УДК 544.77.015.089.68

- А. А. Багдюн,
- В. Б. Макаревич,
- Е. В. Филистович,
- А. Н. Горошкова,
- Д. В. Ивашенко

ЭТАЛОННЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ ПАРАМЕТРОВ ДИСПЕРСНЫХ СРЕД

В статье описываются состав, метрологические характеристики и измерительные возможности созданного в БелГИМ эталонного комплекса для средств измерений параметров дисперсных сред.

The article describes the composition, metrological characteristics and measurement capabilities of the reference facility for measuring instruments for the parameters of dispersive media developed by BelGIM.

Введение

Средства измерений параметров аэрозолей, суспензий и порошков широко применяются в экологии и санитарии, медицине и биологии, цементной промышленности, электронике, энергетике, космической, авиационной и оборонной промышленности, при научных исследованиях [1].

Важно отметить, что существует статистически установленная связь между загрязнением атмосферного воздуха и общей заболеваемостью населения. Вклад загрязнения воздуха в частоту и выраженность наиболее распространенных заболеваний системы органов дыхания, пищеварения, кожи, аллергических реакций и т. д. составляет до 30 % от общей суммы факторов, влияющих на здоровье населения [2]. Этот факт мотивирует разработку требований, регламентирующих биологически опасные уровни содержания частиц в аэрозолях. Следует обратить внимание и на положение нанотехнологий в промышленности. Квантовый характер нанотехнологических процессов делает их в значительной степени зависимыми от параметров исходных материалов и технологических сред. Вышеперечисленное, несомненно, стимулирует развитие методов исследования и средств измерений параметров дисперсных сред, в частности методов контроля окружающей среды, технологических процессов и физико-химического состава сред в нанометровом и субмикронном диапазонах.

Эталонный комплекс предназначен:

 для хранения и передачи размера счетной и массовой концентраций рабочим средствам измерений, применяемым в различных отраслях фармацевтики, приборостроения, микроэлектроники и экологического мониторинга с целью обеспечения единства измерений в Республике Беларусь;

– для поверки и калибровки счетчиков аэрозольных частиц, анализаторов пыли и анализаторов размера частиц.

Состав эталонного комплекса

Эталонный комплекс состоит из следующих средств измерений и оборудования:

– комплекта стандартных образцов размера частиц полистирольного латекса с номинальными значениями 20 нм, 40 нм, 100 нм, 500 нм, 1 мкм, 3 мкм, 5 мкм, 10 мкм, 50 мкм, 100 мкм;

комплекса анализаторов размера частиц в составе:

• анализатора размера частиц LA-960 № SHSU8MXV;

• анализатора размера наночастиц SZ-100 № WRCNS3VU;

• видеоизмерительной машины с ЧПУ Quick Vision HYPER 302 PRO № 70696036;

• генератора монодисперсных аэрозолей с фокусировкой потока FMAG 1520 № 1520-230-20200213-01;

• лазерного аэрозольного спектрометра LAS 3340A № 72011001;

- спектрометра SMPS 3938NL89 в составе:

классификатора аэрозолей 3082
 № 3082002008002;

• анализатора дифференциальной подвижности частиц LongDMA 3081A № 3081A2004002;

• анализатора дифференциальной подвижности частиц NanoDMA 3085A № 3085A2004002;

конденсационного счетчика частиц 3789
 № 3789200701;

нейтрализатора аэрозолей 3088

Nº 3088012009003;

– генератора наноаэрозолей Electrospray 3482 № 3482201202;

– шприцевого насоса 3482-spump № D-306964 и шприца;

- генератора аэрозолей 3073 № 2282003406;

 набора принадлежностей для разбавления воздуха 1035575;

– диффузионного осушителя воздуха 3062
 № 3062200402;

– разветвителя 3708 № 3708201005;

– расходомера воздуха 4048 № 40482009007;

– пробоотборника наноаэрозолей 3089

Nº 3089201001;

– калибровочной башни № СТ200001

с эталонным спектрометром 11-С № 11С2001; – анализатора пыли ТЕОМ 1405-DF

Nº 1405A246902004;

– системы разбавления и распределения аэрозолей TOPAS ADD 536 № 5362002402;

– ламинарных шкафов ESCO LVG-5AG-F8

№ 2020-149314 и 2020-147866;

- комплекта документации.

