37 mm umieszczono w pojemnikach otwartych i ekzykatorach (o stałej wilgotności powietrza ~ 5%) w pomieszczeniu wagowym. Po upływie 24 godzin filtry ważono pięciokrotnie w odstępach tygodniowych. Ważenie wykonywały dwie osoby na dwóch wagach analitycznych (0,01 mg). W przeprowadzonym badaniu międzylaboratoryjnym uczestniczyło 21 akredytowanych laboratoriów, każde z nich ważyło dwukrotnie po 5 filtrów Ø 25 i 37 mm przetrzymywanych 24 i 48 godzin w ekzykatorze. **Wyniki.** Obliczone odchylenie standardowe powtarzalności –  $S_r$  masy filtrów Ø 25 mm równe 0,016 mg było 1,4 razy niższe od  $S_r$  masy tych filtrów trzymany w otwartym pojemniku, natomiast  $S_r$  masy filtrów Ø 37 mm z ekzykatora, równe również 0,016 mg, było 1,6 razy niższe od  $S_r$  masy tych filtrów z otwartego pojemnika. Średnie odchylenie standardowe odtwarzalności –  $S_R$  obliczone z wyników badań międzylaboratoryjnych (po odrzuceniu wartości znacznie odbiegających) wynosiło 0,024 mg i 0,022 mg dla filtrów Ø 25 mm po 24 i 48 godzinach trzymania w ekzykatorze, natomiast – 0,058 mg i 0,033 mg dla filtrów Ø 37 mm. **Wnioski.** Uzyskane wyniki badań w warunkach powtarzalności potwierdzają wysoką stabilność masy filtrów polipropylenowych FiPro. Z wyników badań międzylaboratoryjnych odtwarzalności można wnioskować, że przetrzymywanie filtrów FiPro w ekzykatorze co najmniej 48 godzin przed i po pobraniu próbek powietrza zapewni najwyższą precyzję oznaczania ich masy, a zatem najwyższą precyzję oznaczeń stężenia pyłu wdychalnego i respirabilnego. Med. Pr., 2006;57(3):257–262

Słowa kluczowe: pomiary pyłu, filtry polipropylenowe, błędy ważenia, powtarzalność i odtwarzalność, międzylaboratoryjne porównanie

### ABSTRACT

**Background:** Measurements of inhaled and respirable dust concentrations in the work environment are most frequently performed by employing the method of the air filtration with analytical filters placed in measuring heads, which is followed by the mass determination of the dust precipitated on the filter respective to the volume of the filtrated air. A twofold weighing of filters is thus the basic measurement technique used to determine the dust mass. It should be emphasized that the weighing precision decides about the precision of measured inhaled and respirable dust concentrations. **Material and Methods:** The weighing precision of FiPro polypropylene filters, commonly used in industrial dusts measurements in Poland, was assessed. Ten filters of Ø 25 mm and 37 mm were placed in open containers and desiccators with constant air humidity of 5% in weighing room. After 24 h, filters were weighed five times at one-week intervals. Weighing was performed by two persons on two balances (0.01 mg); 21 accredited laboratories participated in inter-laboratory comparisons; each of them weighed twice 5 filters of Ø 25 mm and 37 mm kept in desiccators for 24 and 48 h. **Results:** Standard deviation of repeatability was calculated – mass  $S_r$  of filters of Ø 25 mm equal to 0.016 mg was 1.4 times lower than mass  $S_r$  of filters kept in an open container, whereas mass  $S_r$  of filters of Ø 37 mm from desiccator, also equal to 0.016 mg, was 1.6 times lower than mass  $S_r$  of filters from an open container. Mean standard deviations of reproducibility,  $S_R$ , calculated on the basis of the results of inter-laboratory studies (after rejecting significantly departing values) were 0.024 mg and 0.022 mg for filters of Ø 25 mm after keeping them in desiccator for 24 and 48 h, whereas these values accounted for 0.058 mg and 0.033 for filters of Ø 37 mm. **Conclusions:** The results of the study in conditions of repeatability confirm high mass stability of FiPro polypropylene filters. It may be elucidated from inter-laboratory comparisons that keeping FiPro filters in an desiccator for at least 48 h before and after collection of air samples will ensure the highest precision of their mass determination, and thus the highest precision of determinations of inhaled and respirable dust concentrations. Med Pr 2006;57(3):257–62

