

**ИССЛЕДОВАНИЕ  
МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК  
ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО ЭТАЛОНА  
ЕДИНИЦ ДИСПЕРСНЫХ ПАРАМЕТРОВ АЭРОЗОЛЕЙ,  
ВЗВЕСЕЙ И ПОРОШКООБРАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ ГЭТ 163  
В ЧАСТИ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ  
АЭРОЗОЛЬНЫХ ЧАСТИЦ**

**Т.М. Магомедов**

*ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская обл., Россия,  
magomedov@vniiftri.ru*

*Аннотация. В работе рассмотрены основные методы измерения массовой концентрации аэрозольных частиц с учётом области их применения, достоинств и недостатков. Приводятся основные результаты исследований метрологических характеристик Государственного первичного эталона единицы дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов в рамках сличений с аппаратурой ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и прослеживаемости к NIST.*

*Ключевые слова: государственный эталон, сличения, методы измерений, метрологические характеристики.*

**STUDY OF METROLOGICAL CHARACTERISTICS  
OF THE STATE PRIMARY STANDARD OF DISPERSE  
PARAMETER UNITS OF AEROSOLS, SUSPENSIONS AND  
POWDER MATERIALS GET-163 IN TERMS OF MEASURING  
MASS CONCENTRATION OF AEROSOL PARTICLES**

**T.M. Magomedov**

*FSUE "VNIIFTRI", Mendeleevo, Moscow region, Russia,  
magomedov@vniiftri.ru*

*Annotation. The paper considers the main methods for measuring the mass concentration of aerosol particles, taking into account their field of application, advantages and disadvantages. The main results of studies of the metrological characteristics of the State primary standard of the dispersed parameter units of aerosols, suspensions and powdered materials within the comparisons with the equipment of the D.I. Mendeleev All-Russian Institute for Metrology (VNIIM) and traceability to NIST.*

*Key words: state standard, comparisons, measurement procedures, metrological characteristics.*

## Введение

На протяжении последних десятилетий, с учётом развития промышленности и активной урбанизации, неизбежно наблюдается ухудшение экологической ситуации в стране. В связи с этим, основной целью экологического мониторинга становится контроль массовой концентрации аэрозольных частиц в промышленных выбросах предприятий, а также рабочих зонах и воздухе населённых пунктов.

Для достижения поставленной цели и обеспечения единства измерений массовой концентрации аэрозольных частиц в 2017 году было проведено совершенствование Государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163 [1]. В рамках совершенствования были решены задачи по исследованию методов измерения массовой концентрации, выбору методов для создания на их основе эталонного комплекса и исследованию метрологических характеристик усовершенствованного ГЭТ 163.

## Методы измерения массовой концентрации

### *Оптические методы измерений массовой концентрации аэрозольных частиц*

#### *Нефелометрический метод измерений*

Нефелометрический метод основан на регистрации рассеянного излучения с различной геометрией расположения источника излучения и фотодетектора [2, 3]. Оптическая схема изображена на рис. 1.

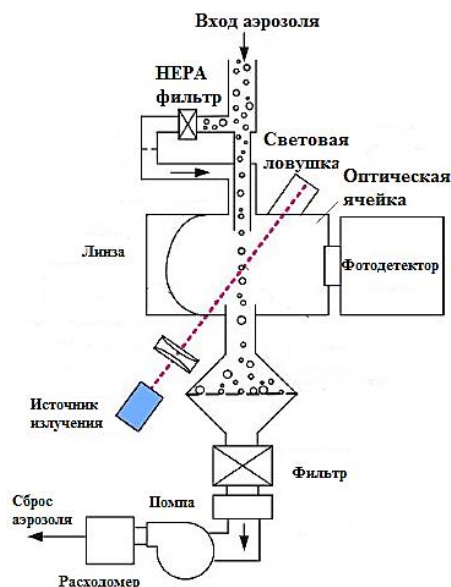


Рис. 1. Оптическая схема измерителей массовой концентрации на основе регистрации рассеянного излучения на частицах