Описание эталонного комплекса

Эталонный комплекс можно условно разделить на шесть блоков.

К первому относится комплекс анализаторов размера частиц (рис. 1). Данное оборудование применяется для анализа взвесей, а именно измерений размера частиц в жидкости.

Во второй блок входят калибровочная башня и анализатор пыли (рис. 2). Это оборудование предназначено для метрологической оценки средств измерений массовой концентрации частиц в воздухе.

К третьему блоку относятся лазерный аэрозольный спектрометр и генератор монодисперсных аэрозолей с фокусировкой потока (рис. 3). Эти два прибора предназначены для генерирования и измерений размеров и счетной концентрации частиц свыше 1 мкм.

Четвертый блок эталонного комплекса включает спектрометр SMPS, генератор наноаэрозолей



Рис. 1. Комплекс анализаторов размера частиц



Рис. 2. Калибровочная башня и анализатор пыли

Electrospray, шприцевый насос и шприц, генератор аэрозолей 3073, набор принадлежностей для разбавления воздуха, диффузионный осушитель воздуха, разветвитель и пробоотборник наноаэрозолей (рис. 4). Перечисленное оборудование предназначено для генерирования, сбора, классификации, измерений размера и счетной концентрации частиц до 1 мкм.

В состав пятого блока входит видеоизмерительная машина с ЧПУ (рис. 5), которая применяется для метрологической оценки сит.

К шестому блоку относятся ламинарные шкафы, расходомер и система разбавления и распределения аэрозолей (рис. 6). Это оборудование является вспомогательным и применяется со вторым, третьим и четвертым блоками.

Принцип действия эталонного комплекса

Задачей эталонного комплекса является метрологическая оценка средств измерений параметров дисперсных сред. К этим средствам измерений относятся счетчики аэрозольных частиц, анализаторы пыли и анализаторы размеров частиц. Поскольку данные средства измерений предназначены для контроля различных параметров дисперсных сред, то принцип действия эталонного комплекса необходимо рассматривать индивидуально для каждого типа поверяемых или калибруемых средств измерений.

Счетчики аэрозольных частиц предназначены для измерения счетной концентрации частиц в воздухе, дифференцированной по размерным каналам. Счетная концентрация частиц в воздухе вы-



Рис. 3. Лазерный аэрозольный спектрометр и генератор монодисперсных аэрозолей



Рис. 4. Комплекс оборудования для генерирования, сбора, классификации, измерений размера и счетной концентрации частиц до 1 мкм

4



Рис. 5. Видеоизмерительная машина с ЧПУ Quick Vision HYPER 302 PRO

ражается количеством частиц в единице объема воздуха. Соответственно, необходимо определять способность счетчика измерять размер частиц, их количество и количество объема прокачанного воздуха. Для определения способности измерения размера частиц, соответствующего размерному каналу счетчика, нужно сгенерировать аэрозоль с частицами необходимого размера. Для этих целей используются генератор частиц, генератор наночастиц и генератор монодисперсных аэрозолей с фокусировкой потока. Кроме того, для частиц менее 1 мкм совместно с генератором применяется классификатор аэрозолей для обеспечения монодисперсности. Размер сгенерированного аэрозоля контролируется с помощью анализаторов дифференциальной подвижности частиц или лазерного аэрозольного спектрометра. Если размер аэрозоля соответствует требуемому, то далее он подается через разветвитель в счетчик аэрозольных частиц с целью определения погрешности счетчика при измерении размера частиц.

Для определения погрешности счетчика при измерении расхода воздуха чистый сжатый воздух подают на счетчик частиц, предварительно измерив его расход с помощью расходомера.