Key words: dust measurements, polypropylene filters, weighing error, repeatability and reproducibility, inter-laboratory comparison

Adres autorów: św. Teresy 8, 91-348 Łódź, e-mail: mrowgra@imp.lodz.pl

Nadesłano: 2 maja 2006

Zatwierdzono: 18 maja 2006

\* Praca wykonana w ramach zadania finansowanego z dotacji na działalność statutową nr IMP 4.10 pt. „Badanie precyzji metody grawimetrycznej oznaczania frakcji wymiarowych pyłu wdychanego w warunkach powtarzalności i odtwarzalności”. Kierownik zadania: mgr G. Stroszejn-Mrowca.

## WSTĘP

Ocenę narażenia zawodowego na pyły przemysłowe przeprowadza się w oparciu o pomiary stężenia pyłu wdychalnego i pyłu respirabilnego. Pył wdychalny stanowi część masy pyłu całkowitego, tj. zbioru wszystkich cząstek otoczonych powietrzem w określonej objętości, który jest wdychany przez nos i usta, natomiast pył respirabilny stanowi część masy pyłu wdychalnego docierającą do bezrzęstkowych dróg oddechowych. Definicje pyłu wdychalnego i pyłu respirabilnego oraz umowne charakterystyki wymiarowe tych pyłów podają normy PN-EN 841:1998 i PN-ISO 7708:2001 (1,2). Pomiary stężenia pyłu wdychalnego i pyłu respirabilnego w środowisku pracy najczęściej wykonywane są znormalizowanymi metodami filtracyjno-wagowymi (3,4). Metody te oparte są na filtracji określonej objętości powietrza przez filtry analityczne umieszczone w głowicach pomiarowych, a następnie oznaczaniu masy pyłu wytrąconego na filtrach i odniesieniu jej do objętości przefiltrowanego powietrza. Do oznaczeń pyłu wdychalnego stosowane są różnego typu głowice pomiarowe, które były przedmiotem wielu badań eksperymentalnych (5,6,7), głównie w celu określenia zgodności ich charakterystyk przepuszczalności cząstek pyłu z umowną charakterystyką wymiarową pyłu wdychalnego, przyjętą przez Europejską Organizację Normalizacyjną (1) i Międzynarodową Organizację Normalizacyjną (2). Do najczęściej stosowanych głowic pomiarowych należą:

- głowica siedmiootworowa produkowana w wersji metalowej lub plastikowej, do głowicy tej stosuje się filtry o średnicy 25 mm, powietrze filtrowane jest z szybkością 2 l/min;

- głowica IOM skonstruowana w Instytucie Medycyny Pracy w Edynburgu (8), której zaletą jest niższa podatność na wpływ ruchu powietrza wokół próbniaka, a ponadto filtr o średnicy 25 mm umieszczony jest w kasecie wewnętrznej, co zapobiega niepełnemu pobieraniu próbek;

- głowica stożkowa CIS dostosowana do przepływu powietrza 3,5 l/min, zawierająca wewnętrzną kasetę plastikową z filtrem o średnicy 37 mm;

- głowica otwarta o średnicy wlotu 35 mm z filtrem 37mm, stosowana przy przepływie powietrza 2 l/min.

Do oznaczeń pyłu respirabilnego stosowane są głównie mikrocyklony odpowiadające wymaganiom Konwencji Johannesburgskiej (9), w których frakcja respirabilna (pęcherzykowa) zatrzymywana jest na filtrze umieszczonym w kasecie, w górnej części mikrocyklonu. Dwukrotne ważenie filtrów analitycznych (przed i po pobraniu próbki powietrza) w celu oznaczenia

masy pyłu jest zatem podstawową techniką pomiarową, a precyzja ważenia stosowanych filtrów decyduje o niepewności pomiaru stężenia pyłu wdychalnego i pyłu respirabilnego. Wymagania stawiane filtrom analitycznym dotyczą nie tylko wysokich sprawności zatrzymywania cząstek pyłu (99% dla cząstek o wymiarze 1  $\mu\text{m}$ ) i niewielkich oporów dla przepływającego powietrza, ale również wymagana jest wysoka stabilność ich masy. Rozrzuty wyników pomiaru masy filtrów czystych i obłożonych pyłem mogą być spowodowane zmiennością parametrów mikroklimatycznych środowiska laboratorium, zmiennością wskazań wagi analitycznej jak i własnościami fizycznymi stosowanych filtrów. W oznaczeniach masy pyłu wytrącanego na filtrach precyzja ważenia filtrów ma istotny wpływ na wynik badania i decyduje o granicy oznaczania ilościowego stężenia pyłu.

