

Метрологическое обеспечение жидкостных и аэрозольных счётчиков

Е. В. ЛЕСНИКОВ¹, Д. М. БАЛАХАНОВ¹, В. И. ДОБРОВОЛЬСКИЙ¹

¹ Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, г.п. Менделеево, Московская обл., Россия, e-mail: lesnikov@vniiftri.ru

Описаны калибровка и поверка жидкостных и аэрозольных счётчиков частиц. Калибровка аэрозольных счётчиков частиц осуществляется с помощью латексных сфер известного размера. В зависимости от конструктивного исполнения счётчиков рассеянное от частиц излучение регистрируется под разными углами. Показано, что регистрация рассеянного излучения под углом 90° приводит к большим погрешностям измерений, если априорно не задан коэффициент преломления регистрируемых частиц. При регистрации рассеянного излучения во всём пространственном угле погрешность существенно уменьшается. Проанализированы метрологические характеристики счётчиков в различном конструктивном исполнении.

Ключевые слова: калибровка, аэрозольные счётчики частиц, счётчики частиц в жидкости, коэффициент преломления, рассеянное излучение.

Operations for calibration and verification of liquid and aerosol particle counters are described. Typically, calibration of an aerosol particle counters is performed using latex spheres of known size. However, depending on the design of counters, light intensity, scattered by particles, is recorded at various angles. It is shown that registration of the scattered light at an angle of 90° that is inherent for most popular particle counters, leads, without a priori specified refractive index of the detected particles, to large measurement errors. Registration of the scattered light in the whole solid angle significantly reduces measurement error. Metrological characteristics of counters in their design were analyzed.

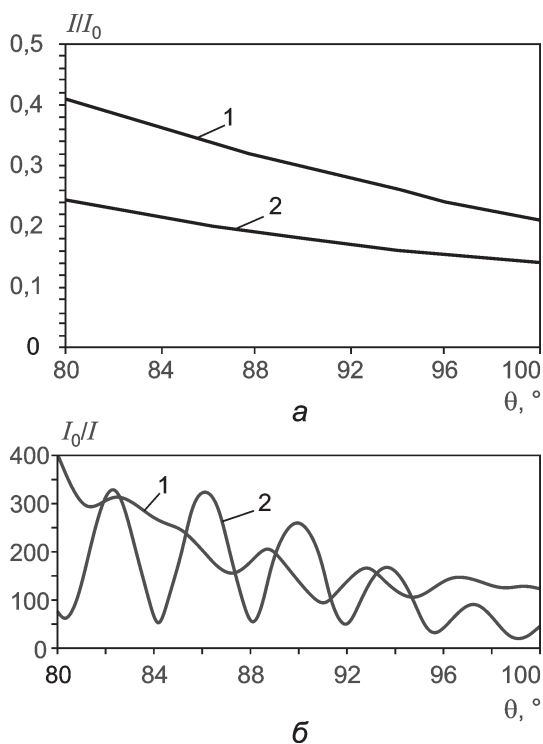
Key words: calibration, aerosol particle counters, counters particles in the fluid structure.

Современный счётчик частиц — прибор, предназначенный для измерения счётной концентрации частиц (количества частиц в единице объёма) в контролируемых средах, в качестве которых могут выступать как газообразные среды, в частности воздух, так и различные жидкости. Диапазон измерений счётной концентрации частиц ограничен конструктивной реализацией счётчика. Счётчик регистрирует излучение, рассеянное от каждой поступающей в некоторый рабочий объём частицы. При отсутствии или допустимой временной корреляции рассеянного и регистрируемого от каждой частицы излучения можно производить их подсчёт за фиксированный интервал времени. Счётчики частиц также являются общепринятыми приборами для определения счётной концентрации частиц в конечном числе каналов, каждый из которых ограничен линейными размерами регистрируемых твёрдых частиц, в основном диаметром. Например, счётная концентрация частиц в диапазонах размеров 0,3—0,5 мкм (первый канал), 0,5—1,0 мкм (второй канал) и т. д. Нижняя граница диапазона размеров частиц каждого из каналов носит название порогового размера.