Для определения погрешности счетчика при измерении счетной концентрации (эффективности счета) генерирование частиц производят так же, как и при контроле размера частиц. Однако сгенерированный аэрозоль подают в камеру разбавления и распределения аэрозолей, которая уже распределяет его на счетчик аэрозольных частиц (поверяемый) и счетчик ядер конденсации (эталонный). Измеренные значения счетной концентрации сравнивают и определяют эффективность счета.

Анализаторы пыли предназначены для измерения массовой концентрации частиц в воздухе, которая выражается как масса частиц в единице объема воздуха. Измеряемыми параметрами являются масса частиц и объем прокачанного воздуха. Массу частиц контролируют, измеряя на



Рис. 6. Ламинарный шкаф и система разбавления и распределения аэрозолей

весах массу фильтра, на который осаждаются частицы до и после процесса измерения массовой концентрации частиц в воздухе, а объем прокачанного воздуха определяют так же, как и для счетчиков частиц. Использование калибровочной башни позволяет воспроизводить различные значения массовой концентрации частиц в воздухе и распределять дисперсную систему одновременно на несколько поверяемых или калибруемых анализаторов пыли. Таким образом, калибровочная башня служит одновременно генератором частиц в воздухе и камерой распределения. Соответственно, погрешность анализаторов пыли определяется методом сравнения их показаний с показаниями эталонного спектрометра, входящего в комплект башни.

Анализаторы размеров частиц предназначены для измерения размера частиц в жидкости. Для определения погрешности анализаторов применяются унимодальные сертифицированные стандартные образцы размера частиц полистирольного латекса сферической формы с нормальным распределением частиц по размерам.

Исследование метрологических характеристик эталона

В соответствии с ГОСТ 8.381-80 [3] неисключенная систематическая погрешность эталона характеризуется границами неисключенной систематической погрешности, случайная погрешность эталона характеризуется средним квадратическим отклонением результата измерений при воспроизведении единицы, а погрешность передачи размера единицы – суммой случайных и систематических погрешностей.

Исследование метрологических характеристик эталонного комплекса проводилось расчетно-экспериментальным методом.

Систематическая погрешность эталонного комплекса (θ , нм) была определена расчетным методом. Среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности эталонного комплекса (S, нм) определено экспериментально.

Исследование метрологических характеристик эталонного комплекса проводилось на предмет

5

измерения размера частиц в воздухе. Для этого в эталонном комплексе используется метод анализа дифференциальной электрической подвижности частиц. Данный метод основан на физическом принципе анализа дифференциальной электрической подвижности, который разделяет частицы аэрозоля на основе зависимости их электрической подвижности от размера частиц. Электрическая подвижность частицы Z равна скорости U заряженной частицы, деленной на напряженность электрического поля E:

$$Z = \frac{U}{E}.$$
 (1)

Электрическая подвижность вычисляется из баланса электрических сил, возникающих из-за заряда на частице, и силы сопротивления, заданой законом Стокса:

$$neE = \frac{3\pi\mu UD_p}{C(D_p)},$$
 (2)

где *n* – количество зарядов, шт.;

е – заряд электрона, Кл;

 μ — вязкость газа, кг·м⁻¹·с⁻¹;

*D*_{*n*} – диаметр частицы, м;

C(*D*_{*n*}) – коррекция скольжения Каннингема.

Коэффициент $C(D_p)$ стремится к единице для частицы, диаметр которой больше, чем ее длина свободного пробега в газе, и увеличивается с уменьшением диаметра частицы. В случае однозарядных частиц n = 1. Тогда из уравнений (1) и (2) выводится следующее выражение электрической подвижности:

$$Z = \frac{eC(D_p)}{3\pi\mu D_p}.$$
 (3)

Измерения размеров частиц в воздухе в эталонном комплексе проводятся с помощью электростатического классификатора и анализатора электрической подвижности частиц (DMA) (рис. 7).