Celem pracy było określenie precyzji ważenia filtrów analitycznych stosowanych do oznaczeń stężeń pyłu wdychalnego i pyłu respirabilnego w warunkach powtarzalności (ta sama waga, ten sam analityk, to samo laboratorium, te same warunki środowiskowe laboratorium) i w warunkach odtwarzalności (na podstawie badań międzylaboratoryjnych).

## MATERIAŁ I METODY

Do badań wybrano najpowszechniej stosowane w Polsce filtry z mikrowłókiem polipropylenowych FiPro o średnicach 25 i 37 mm, produkowane przez Instytut Włókiennictwa w Łodzi. Filtry te były testowane w latach osiemdziesiątych i zostały ocenione jako filtry o wysokiej stabilności masy.

### Metody oceny ważenia filtrów FiPro w warunkach powtarzalności

Do badań wybrano losowo po 20 sztuk filtrów o średnicy 25 mm i 37 mm z różnych opakowań firmowych. Dwadzieścia filtrów (10 filtrów o średnicy 25 mm i 10 filtrów o średnicy 37 mm) umieszczono w pojemnikach umożliwiających swobodny dostęp powietrza w pomieszczeniu wagowym. Dwadzieścia pozostałych filtrów umieszczono w ekzykatorach zapewniających stałą niską wilgotność powietrza (rzędu 5%).

Filtry ważono pięciokrotnie w okresie pięciu tygodni. Pierwsze ważenie wykonano po upływie 24 godzin od umieszczenia filtrów w pojemnikach i ekzykatorach. Następne ważenia przeprowadzono w odstępach tygodniowych. W jednodniowej sesji pomiarowej filtry wa-

żyły dwie osoby, na dwóch wagach analitycznych (Sartorius R180D; Ohaus AP250D-0) z działką elementarną 0,01 mg.

### Metody oceny oznaczania masy filtrów FiPro w warunkach odtwarzalności

Do badań precyzji ważenia filtrów FiPro w warunkach odtwarzalności zaproszono 21 akredytowanych laboratoriów. Laboratoria te wyraziły zgodę na udział w eksperymencie grawimetrycznym oraz przekazały informacje na temat stosowanych wag analitycznych. Do każdego laboratorium przesłano 10 filtrów (5 filtrów o średnicy 25 mm i 5 filtrów o średnicy 37 mm). Zadaniem każdego laboratorium było dwukrotne zważenie tych filtrów po 24-godzinnym i 48-godzinnym przetrzymywaniu ich w ekcykatorze. Filtry przesłano do laboratoriów w indywidualnych oznakowanych pojemnikach, po uprzednim dwukrotnym ich zważeniu po 24-godzinnym i 48-godzinnym przechowywaniu w ekcykatorze.

## WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

### Precyzja w warunkach powtarzalności

W tabelach 1 i 2 przedstawiono wyniki precyzji ważenia filtrów FiPro o średnicy 25 mm i 37 mm w warunkach powtarzalności. Filtry FiPro o tej samej średnicy charakteryzowały się znacznym zróżnicowaniem mas (nawet do 30% masy najlżejszego w przypadku filtrów o średnicy 25 mm i do 20% dla filtrów o średnicy 37 mm). Rozrzuty mas, obserwowane w trakcie badań, dla poszczególnych filtrów były wielkościami zbliżonymi

mi do siebie bez względu na masę poszczególnych filtrów. Ze względu na nieustalony kierunek zmian masy filtrów (wzrost lub spadek) średni rozrzut był liczony z wartości bezwzględnych.