Счётчики частиц в аэрозолях. Применение данных счётчиков связано в основном с необходимостью поддержания приемлемого качества воздуха в промышленных и официальных помещениях больниц, пищевых, электронных и высокоточных производств. Высокие уровни содержания частиц в воздухе могут приводить к выпуску бракованной продукции на производстве, к заболеваниям, таким как «синдром нездорового здания» и т. д. Важность качества воздуха в помещении неоднократно подчеркивалась в докладах Агентства по защите окружающей среды (США) о рисках, связан-

ных со средой обитания. Исследования показывают, что в некоторых коммерческих центрах воздух внутри помещений в пять раз более загрязнён, чем воздух вне помещений [1].

В воздухе встречаются различные виды взвешенных частиц, от частиц шерсти животных, пыльцы и бактерий до частиц стекловолокна, окиси кремния, асбеста и продуктов сгорания, возникающих в результате технологических процессов или работы оборудования. Для правильной оценки качества воздуха в помещении и поиска причин загрязнения воздуха специалисту нужен прибор, с помощью которого можно было бы не только измерить концентрацию частиц, но и получить дополнительную информацию, например, об их химическом составе, биологическом происхождении и т. д. В разных местах допустимы неодинаковые уровни концентрации взвешенных частиц, определяемые нормативными документами. В отличие от лазерных анализаторов размеров частиц, которые применяют для анализа ансамбля частиц, счётчик частиц анализирует единичное событие, связанное с процессом взаимодействия зондирующего излучения с частицей в некотором рабочем объёме. При этом интенсивность рассеянного или ослабленного излучения пропорциональна размеру частиц, а количество актов взаимодействия пропорционально их концентрации. Оптическое излучение регистрируется фотоприёмником, в качестве которого используется фотодиод или фотоэлектронный умножитель. При измерении счётной концентрации частиц субмикрометрового диапазона размеров (менее 1 мкм) возникают две основные проблемы: энергетическая, связанная с малым сечением взаимодействия частицы и зондирующего излучения; существенная зависимость сечения взаимодей-



Индикатрисы рассеяния излучения на длине волны 0,67 мкм в диапазоне углов 80—100° на частицах размером 0,3; 10,0 мкм (а, б соответственно):

1 — латексная сфера ($m = 1,59 + i0,00$); 2 — SiO_2 ($m = 1,46 + i0,00$)

ствия от комплексного показателя преломления частицы $m = m_0 + i\gamma$.

При регистрации рассеянного излучения сечение рассеяния можно рассчитать с помощью теории Ми (сферические частицы) при априорно заданном показателе m . При $\rho = \pi d/\lambda \sim 1$ (где ρ — волновое число, d — диаметр частицы, λ — длина волны зондирующего излучения) интенсивность рассеянного под 90° излучения имеет порядок $(10^{-6}—10^{-7})I_0$ (I_0 — интенсивность зондирующего излучения), поэтому единственным решением энергетической проблемы является применение высокоинтенсивных источников излучения (лазеров большой мощности) и высокочувствительных приёмников излучения.

Существенную роль играет и выбор геометрии эксперимента. Это вытекает из рассмотрения индикатрис рассеянного излучения. Энергетически выгодной является регистрация излучения при угле между векторами распространения зондирующего и рассеянного излучений, близком к нулю градусов. Однако при этом возникает множество технических проблем, связанных с паразитными засветками фотоприёмника зондирующим излучением. Поэтому наиболее распространённые счётчики выполнены так, что рассеянное излучение в них регистрируется под углами, близкими к 90° (90° геометрия). Сегодня на российском рынке счётчики частиц представлены фирмами TSI (США), Roeco (США), Fluke (США), Lighthouse (США). Наиболее чувствительным является счётчик «Solair 1001+» фирмы Lighthouse, предназначенный для измерения счётной концентрации частиц аэрозоля. Калибровка и поверка выше названных счётчиков осуще-

ствляется согласно стандарту [2] с помощью латексных сфер (PSL), определяющих пороговые значения счётчиков. Задачей калибровки и поверки является определение и подтверждение действительных значений технических и метрологических характеристик, указанных в эксплуатационной документации, и (или) пригодности аппаратуры к применению.