Электрическая подвижность в этом оборудовании вычисляется по следующему уравнению [4]:

$$Z = \frac{q_{sh}}{3\pi VL} \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right),\tag{4}$$

где q_{sh} – скорость потока воздуха обдува в оболочке, м³/с;

V – напряжение на стержне, В;

L – длина от входа аэрозоля до щели, м;

 r_1 и r_2 – внутренний и внешний радиусы кольцевого пространства соответственно, м.

Из уравнений (3) и (4) диаметр частицы равен:

$$D_{p} = \frac{eC(D_{p})2VL}{q_{sh}3\mu\ln\left(\frac{r_{2}}{r_{1}}\right)}.$$
(5)



Рис. 7. Схема цилиндрического классификатора: 1 — канал подачи воздуха обдува (q_,); 2 — высокоэффективный воздушный фильтр твердых частиц; 3 — расходомер; 4 — канал чистого воздуха; 5 — нейтрализатор аэрозолей; 6 — канал подачи полидисперсного аэрозоля; 7 — выпрямитель потока; 8 — вход аэрозоля; 9 — область классификации; 10 — источник высокого напряжения; 11 — центральный стержень (r,), на который подается высокое напряжение (V); 12 — наружный цилиндр (r,); 13 — выходная щель монодисперсного аэрозоля; 14 — канал выхода монодисперсного аэрозоля; 15 — фильтр; 16 — канал выхода полидисперсного аэрозоля

На основании уравнения (5) была построена модель расчета основных источников неисключенных систематических погрешностей при измерении диаметра частиц в воздухе с помощью DMA [5]:

 $\theta_L = f(\delta e, \delta \mu, \delta C(D_p), \delta(L, r_1, r_2), \delta V, \delta q_{sh}),$ (6) где δe – погрешность, обусловленная определением величины заряда электрона;

 δµ – погрешность, обусловленная определением значения вязкости газа;

 $\delta C(D_p)$ – погрешность, обусловленная определением поправочного коэффициента Каннингема;

δ(*L*, *r*₁, *r*₂) – погрешность, обусловленная измерением геометрических параметров DMA;

δ*V* – погрешность, обусловленная измерением напряжения на центральном стержне DMA;

Таблица 1

Источники	неисключенных	систематических	погрешностей
		criciterenterin rection	no pomio eros

Обозначение погрешности	Источник неисключенной систематической погрешности	Значение погрешности θ_i , %
θ_{e}	Погрешность, обусловленная определением величины заряда электрона <i>е</i> [6]	0,0003
θ_{μ}	Погрешность, обусловленная определением значения вязкости газа µ [7]	0,089
$\theta_{C(D_p)}$	Погрешность, обусловленная определением поправочного коэффициента Каннингема $C(D_p)$ [8]	0,1
$\boldsymbol{\theta}_{L, r_1, r_2}$	Погрешность, обусловленная измерением геометрических параметров DMA (<i>L</i> , <i>r</i> ₁ , <i>r</i> ₂) [9]	0,79
Θ_{ν}	Погрешность, обусловленная измерением напряжения V на центральном стержне DMA (из сертификата калибровки)	0,3
$\theta q_{_{sh}}$	Погрешность, обусловленная измерением скорости потока воздуха обдува q _{sh} в оболочке DMA (из сертификата калибровки)	2,0
Неисключ	1,1 · 2,18	
При довери		
Неисключ	2,4	

 δq_{sh} – погрешность, обусловленная измерением скорости потока воздуха обдува в оболочке DMA.

Основные источники неисключенных систематических погрешностей и их значения приведены в табл. 1.

Среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности эталонного комплекса при измерении размера частиц в воздухе, которое составило 0,33 %, определяли по стандартным образцам размера частиц полистирольного латекса номинальным значением 100 нм.

Заключение

1. В БелГИМ создан эталонный комплекс для средств измерений параметров дисперсных сред, который включает в себя измерительное оборудование, отвечающее по точности лучшим мировым образцам.

2. Проведено исследование метрологических характеристик эталонного комплекса.

3. На основании проведенных исследований можно сделать вывод: метрологические характеристики эталонного комплекса, установленные в

результате исследований, соответствуют техническому заданию на выполнение НИОКР (табл. 2).