Precyzja ważenia wyrażona odchyleniem standardowym powtarzalności  $S_r$  dla filtrów FiPro o średnicy 25 mm, przetrzymywanych w otwartym pojemniku w pomieszczeniu wagowym, wynosiła 0,017 mg (waga Sartorius) i 0,027 mg (waga Ohaus) dla pierwszego analityka i odpowiednio 0,022 mg i 0,026 mg dla drugiego analityka. Dla tych samych filtrów przechowywanych w ekcykatorze precyzja ta wynosiła odpowiednio 0,014 mg i 0,016 mg dla pierwszego analityka oraz 0,013 mg i 0,022 mg dla drugiego analityka (tab. 1).

Precyzja ważenia filtrów FiPro o średnicy 37 mm przechowywanych w otwartym pojemniku w pomieszczeniu wagowym wynosiła 0,025 mg (waga Sartorius) i 0,020 mg (waga Ohaus) dla pierwszego analityka i odpowiednio 0,023 mg i 0,032 mg dla drugiego analityka. Natomiast dla filtrów przechowywanych w ekcykatorze precyzja ta wynosiła 0,016 mg i 0,015 mg dla pierwszego analityka oraz 0,014 mg i 0,020 mg dla drugiego analityka (tab. 2).

Jak wynika z zestawienia danych zawartych w tabelach 1 i 2, przechowywanie filtrów polipropylenowych w ekcykatorze co najmniej 24 godziny znacznie zwiększa precyzję oznaczania ich masy. Dla filtrów o średnicy 25 mm przechowywanych w ekcykatorze średnie odchylenie standardowe powtarzalności równe 0,016 mg było 1,4 razy niższe od średniego odchylenia standardowego

**Tabela 1.** Precyzja ważenia filtrów polipropylenowych FiPro o średnicy 25 mm w warunkach powtarzalności\*

**Table 1.** Weighing precision of FiPro polypropylene filters of 25 mm: repeatability\*

Przechowywanie filtrów Storage of filters	Pokój wagowy Weighing room							
	na zewnątrz ekcykatora Outside of desiccator				ekcykator Desiccator			
	I		II		I		II	
Waga analityczna The balance	Ohaus	Sartorius	Ohaus	Sartorius	Ohaus	Sartorius	Ohaus	Sartorius
Zakres początkowych mas filtrów (mg) Range of first mass filters (mg) $m_{\min} \div m_{\max}$	31,83÷49,67	31,82÷49,69	31,83÷49,66	31,83÷49,65	31,74÷44,86	31,75÷44,89	31,75÷44,86	31,75÷44,81
Średni rozrzut masy filtrów (mg) The average distribution of mass filters (mg)	0,022	0,025	0,028	0,027	0,011	0,013	0,012	0,014
Odchylenie standardowe powtarzalności $S_r$ (mg) Standard deviation of repeatability (mg)	0,017	0,027	0,022	0,026	0,014	0,016	0,013	0,022

\* Dwóch analityków ważyło pięciokrotnie 10 filtrów w odstępach tygodniowych.  
10 filters were weighed five times by two analysts at one-week intervals.

**Tabela 2.** Precyzja ważenia filtrów polipropylenowych FiPro o średnicy 37 mm w warunkach powtarzalności\*  
**Table 2.** Weighing precision of FiPro polypropylene filters of 37 mm: repeatability\*

Przechowywanie filtrów Storage of filters	Pokój wagowy Weighing room							
	na zewnątrz eksykatora Outside of desiccator				eksykator Desiccator			
Analitik Analyst	I		II		I		II	
Waga analityczna The balance	Ohaus	Sartorius	Ohaus	Sartorius	Ohaus	Sartorius	Ohaus	Sartorius
Zakres początkowych mas filtrów (mg) Range of first mass filters (mg) $m_{\min} \div m_{\max}$	85,52÷102,70	85,55÷102,71	85,52÷102,74	85,54÷102,71	84,46÷106,96	84,46÷106,96	84,44÷106,95	84,45÷106,95
Średni rozrzut masy filtrów (mg) The average distribution of mass filters (mg)	0,026	0,022	0,032	0,026	0,021	0,029	0,017	0,021
Odchylenie standardowe powtarzalności $S_r$ (mg) Standard deviation of repeatability (mg)	0,025	0,020	0,023	0,032	0,016	0,015	0,014	0,020