Частицы латексных сфер имеют комплексный показатель преломления $m = 1,59 + i0,00$. Проанализируем возможности использования откалиброванных и поверенных таким способом счётчиков аэрозольных частиц. Частицы в контролируемой среде могут иметь разную физическую природу и показатели преломления. Сравним счётчики с 90° геометрией, регистрирующие рассеянное излучение латексных сфер и частиц из оксида кремния SiO_2 ($m = 1,46 + i0,00$) в диапазоне размеров 0,3—10 мкм. На рисунке приведены индикатрисы рассеяния излучения частицами диаметром 0,3; 10 мкм, вычисленные с помощью теории Ми в диапазоне углов 80—100° при $\lambda = 0,67$ мкм.

В табл. 1 приведена относительная интенсивность излучения I_k/I_m (I_k — интенсивность излучения, рассеянного под углом 90° и регистрируемого счётчиком при его калибровке, I_m — интенсивность рассеянного под тем же углом излучения частиц из материала с индексом m).

Таблица 1

Относительная интенсивность регистрируемого излучения

Диапазон размеров частиц, мкм	$I_k/I_{\text{PSL}}, \%$	$(I_k/I_{\text{SiO}_2} - I_k/I_{\text{PSL}}), \%$
0,3—0,5	100	–35
0,5—1,0	100	–50
1,0—2,0	100	–40
2,0—5,0	100	–24
5,0—10,0	100	–50
10,0—15,0	100	67

При измерении счётной концентрации частиц SiO_2 счётчиком, откалиброванным в соответствии со стандартом [2] с помощью латексных сфер (PSL), первом канале, регистрирующим частицы PSL размером 0,3—0,5 мкм, счётная концентрация частиц составит 0,4—0,75 мкм и т. д. Таким образом, показания прибора не будут соответствовать действительности. Однако с помощью существующих счётчиков аэрозольных частиц можно регистрировать излучение, рассеянное не только под углом 90°, но и, например, в пространственном угле, близком к 360°. В табл. 2 приведены пороговые значения счётчиков с 90° и 360° геометрией при регистрации частиц SiO_2 . Счётчики откалиброваны с помощью латексных сфер.

Таблица 2

Пороговые размеры счётчиков, мкм

PSL	SiO_2	
90°, 360°	90°	360°
0,3	0,4	0,33
0,5	0,75	0,54
1,0	1,4	0,92
2,0	2,5	2,15
5,0	7,5	5,1
10,0	7,7	10,32

Из табл. 2 следует, что 90° геометрия приводит к изменению пороговых размеров в пределах 20—50 % при измерении частиц SiO_2 от пороговых размеров при измерении частиц PSL, используемых при калибровке приборов. Применение таких счётчиков возможно только после введения поправки на результаты измерений счётной концентрации. Эта поправка может быть вычислена по теории Ми методом сравнения рассеянного под тем или иным углом излучения для частиц, с помощью которых калибруется счетчик — обычно PSL и измеряемых частиц при их известных коэффициентах преломления. Применение счётчиков с 360° геометрией приводит к изменению пороговых значений, не превышающих 10 %, что соответствует требованиям [2].

Решение энергетических проблем позволило довести нижнюю границу регистрируемых размеров частиц до 0,05 мкм [3]. Счётчики, в которых в качестве источника света используется лазер, имеют малый рабочий объём, что и позволяет регистрировать частицы пыли субмикронных размеров [4]. Малый рабочий объём создается фокусировкой луча лазера в пучок диаметром 100 мкм и использованием капилляра диаметром 20 мкм.

Кроме метода регистрации рассеянного излучения в счётчиках частиц аэрозолей применяется и внутрирезонаторный метод регистрации частиц [5]. При этом частица, проходящая внутри резонатора лазера, вызывает возмущение, в результате чего выходной импульс излучения лазера значительно уменьшается. Скорость счёта может достигать 10^4 частиц в секунду.