4. Погрешность передачи размера единицы величины S_{Σ} – не более 2,4 %.

5. Расширенная неопределенность измерений, связанная с передачей размера единицы величины от эталонного комплекса, -U = 5 % (k = 2, p = 95 %).

6. Для размещения новых измерительных возможностей БелГИМ в международной базе КСDВ BIPM необходимо принять участие в международных сличениях в области измерений параметров дисперсных сред.

🛄 Список использованной литературы

1. Российская метрологическая энциклопедия: в 2 т. / Н. В. Андросенко [и др.]; под ред. В. В. Окрепилова. – СПб.: Лики России, 2015. – 2 т.

2. Холодов, А. С. Влияние твердых взвешенных частиц атмосферного воздуха населенных пунктов на здоровье человека / А. С. Холодов [и др.] // Вестник Камчатского государственного технического университета. – 2019. – № 49.

Таблица 2

Метрологические характеристики эталонного комплекса

Наименование	Значение характеристики		
характеристики	По результатам исследований	В техническом задании	
Диапазон измерений размеров частиц, мкм	Аэрозольные частицы – от 0,002 до 7,5 Взвешенные частицы – от 0,0003 до 3 000	от 0,1 до 100	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений размеров частиц, %	Аэрозольные частицы – от 2 до 5 Взвешенные частицы – 2	2	
Диапазон измерений счетной концентрации частиц, 1/м ³	От 1 до 10 ¹⁵	От 10 ⁵ до 10 ¹²	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений счетной концентрации частиц, %	5	10	
Диапазон измерений массовой концентрации частиц, мкг/м ³	От 10 до 1 000 000	От 1 000 до 1 000 000	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации частиц, %	9	10	

3. ГОСТ 8.381-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Эталоны. Способы выражения погрешностей.

4. Donnelly, M. K. Particle Size Measurements for Spheres with Diameters of 50 nm to 400 nm / M. K. Donnelly, G. W. Mulholland // Internal Report (NISTIR) 6935. – 2003.

5. Соломахо, В. Л. Определение погрешности передачи размера единицы длины при измерении диаметра наночастиц с помощью анализатора дифференциальной электрической подвижности частиц / В. Л. Соломахо, А. А. Багдюн // Приборы и методы измерений. – 2021. – № 3. – С. 194–201.

6. Cohen, E. R. The 1973 Least-Squares Adjustment of the Fundamental Constants / E. R. Cohen, B. N. Taylor // Journal of Physical and Chemical Reference Data. – 1973. – Vol. 2, iss. 4. – P. 663–734. 7. Knutson, E. O. Extended Electric Mobility Method for Measuring Aerosol Particle Size and Concentration. Fine Particles / E. O. Knutson // Academic Press. – 1976. – P. 739–762.

8. Kim, J. H. Slip Correction Measurements of Certified PSL Nanoparticles Using a Nanometer Differential Mobility Analyzer (Nano-DMA) for Knudsen Number From 0.5 to 83 / J. H. Kim [et al.] // Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology. – 2005. – Vol. 110, iss. 1. – P. 31–54. 9. ISO 15900:2020 Determination of particle size distribution – Differential electrical mobility analysis for aerosol particles.

Александр Андреевич БАГДЮН,

ведущий инженер

по метрологии-исследователь производственно-исследовательского отдела измерений геометрических величин БелГИМ;

Владимир Брониславович МАКАРЕВИЧ,

начальник производственно-исследовательского отдела измерений

геометрических величин БелГИМ;

Екатерина Васильевна ФИЛИСТОВИЧ,

начальник производственно-исследовательского отдела физико-химических

и оптических измерений БелГИМ;

Алина Николаевна ГОРОШКОВА,

ведущий инженер по метрологии производственно-исследовательского отдела измерений геометрических величин БелГИМ; Дмитрий Владимирович ИВАШЕНКО,

инженер по метрологии 2-й категории производственно-исследовательского отдела физико-химических и оптических измерений БелГИМ

Дата поступления 29.11.2021

8