\* Dwóch analityków ważyło pięciokrotnie 10 filtrów w odstępach tygodniowych.  
 10 filters were weighed five times by two analysts at one-week intervals.

powtarzalności równego 0,023 mg dla tych filtrów trzymany w otwartym pojemniku w pokoju wagowym. Natomiast dla filtrów o średnicy 37 mm średnie odchylenie standardowe powtarzalności równe 0,016 mg w przypadku przechowywania ich w eksykatorze było 1,6 razy niższe od średniego odchylenia standardowego powtarzalności dla filtrów trzymany w otwartym pojemniku w pokoju wagowym.

Dla filtrów z polichloroku winylu (PVC) o średnicy 25 mm i 37 mm ważonych na mikrowadze (z dokładnością odczytu 1 µg) stwierdzono, że rozrzuty ich mas były nie większe niż 6 µg po dwóch dniach przechowywania w eksykatorze (10).

Precyzja ważenia filtrów z estrów celulozowych Milipore o średnicy 25 mm, na mikrowadze, po trzech tygodniach przechowywania ich w klimatyzowanym pokoju wagowym ( $54,6 \pm 0,5\%$ ;  $21,6 \pm 0,1^\circ\text{C}$ ) była wyższa niż 0,01 mg (11).

### Precyzja w warunkach odtwarzalności

W badaniu międzylaboratoryjnym uczestniczyło 21 laboratoriów. Każde laboratorium wykonało dwukrotne ważenie 10 filtrów. Oznaczono masy 5 filtrów o średnicy 25 mm i 5 filtrów o średnicy 37 mm po 24-godzinnym przetrzymywaniu ich w eksykatorze, a następnie zważono je powtórnie po upływie następnych 24 godzin przetrzymywania w eksykatorze.

Wyniki przekazane przez laboratoria pogrupowano w cztery serie pomiarowe w zależności od średnicy filtrów i czasu ich przechowywania w eksykatorze. Każda

seria pomiarowa z danego laboratorium zawiera pięć wyników mas filtrów, które odnoszono do wyników uzyskanych w Pracowni Aerozoli Instytutu Medycyny Pracy w Łodzi. Na podstawie uzyskanych wyników obliczono odchylenia standardowe odtwarzalności dla czterech serii pomiarowych dla każdego laboratorium.

W tabeli 3 zestawiono wyniki badania precyzji odtwarzalności ważenia filtrów FiPro o średnicach 25 mm i 37 mm po upływie 24 i 48 godzin przechowywania ich w eksykatorze. Większość wyników nadesłanych przez laboratoria różniła się w niewielkim zakresie od 0 do 0,02 mg od wyników IMP Łódź. Wyniki, zaledwie kilku laboratoriów, odbiegały dość znacznie, w zakresie od 0,2 mg do 0,4 mg, stąd tak szerokie zakresy rozrzutów mas filtrów w poszczególnych seriach pomiarowych. Jak wynika z zestawionych danych rozrzuty mas filtrów 25 mm i 37 mm po 24 godzinach przechowywania w eksykatorze nie różniły się istotnie od wyników otrzymanych po 48 godzinach przechowywania w eksykatorze. Odchylenia standardowe odtwarzalności masy filtrów 25 mm zawierały się w przedziale od 0,010 mg do 0,318 mg po 24 godzinach przechowywania w eksykatorze i od 0,014 do 0,230 mg po 48 godzinach przechowywania w eksykatorze, natomiast odchylenia standardowe odtwarzalności mas filtrów 37 mm zawierały się w przedziale od 0,030 mg do 0,176 mg po 24-godzinnym i od 0,012 mg do 0,198 mg po 48-godzinnym przechowywaniu w eksykatorze. Średnie odchylenie standardowe odtwarzalności masy filtrów FiPro, po odrzuceniu wyników znacznie