Основным достоинством данного метода является возможность получения распределения массовой концентрации аэрозольных частиц в зависимости от их размеров. Таким образом измеряются предельно допустимые концентрации частиц по контролируемым фракциям РМ-10 (от 0,3 до 10 мкм), РМ-2,5 (от 0,3 до 2,5 мкм) и РМ-1 (от 0,3 до 1 мкм). С учётом таких особенностей нефелометрического метода, как зависимость от формы и размеров частиц, необходимости поддержания оптической системы в чистоте (зависимость от адгезионных свойств частиц), от вибраций и температур в среде, он не может применяться при измерении массовых концентраций в промышленных выбросах, однако является чувствительным к низким концентрациям, что позволяет применять его при контроле атмосферного воздуха населённых мест и рабочих зон. Наиболее распространённый диапазон измерений технических реализаций нефелометрического метода лежит в пределах от  $1 \text{ мкг/м}^3$  до  $100 \text{ мг/м}^3$ .

#### *Метод измерений на основе ослабления лазерного излучения*

Данный метод основан на ослаблении лазерного излучения при прохождении через пылегазовый поток [2, 3]. Оптическая схема приведена на рис. 2.



Рис. 2. Оптическая схема измерителей массовой концентрации на основе ослабления лазерного излучения

Основным достоинством данного метода является малая зависимость результатов измерений от формы и размеров частиц. Простота оптической схемы позволяет применять подобные решения при контроле больших значений массовых концентраций аэрозольных частиц в промышленных выбросах. Минусами данного метода являются: невозможность применения его для определения фракционного состава аэрозоля; высокие значения погрешностей в нижнем диапазоне измерений (менее  $10 \text{ мг/м}^3$ ); необходимость наличия определённой скорости пылегазового потока; обязательная градуировка по гравиметрическому методу. Наиболее распространённый диапазон измерений технических реализаций данного метода лежит в пределах от 50 до  $10\,000 \text{ мг/м}^3$ .

**Метод осциллирующих микровесов с коническим элементом**

Метод осциллирующих микровесов с коническим элементом (метод ТЕОМ) [4] основан на зависимости изменения частоты колебаний конического кварцевого элемента от приращения массы на фильтре. Устройство прибора, основанного на данном методе, приведено на рис. 3.

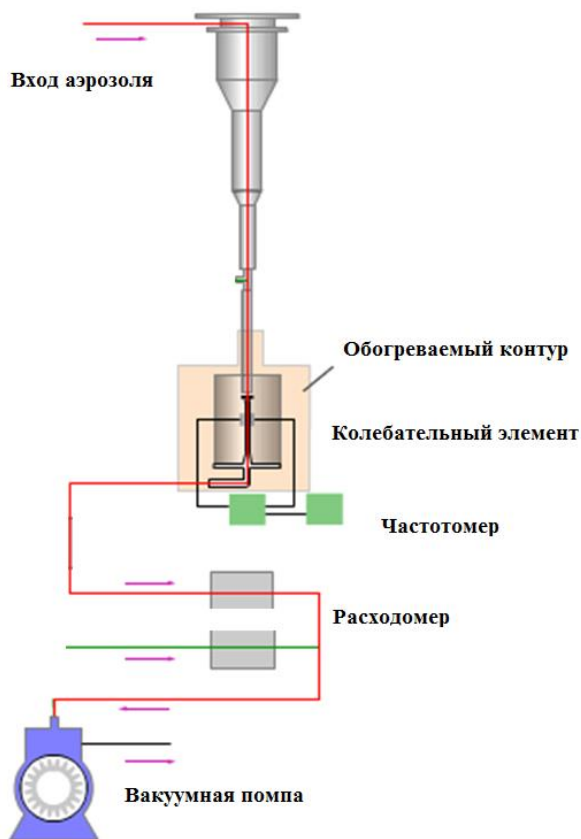


Рис. 3. Схема измерителей массовой концентрации на основе метода осциллирующих микровесов с коническим элементом [4]

В качестве микровесов используется полая стеклянная трубочка, на конце которой расположен фильтр. Оседающие на фильтр частицы вызывают изменение частоты колебаний, которое зависит от массы осевшей на фильтре пыли. Основными достоинствами метода являются возможность непрерывного мониторинга, отсутствие зависимости показаний от физико-химических свойств измеряемой пыли, возможность измерения массовых концентраций в широком диапазоне от нескольких микрограмм до нескольких грамм на кубический метр. Минус заключается в высокой чувствительности к окружающим условиям.

