

УДК 006.91:+53.083

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ГОСУДАРСТВЕННОГО
ПЕРВИЧНОГО ЭТАЛОНА ЕДИНИЦ ДИСПЕРСНЫХ
ПАРАМЕТРОВ АЭРОЗОЛЕЙ, ВЗВЕСЕЙ И
ПОРОШКООБРАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Д.М. Балаханов, Е.В. Лесников, Д.И. Беленький

*ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская область
balakhanov@vniiftri.ru*

В работе поднимаются вопросы об измерениях параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, освещается вопрос о совершенствовании государственного первичного эталона единиц дисперсного параметра аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов.

The work deals with the question of providing the uniformity of aerosol parameter measurements, of improvement of State primary standard of units of disperse parameters of aerosols, suspensions and powdered materials, its metrological characteristics are described as well.

Ключевые слова: эталон, дисперсные параметры, аэрозоли, взвеси, порошкообразные материалы.

Key words: standard, disperse parameters, aerosol, suspensions and powdered material.

На современном этапе научно-технического прогресса и развития промышленного производства всё более актуальной становится проблема, связанная с обеспечением безопасности жизнедеятельности человека в загрязнённой окружающей среде, созданием природоохранительных технологий и утилизацией техногенных отходов, контролем качества сельскохозяйственного сырья и пищевых продуктов и параметров различных сред, особенно в связи с развитием нанотехнологий и наноиндустрии. Последнее подчёркнём особо, потому что производство изделий с использованием нанотехнологий так или иначе связано с воздействием на биологические объекты, отсюда чрезвычайно важной становится задача контроля среды, в которой они производятся, чтобы исключить саму возможность негативного воздействия как самих продуктов нанотехнологий, так и процессов нанотехнологий на здоровье человека и окружающую среду. Поэтому высокоточные измерения параметров аэрозолей, метрология аэрозвесей самым непосредственным образом смыкаются с глобальной проблемой контроля безопасности использования нанотехнологий [1].

Аэрозоли наиболее широко используются в агропромышленном комплексе (защита растений, дефолиация, подкормка, дезинфекция, вакцинация животных и т.п.), химической промышленности, металлургии, медицинской промышленности, промышленности стройматериалов и т.д. Здесь же можно назвать и работы по созданию «чистых помещений», используемых при производстве фармпрепаратов и элементов современной микроэлектроники,

где необходима минимизация и жесткий контроль количества частиц в технологических средах. Измерения параметров аэрозолей важны для физических исследований атмосферы (естественные облака, туманы, трансконтинентальные переносы пыли), в экологических исследованиях, для охраны окружающей среды.

Такие высокодисперсные среды, как аэрозоли, используются практически во всех приоритетных направлениях модернизации российской экономики: «Технологии создания новых поколений ракетно-космической, авиационной и морской техники», «Нанотехнологии и наноматериалы», «Технологии мехатроники и создание микросистемной техники», «Технология создания электронной компонентной базы», «Биомедицинские и ветеринарные технологии жизнеобеспечения, защиты человека и животных».

С начала 90-х гг. прошлого столетия исследование параметров аэрозолей (как радиоактивных, так и нерадиоактивных) начало занимать одно из ведущих мест в планах научных лабораторий. Остро встал вопрос о системе метрологического обеспечения измерений дисперсных параметров аэрозолей.

Для обеспечения единства и достоверности измерений параметров аэрозолей необходимо было разработать комплекс методов и средств, которые надёжно воспроизводили бы аэрозоль с заданными параметрами дисперсного состава и концентрации, измеряли эти параметры и передавали размер и концентрации рабочим средствам измерений с наименьшей достижимой погрешностью [2].

Перед ВНИИФТРИ, имевшим опыт работ с радиоактивными аэрозолями, была поставлена задача, конечной целью которой было создание системы метрологического обеспечения измерений дисперсных параметров аэрозолей, гидрозолей и взвесей.

После утверждения созданной во ВНИИФТРИ установки УВТ 91-А-97 она возглавила поверочную схему для счетчиков частиц МИ 2507-98.

В период с 1998 по 2003 гг. с использованием части аппаратуры УВТ 91-А-97 и опыта ее эксплуатации во ВНИИФТРИ был разработан Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов (ГЭТ 163-2003), возглавивший соответствующую поверочную схему, утверждённый 26 июня 2003 г. постановлением Госстандарта России. Эталон предназначался для воспроизведения, хранения и передачи единиц размера частиц, счётной и объёмной (массовой) концентрации, значений функции распределения частиц по размерам в аэрозолях, взвесах и порошкообразных материалах. Характеристики эталона были определены для сферической модели частиц аэрозоля, взвеси или порошкообразного материала.