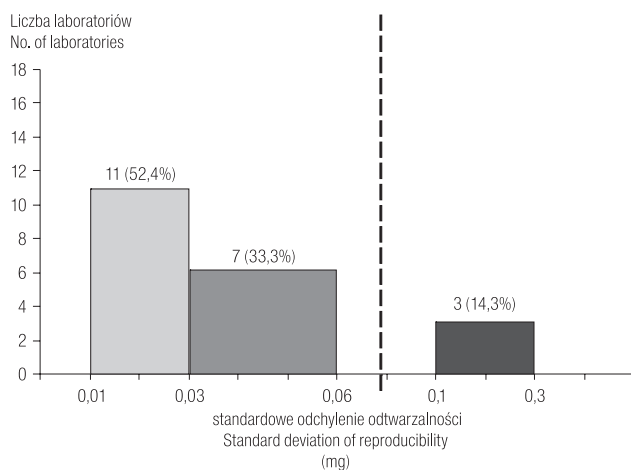
**Tabela 3.** Precyzja ważenia filtrów polipropylenowych FiPro w warunkach odtwarzalności – wyniki z badań międzylaboratoryjnych

**Table 3.** Weighing precision of FiPro polypropylene filters: reproducibility – the results from an inter-laboratory comparison

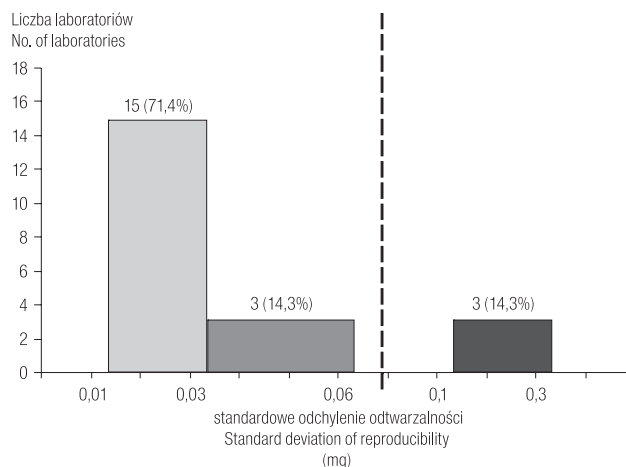
Średnica filtra Diameter of filters	25 mm		37 mm	
Czas przechowywania w eksykatorze Desiccation time	24 h	48 h	24 h	48 h
Zakres rozrzutów masy (mg) Range of mass difference (mg)	0–0,28	0–0,30	0–0,36	0–0,40
Zakres odchyień standardowych odtwarzalności (S <sub>i</sub> ) (mg) Range of standard deviation (S <sub>i</sub> ) (mg)	0,010–0,318	0,014–0,230	0,030–0,176	0,012–0,198
Średnia odtwarzalność (mg) Average of reproducibility (mg)	0,024	0,022	0,058	0,033

różniących się, wynosiło 0,024 mg i 0,022 mg dla filtrów 25 mm oraz 0,058 mg i 0,033 mg dla filtrów 37 mm.

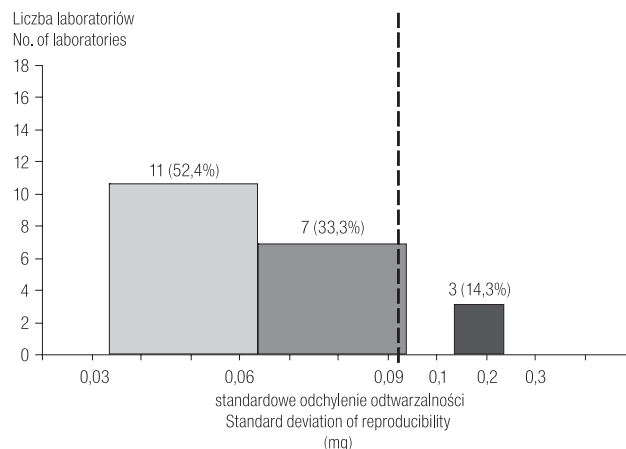
Standardowe odchylenia odtwarzalności masy filtrów FiPro o średnicy 25 mm, po 24-godzinnym przechowywaniu w eksykatorze, dla poszczególnych laboratoriów, zawierały się w trzech zakresach: w zakresie od 0,01 mg do 0,03 mg w 11 laboratoriach (stanowiących 52,4%); w zakresie od 0,03 mg do 0,06 mg w 7 laboratoriach (33,3%); w zakresie od 0,10 mg do 0,30 mg w 3 laboratoriach (14,3%) (ryc. 1). Precyzja oznaczeń masy filtrów po 48-godzinnym przechowywaniu w eksykato-