### Радиоизотопный метод измерений

Радиоизотопный метод измерения концентраций пыли основан на поглощении радиоактивного излучения веществом [3, 5]. Непосредственное измерение поглощения радиоактивного излучения пылью в пылегазовом потоке осуществить практически невозможно из-за малой концентрации пыли. Поэтому используют предварительную фильтрацию запылённого воздуха с последующим определением массы осевшей пыли по ослаблению радиоактивного излучения при прохождении его через пылевой осадок. При определении концентрации пыли используется  $\beta$ -излучение, так как оно обладает достаточной проникающей способностью. Устройство прибора, основанного на данном методе, приведено на рис. 4.

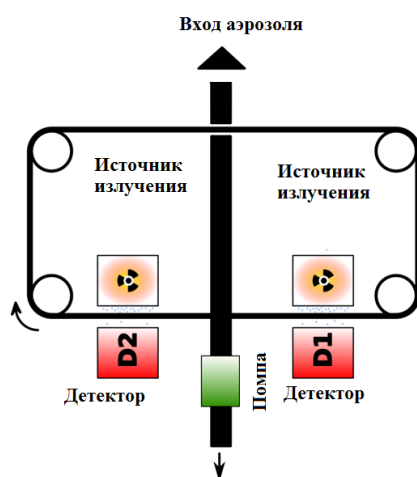


Рис. 4. Схема пылемера на основе радиоизотопного метода

Основным преимуществом данного метода является отсутствие зависимости результатов измерений от таких физико-химических параметров частиц, как форма и размер частиц, а также широкий диапазон измерений, однако минусами являются долгое время измерений (до 40 минут на одно измерение) и отсутствие возможности измерения массовой концентрации по размерным фракциям.

### Гравиметрический метод измерений

В основу гравиметрического метода положено выделение из пылегазового потока частиц пыли и определение массы пылевого осадка путём взвешивания. К достоинствам весового метода следует отнести, прежде всего, то, что он измеряет массовую концентрацию пыли и что на его показания не влияют изменения химического и дисперсного состава пыли, формы частиц, их

оптических, электрических и других свойств [3, 5]. Метод позволяет измерять большие концентрации пыли. Техника измерения сравнительно проста, но сам процесс измерения довольно длителен и трудоёмок. Несмотря на указанные выше недостатки, весовой метод нашёл самое широкое применение при осуществлении пылевого контроля. Он оказался первым методом, нашедшим применение на практике.

### ***Трибоэлектрический метод измерений***

Трибоэлектрический метод измерения основан на измерении индуцированного заряда на изолированном измерительном электроде, располагаемом в металлическом газоходе, по которому движется пылегазовый поток [6]. Индуцированный заряд возникает при взаимодействии движущихся аэрозольных частиц с поверхностью электрода, при этом его величина пропорциональна массовой концентрации аэрозоля в широком диапазоне измерений. Устройство прибора, основанного на трибоэлектрическом методе измерений, приведено на рис. 5.

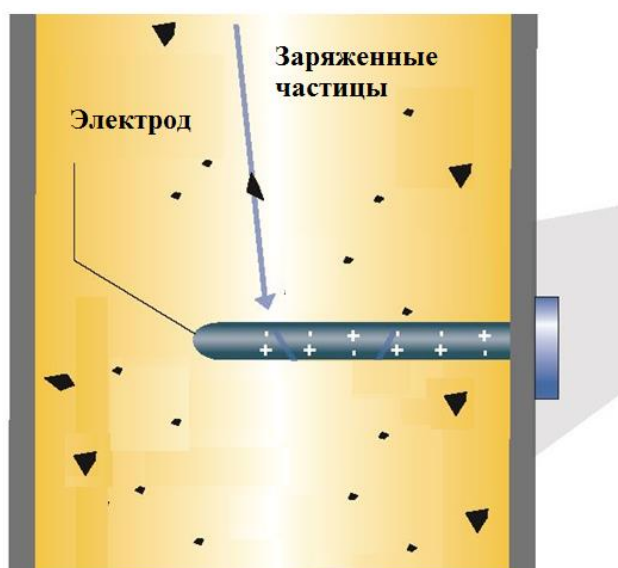


Рис. 5. Устройство прибора, основанного на трибоэлектрическом методе измерений

Трибоэлектрический заряд зависит от типа измеряемой пыли. Как и в случае большинства обычных оптических измерительных приборов контроля концентрации пыли, сигнал зависит от типичных параметров пыли (например, от распределения частиц по размерам). Кроме того, влияния включают состав газа, температуру, влажность, степень турбулентности и скорости потока газа, что значительно увеличивает неопределённость измерений.