Основным недостатком эталона ГЭТ 163-2003 являлось то, что нижняя граница измерения размеров частиц ограничивалась 0,5 мкм, что не отвечало возросшим требованиям. Поэтому с 2007 г. во ВНИИФТРИ проводились

работы по совершенствованию эталона ГЭТ 163-2003 с целью расширения нижней границы диапазона измерений размеров частиц до 30 нм. Решение этой задачи позволяло проводить поверку, калибровку и испытания всего парка современных высокочувствительных приборов для измерения дисперсных параметров аэрозолей и взвесей.

Эталон с новыми метрологическими характеристиками был утверждён приказом Росстандарта № 1016 от 11.03.2011 г. как Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2010 [3]. Нижняя граница воспроизведения единицы размера частиц эталона ограничивалась 30 нм, что не отвечало современным требованиям.

С 2015 г. во ВНИИФТРИ в рамках ВЦП «Проведение фундаментальных исследований в области метрологии, разработки государственных (в том числе первичных) эталонов единиц величин» проводились исследовательские работы по поиску решений совершенствования эталона ГЭТ 163-2010 с целью расширения нижней границы диапазона измерений размеров до 1 нм, что позволило в 2017 году провести работы по совершенствованию ГЭТ 163-2010.

Для измерения дисперсных параметров наночастиц в аэродисперсной среде используются два метода измерения.

Это метод «дифференциальной подвижности» (SPMS), определенный стандартом ГОСТ Р 8.775-2011, и метод диффузионной аэрозольной спектроскопии по ГОСТ Р 8.756-2011 [4].

Измерение параметров дисперсного состава частиц методом «дифференциальной подвижности» осуществляется путем сепарации частиц по размеру и дальнейшей регистрацией концентрации частиц данной фракции. Сепарация частиц по размеру осуществляется благодаря зависимости электрической подвижности частиц от значения электрического поля, приложенному к частицам в анализаторе.

Разделение частиц по зарядам производится с помощью дифференциального анализатора подвижности. Прежде чем поступить в дифференциальный анализатор подвижности, частицы аэрозоля проходят через «нейтрализатор», при этом достигается стационарное распределение зарядов.

После дифференциального анализатора подвижности частицы поступают в конденсационный счетчик частиц. При этом частицы аэрозоля выступают в роли ядер конденсации перегретой жидкости и после охлаждения подсчитываются оптическим счетчиком частиц.

Данный метод был усовершенствован введением в состав системы дифференциальной подвижности нейтрализатора «мягкого рентгена» и доработки счетчика ядер конденсации системой «двойного укрупнения», что позволило расширить границу регистрируемых.

Метод диффузионной спектроскопии основан на определении коэффициента диффузии частиц по измеренному значению коэффициента проскока частиц через диффузионную батарею.

Данный метод также был усовершенствован введением в состав диффузионного аэрозольного спектрометра оптического блока субмикронного аэрозоля, системы измерения массовой концентрации аэрозоля и дополнительного блока укрупнения.

В модернизированном аэрозольном спектрометре конденсационный укрупнитель состоит из двух каскадов. В первом каскаде ядра конденсации укрупняются от минимальных размеров до 10 нм, во втором происходит их рост до оптически активных размеров, когда они могут быть проанализированы лазерным счетчиком частиц.

Для того, чтобы измерить размер частиц ниже обычного предела детектирования, была доработана система укрупнения. Эта система измеряет частицы с аэродинамическим диаметром от 1 нм, который высоко востребован в науке и промышленности для таких применений, как преобразование газа в частицы, синтез наночастиц, образование ядер нуклеации и их рост, исследование эмиссии при горении. Доработка состоит в применении модернизированного счетчика ядер конденсации и в использовании диэтиленгликоля (DEG) в качестве новой рабочей жидкости для предварительного роста частиц, на которых будет конденсироваться перенасыщенный пар.

Для измерения параметров взвешенных в жидкости частиц используется метод динамического рассеяния света (фотонно-корреляционной спектроскопии) (ДРС).

Передача единицы размера частиц осуществляется с помощью так называемых «стандартов размера частиц» – сферических латексных сфер или сфер из какого-то иного материала (биологических объектов). Это дает возможность дать однозначное определение «размера» – диаметр или радиус сферы.

Передача единицы массовой концентрации частиц основана на гравиметрическом методе определения запыленности воздуха с помощью датчиков массы.

Пьезобалансный измеритель массовой концентрации пыли, реализующий метод измерений массы твердых частиц, содержащихся в воздухе, основан на изменении частоты колебаний пьезоэлемента при осаждении твердых частиц на его поверхности.