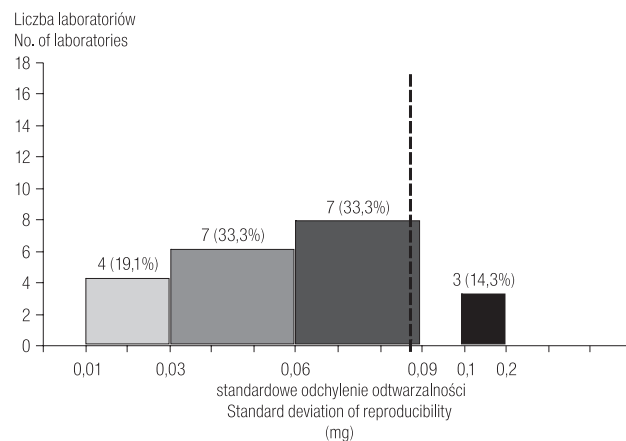
**Ryc. 1.** Odtwarzalność masy filtrów polipropylenowych FiPro Ø 25 mm po 24 h w eksykatorze – wyniki z badań 21 laboratoriów.  
**Fig. 1.** Mass reproducibility of FiPro polypropylene filters Ø 25 mm after 24 h desiccation – results from 21 laboratories.



**Ryc. 2.** Odtwarzalność masy filtrów polipropylenowych FiPro Ø 25 mm po 48 h w eksykatorze – wyniki z badań 21 laboratoriów.  
**Fig. 2.** Mass reproducibility of FiPro polypropylene filters Ø 25 mm after 48 h desiccation – results from 21 laboratories.



**Ryc. 3.** Odtwarzalność masy filtrów polipropylenowych FiPro Ø 37 mm po 24 h w eksykatorze – wyniki z badań 21 laboratoriów.  
**Fig. 3.** Mass reproducibility of FiPro polypropylene filters Ø 37 mm after 24 h desiccation – the results from 21 laboratories.



**Ryc. 4.** Odtwarzalność masy filtrów polipropylenowych FiPro Ø 37 mm po 48 h w eksykatorze – wyniki z badań 21 laboratoriów.  
**Fig. 4.** Mass reproducibility of FiPro polypropylene filters Ø 37 mm after 48 h desiccation – the results from 21 laboratories.

rze kształtowała się następująco: w zakresie od 0,01 mg do 0,03 mg w 15 laboratoriach (71,4%); w zakresie od 0,03 mg do 0,06 mg w 3 laboratoriach (14,3%); w zakresie od 0,10 do 0,30 mg w 3 laboratoriach (14,3%) (ryc. 2). Dla filtrów FiPro o średnicy 37 mm, przechowywanych 24 godziny i 48 godzin w ekcykatorze, dane dotyczące precyzji w warunkach odtwarzalności przedstawiono na rycinach 3 i 4. Jak wynika z danych zestawionych na rycinie 3, w 11 laboratoriach (52,4%) standardowe odchylenie odtwarzalności masy filtrów FiPro o średnicy 37 mm po 24-godzinym przechowywaniu w ekcykatorze, zawierało się w zakresie 0,03 mg do 0,06 mg, w 7 laboratoriach (33,3%) w zakresie od 0,06 mg do 0,09 mg, w 3 laboratoriach (14,3%) w zakresie od 0,10 mg do 0,20 mg. Natomiast z danych przedstawionych na rycinie 4 wynika, że standardowe odchylenie odtwarzalności masy filtrów FiPro o średnicy 37 mm po 48 godzinach przechowywania w ekcykatorze w 4 laboratoriach (19,0%) zawierało się w zakresie od 0,01 mg do 0,03 mg, w 7 laboratoriach (33,3%) w zakresie od 0,03 mg do 0,06 mg, w 7 laboratoriach (33,3%) w zakresie od 0,06 mg do 0,09 mg, w 3 laboratoriach (14,3%) w zakresie od 0,10 mg do 0,20 mg.