Счётчики частиц в жидкостях. Для контроля загрязнённости жидких сред используются счётчики частиц, их широко применяют в электронной, фармацевтической и других высокотехнологических отраслях промышленности. Автоматические счётчики частиц (АСЧ) в жидкости являются общепринятыми приборами для определения размера твёрдых частиц и распределения их по размерам. Метод количественного анализа используют для контроля: количества частиц в жидком топливе и жидкостях гидравлических систем; качества процессов промывки узлов и гидроагрегатов; работы вспомогательного оборудования и испытательных установок; состояния жидкости в упаковке (таре). Расширенная неопределённость конкретного АСЧ определяется при его калибровке. Диапазон измерений размеров частиц в жидкости обычно составляет 2—200 мкм, хотя для ионизированной воды нижний предел ограничивается 0,05 мкм. Прибор, предназначенный для автоматического подсчёта числа отдельных частиц в жидкости и получения их распределения по размерам, обычно основан на принципах измерения рассеянного или ослабленного оптического излучения. Отечественные модели АСЧ (ПКЖ, АЗЖ, Гран) основаны на измерении ослабленного излучения. Операции калибровки таких счётчиков проводят в соответствии с рекомендациями изготовителя или потребителя. Проверка приборов осуществляется в соответствии с [6].

К основным операциям калибровки АСЧ следует отнести: определение пороговых размеров измерительных каналов и их соответствие заявленным метрологическим харак-

теристикам; определение верхнего предела измерений счётной концентрации. Калибровку проводят согласно [7, 8]. Указанные стандарты имеют сертификаты прослеживаемости к соответствующим первичным эталонам NIST. Калибровка происходит с помощью стандартных образцов (СО) SRM 2806 NIST. Для приготовления СО используют кварцевую пыль ACFTD, которую получают из песка Аризонской пустыни струйным измельчением. Существует несколько классов пыли с различными диапазонами размеров частиц, их свойства установлены в [9]. Для приготовления SRM 2806 использовали пыль класса ISO 12103-A3, имеющую также название ISO MTD. Суспензию частиц ISO MTD получали с помощью гидравлической жидкости, широко применяемой в мире для испытания фильтров. В NIST она обозначена как MIL-H 5606, во французских национальных стандартах как AIR 3520, в технических условиях NATO как H 515. Физико-химические свойства гидравлической жидкости приведены в [10]. Суспензию частиц целесообразно получать на основе той жидкости, параметры которой необходимо измерять.

Погрешность установки пороговых размеров определяют сравнением СО (суспензии с известной относительной функцией распределения частиц по размерам $f(d)$) с показаниями калибруемого АСЧ, так как АСЧ индицирует счётную концентрацию частиц в конечном числе каналов, верхний и нижний диапазон которых ограничен пороговыми размерами каждого из каналов. Первый канал ограничен пороговым размером d_1 и пороговым размером d_2 второго канала, второй канал ограничен также пороговым размером d_2 и пороговым размером третьего канала d_3 и т. д. Сравнение показаний $A_{d_1 d_2}$ АСЧ с вычисленными значениями концентраций частиц в том же диапазоне размеров СО, позволяет определить погрешность установки пороговых размеров счётчика:

$$\Theta_i = \int_{d_i}^{d_{i+1}} f(d) dd - \frac{A_{d_i d_{i+1}}}{\sum_n A_n},$$

где i — порядковый номер канала; $\sum_n A_n$ — суммарная счётная концентрация, т. е. сумма показаний во всех каналах счётчика.

Так как в основном АСЧ основаны на измерении ослабленного частицей излучения, то амплитуду регистрируемого излучения можно описать выражением

$$B = I_0 - I_0 \exp(|S(0)| \equiv I_0 |S(0)|),$$

где I_0 — интенсивность зондирующего излучения; $S(0)$ — сечение экстинкции частицы, вычисляемое по теории Ми, $S(0)$ зависит от относительного показателя преломления частицы.

Калибровка счётчиков осуществляется с помощью СО на основе SiO_2 . В табл. 3 приведено сравнение диапазонов измерения счётной концентрации частиц SiO_2 и латексных частиц в воде в диапазоне 2—20 мкм.