В отличие от пылемеров, которые измеряют, к примеру, интенсивность рассеянного излучения и которым для вычисления массовой концентрации пыли необходимо для каждого вида пыли делать сравнение с весовым методом, пьезобалансный пылемер измеряет непосредственно массовую концентрацию.

Принцип действия основан на заряде частиц пыли в поле коронного разряда, создаваемым высоковольтным электродом, и последующим их осаж-

дением на поверхность кварцевого сенсора пыли с собственной частотой 5–10 МГц. При осаждении частиц пыли на поверхность сенсора происходит изменение частоты его колебаний, которое пропорционально массе осевшей пыли.

Метод осциллирующих микровесов основан на гравиметрическом методе определения запыленности воздуха. Частицы пыли в воздушной пробе при прокачке ее через измерительный блок аккумулируются на аналитическом фильтре, соединенном с датчиком массы. Датчик массы преобразует изменение массы фильтра в изменение частоты электрического сигнала. На основе измерения частоты электрического сигнала рассчитывается массовая концентрация пыли. Увеличение массы изменяет частоту вибрации фильтра и, таким образом, изменение частоты вибрации показывает степень увеличения массы, и их можно выразить в эквивалентности массы. Поскольку в течение периода отбора проб скорость потока постоянна, можно также рассчитать и концентрацию на единицу массы.

Физический принцип измерения состоит в том, что изменение массы объекта приводит к сдвигу частоты колебаний осциллирующего элемента. Зависимость частоты колебаний от массы определяет высокую чувствительность микровесов. Датчики с высокой точностью фиксируют изменение частоты колебания, из чего легко может быть вычислено изменение массы образца. Прибор калибруется навеской (гирей) известной массы, помещенной на конусообразную кварцевую трубку.

Расчетные методы измерения массовой концентрации основаны на измерении размеров (функции распределения частиц по размерам) и счетной концентрации аэрозольных частиц с известными физико-химическими свойствами и дальнейшем расчете массовой концентрации.

Метрологические характеристики ГЭТ 163-2010 и усовершенствованного ГЭТ 163 представлены ниже в таблице.

		ГЭТ 163-2010		ГЭТ 163	
Диапазон воспроизведения единицы размера частиц, мкм		0,03...0,5	0,5...1000	0,001...0,03	0,03...1000
НСП, %		4,0	2,0	1,5...1,6	1,3...1,6
СКО, %		2,0	1,0	1,2...1,8	1,0...1,1
Диапазон воспроизведения единицы дзета-потенциала, мВ		-		-150...150	
НСП, %		-		2,2...2,4	
СКО, %		-		2,0...2,2	
Диапазон воспроизведения единицы массовой концентрации, мг/м ⁻³		-		0,001...10000	
НСП, %	от 0,001 до 10 мг/м ³	-		1,4...1,6	
	от 1 до 2000 мг/м ³	-		1,3	
	от 1 до 10000 мг/м ³	-		1,3...1,9	
СКО, %	от 0,001 до 10 мг/м ³	-		0,9...1,7	
	от 1 до 2000 мг/м ³	-		0,4	
	от 1 до 10000 мг/м ³	-		0,4...1,2	
Диапазон воспроизведения единицы счетной концентрации, м ⁻³		103...1012		103...1012	
НСП, %		2,0...4,0		1,6	
СКО, %		1,0...2,0		1,5...1,7	

В аппаратуре эталона реализованы три вида расчетных методов:

- оптические методы;
- метод дифференциальной электрической подвижности;
- метод диффузионной аэрозольной спектрометрии.

Для передачи и воспроизведения единицы массовой концентрации разработана аэрозольная камера, в качестве генераторов аэрозолей дисперсионного

типа используются медицинские ингаляторы, генераторы частиц различных физико-химических свойств и генератор тумана. Контроль за потоком воздуха, температурно-влажностными характеристиками осуществляется многоканальным измерителем параметров воздушного потока.

Литература

1. Балаханов М.В., Карпов О.В., Лесников Е.В., Балаханов Д.М., Данькин Д.А. Методы измерений характеристик наночастиц и их дисперсных параметров, применяемых в эталонной аппаратуре // Российские нанотехнологии, 2013, т. 8, № 5-6, с. 93-97.
2. Балаханов М.В. Методы и средства измерений дисперсных параметров аэрозолей и взвесей // Физические основы приборостроения, 2017, т. 6, т. 1, с. 2-33.
3. Лесников Е.В., Карпов О. В., Балаханов М.В., Балаханов Д.М., Данькин Д.А. Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2010 // Измерительная техника, 2013, № 1, с. 3-7.
4. Лесников Е.В., Балаханов М.В., Балаханов Д.М. Методы и средства измерений дисперсных параметров частиц взвесей субмикронного и нанометрового диапазонов // Измерительная техника, 2015, № 1, с. 61-67.