## WNIOSKI

Filtry polipropylenowe FiPro, stosowane szeroko w miernictwie pyłów przemysłowych, odznaczają się wysoka stabilnością masy. Precyzja oznaczania masy filtrów na wadze analitycznej z działką elementarną 0,01 mg, wyrażona odchyleniem standardowym powtarzalności  $S_r$  i po co najmniej 24-godzinym przechowywaniu w ekcykatorze była 1,4 razy wyższa dla filtrów 25 mm i 1,6 razy wyższa dla filtrów 37 mm niż dla tych filtrów trzymanyh w otwartym pojemniku w pomieszczeniu wagowym. Średnie odchylenie standardowe powtarzalności  $S_r$  równe 0,016 mg (dla filtrów 25 mm i 37 mm) wyznacza minimalną naważkę pyłu, którą można brać do obliczenia minimalnego stężenia pyłu równą 0,1 mg (sześć odchyłeń standardowych powtarzalności). Badania międzylaboratoryjne z udziałem 21 laboratoriów wykazały, że większość laboratoriów oznacza masy filtrów FiPro z bardzo wysoką precyzją.

Standardowe odchylenie odtwarzalności  $S_r$  masy filtrów 25 mm (24 godziny w ekcykatorze) zawierało się w przedziale 0,01–0,03 mg u ponad połowy labora-

toriów, odsetek ten zwiększył się do 71,4% dla filtrów trzymanyh 48 godzin w ekcykatorze.

W przypadku filtrów 37 mm (24 godziny w ekcykatorze) –  $S_r$  zawierało się w przedziale od 0,03–0,06 mg u ponad połowy laboratoriów, natomiast dla filtrów 37 mm trzymanyh 48 godzin w ekcykatorze, z tej grupy laboratoriów 4 osiągnęły precyzję wyższą, zawartą w przedziale 0,01–0,03 mg. Zatem przetrzymywanie filtrów FiPro w ekcykatorze przez 48 godzin przed i po pobraniu próbki powietrza pozwoli osiągnąć najwyższą precyzję oznaczeń ich masy.

## PIŚMIENNICTWO

1. PN-EN 481:1998: Atmosfera miejsca pracy. Określenie składu ziarnowego dla pomiaru cząstek zawieszonych w powietrzu. Polski Komitet Normalizacyjny, Warszawa 1998
2. PN-ISO 7708:2001: Jakość powietrza. Definicje frakcji pyłu stosowane przy pobieraniu próbek do oceny zagrożenia zdrowia. Polski Komitet Normalizacyjny, Warszawa 2001
3. PN-91/Z-04030/05: Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości pyłu. Oznaczanie pyłu całkowitego na stanowiskach pracy metodą filtracyjno-wagową. Polski Komitet Normalizacji Miar i Jakości, Warszawa 1992
4. PN-91/Z-04030/06: Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości pyłu. Oznaczanie pyłu respirabilnego na stanowiskach pracy metodą filtracyjno-wagową. Polski Komitet Normalizacji Miar i Jakości, Warszawa 1992
5. Kenny L.C., Bartley D.L.: The performance evaluation of aerosol samplers tested with monodisperse aerosol. *J. Aerosol Sci.*, 1995;26:109–126
6. Kenny L.C., Aitken R., Chalmers C., Fabriès J.F., Gonzales-Fernandez E., Kromhout H. i wsp.: A collaborative European study of personal inhalable aerosol sampler performance. *Ann. Occup. Hyg.*, 1997;41:135–153
7. Kenny L.: Scientific principles and pragmatic solutions for the measurement of exposure to inhalable dust. *Ann. Occup. Hyg.*, 2003;47(6):437–440
8. Mark D., Vincent J.H.: A new personal sampler for airborne total dust in workplaces. *Ann. Occup. Hyg.*, 1986;30:89–102
9. Hamilton J.R., Walton W.E.: The selective sampling of respirable dust Inhaled Particles and vapours. Pergamon Press, Oxford 1961
10. Shau-Nau Li Dale, Lundgren A.: Weighing accuracy of samples collected by IOM and CIS inhalable samplers. *Am. Industr. Hyg. Assoc. J.*, 1999;60:235–236
11. Göran L., Gunnell B.: Weighing imprecision and handleability of the sampling cassettes of the IOM sampler for inhalable dust. *Ann. Occup. Hyg.*, 2001;45:241–252