Таблица 3
Сравнительный анализ размеров частиц СО и латексных частиц при определении счётной концентрации с помощью АСЧ

Номер измерительного канала i	Размер измерительного канала, установленный при калибровке АСЧ с помощью СО, мкм	Размер латексных частиц в жидкости, мкм
1	2—5	2,33—4,13
2	5—10	4,13—10,14
3	10—20	10,14—20,2
4	>20	>20,2

Верхний предел измерений счётной концентрации определяется наличием в измерительном объёме нескольких частиц, которые воспринимаются как одна. Это приводит к завышению результата при подсчёте крупных частиц и занижению результата при подсчёте более мелких частиц. Предел совпадения счётчика и есть приемлемый максимальный уровень концентрации частиц. Погрешность из-за совпадений при заданной счётной концентрации частиц определяется геометрическими размерами измерительного объёма, а также распределением частиц по размерам в пробе, включая частицы, имеющие слишком малый размер для подсчёта. Максимальную счётную концентрацию следует рассматривать как контрольный показатель. Для проведения этой операции необходимо подготовить пробы со счётными концентрациями (примерно 10, 20, ..., 130 %), указанными в эксплуатационной документации. Измерить счётную концентрацию частиц n_{ik} для каждой k -й пробы (k — порядковый номер пробы) в i -м канале. Вычислить счётную концентрацию в i -м измерительном канале счётчика частиц как $N_{ik} = \bar{n}_{ik} / \bar{V}$, где $\bar{V}$ — средний объём пробы. По полученным результатам построить функцию линейной регрессии из выборки со счётными концентрациями 10—70 % по формуле $y = aN_{ik}$, где a — коэффициент, определяемый методом наименьших квадратов; N_{ik} — счётная концентрация частиц k -й пробы в i -м измерительном канале. Отличие линейной функции y от полученных значений N_{ik} характеризуется коэффициентом корреляции, который должен быть не менее 0,98.

Относительное отклонение показаний счётчика от функции линейной регрессии даёт возможность определить максимальную измеряемую счётную концентрацию в каждом канале АСЧ. Превышение этого отклонения для пробы со 100 % концентрацией от значений, указанных в эксплуатационной документации, учитывается при расчёте расширенной неопределённости или ограничивает верхнюю границу диапазона измерений. Счётчики частиц в жидкости могут быть построены не только на основе метода регистрации ослабленного частицей излучения, но и рассеянного. Таким образом, можно проанализировать погрешности счётчиков частиц аэрозолей с конструктивными особенностями АСЧ, которые характеризуют регистрацию рассеянного излучения под теми или иными углами.

Литература

1. Центр решений по энергоаудиту. [Официальный сайт] <http://energoaudit.fluke-promo.ru/products/download/id/34/type/description/> (дата обращения: 23.06.2016).
2. ГОСТ Р ИСО 21501-4. Получение распределения частиц по размерам. Оптические методы оценки отдельных частиц. Счетчики частиц в воздухе для чистых зон.
3. Gravatt C. C., Allegrini I. A New Light Scattering Method for the Determination of the Size Distribution of Particulate Matter in Air // Proc. 3rd Internat. Glean. Congress, Diisseldorf. 1973. P. 3—5.
4. Heyder V., Roth C., Stahlhofen W. Particle Size Anal. London, 1972. P. 53.
5. Schlesener S. A. A Gas Laser Aerosol Detection and Sizing Instrument // J. Air Pollut. Contr. Assoc. 1969. V. 19. N. 1. P. 40—42.
6. ГОСТ 8.606—2012. Государственная поверочная схема для средств измерений дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов.
7. ГОСТ Р ИСО 11171—2012. Гидропривод объемный. Калибровка автоматических счётчиков частиц в жидкости.
8. ИСО 4406. Приводы гидравлические — жидкости — метод кодирования уровня загрязнения твёрдыми частицами.
9. ГОСТ 12103—66. Руды марганцевые и концентраты. Метод определения гигроскопической влаги.
10. ИСО 16889. Гидропривод объемный. Фильтры. Метод многократного пропускания жидкости через фильтроэлемент для определения характеристик фильтрования.

Дата принятия: 14.07.2016.