### Методы измерений, реализованные в эталонном комплексе

С учётом сложившихся требований в области контроля запылённости атмосферного воздуха населённых мест, а также массовой концентрации аэрозольных частиц в промышленных выбросах, для создания эталонного комплекса воспроизведения, хранения и передачи единицы массовой концентрации аэрозольных частиц были выбраны следующие методы измерений:

- нефелометрический метод измерений;
- метод измерений на основе ослабления лазерного излучения;
- метод измерений на основе осциллирующих микровесов с коническим элементом.

Нефелометрический метод измерений является одним из наиболее чувствительных методов и применяется при измерениях массовой концентрации аэрозольных частиц в рабочих зонах и воздухе населённых мест, в том числе по размерным фракциям РМ-10; РМ-2,5; РМ-1.

Метод измерений на основе ослабления лазерного излучения позволяет проводить измерения в диапазоне больших массовых концентраций аэрозольных частиц и является одним из наиболее удобных в сфере контроля промышленных выбросов.

Метод измерения на основе осциллирующих микровесов (ТЕОМ) обеспечивает наименьшие значения неопределённости измерений массовой концентрации аэрозольных частиц при применении его в лабораторных условиях.

Аппаратура на основе выбранных методов измерений прошла процедуру аттестации в качестве эталонного комплекса. Метрологические характеристики приведены в таблице 1.

Таблица 1

Метрологические характеристики эталонного комплекса

Диапазон воспроизведения единицы массовой концентрации, мг/м <sup>3</sup>	$S, \%$	$\Theta, \%$	$u_A, \%$	$u_B, \%$	$u_C, \%$	$U, \%$
от 0,001 до 10	0,9...1,7	1,4...1,55	0,9...1,7	0,6...0,7	1,1...1,9	2,2...3,7
от 1 до 2000	0,35	1,3	0,4	0,6	0,7	1,3
от 1 до 10 000	0,35...1,2	1,3...1,9	0,4...1,2	0,6...0,8	0,7...1,5	1,3...2,9

### Исследование метрологических характеристик эталонного комплекса Проведение двусторонних сличений с ВНИИМ им. Д.И. Менделеева

Сличения проводились в три этапа. Этапы 1 и 2 в поддиапазонах измерений массовой концентрации аэрозольных частиц 0,02 до 50 мг/м<sup>3</sup> проводились во ВНИИФТРИ и ВНИИМ на основе тестовой аэродисперсной среды, сформированной путём распыления раствора хлорида натрия. Сличение по этапу 3 в поддиапазоне измерений массовой концентрации аэрозольных частиц от 50 до 1500 мг/м<sup>3</sup> на основе тестовой аэродисперсной среды, сформированной путём распыления пыли инертной марки ПИГ по ГОСТ Р 51569-2000 «Пыль инертная. Технические условия», проводилось на территории ВНИИФТРИ, так как аппаратура из состава ГЭТ 163 не предназначена для транспортировки. Условия проведения этапов сличения приведены в таблице 2. Схема проведения сличения приведена на рис. 6.

Таблица 2

Условия проведения этапов сличения

№ п/п этапа	Поддиапазон массовой концентрации аэрозольных частиц, мг/м <sup>3</sup>	Номинальные значения* массовой концентрации аэрозольных частиц, мг/м <sup>3</sup>			Место проведения сличения	
					ВНИИМ	ВНИИФТРИ
1	0,02–5	0,5	2	4	+	+
2	5–50	10	20	40	+	+
3	50–1500	200	400	800	–	+

\*Примечание: значения массовой концентрации аэрозольных частиц должны были находиться в допускаемых пределах  $\pm 20\%$  от номинальных



Рис. 6. Схема проведения сличения:  
1 — генератор аэрозоля; 2, 3 — аппаратура участников



Для каждого значения массовой концентрации аэрозольных частиц в поддиапазонах проводились десять независимых измерений. За результат измерений в каждой точке поддиапазона принималось среднее значение массовой концентрации, полученное в результате десяти независимых измерений.

В таблицах 3, 4 приведены результаты двустороннего сличения массовой концентрации аэрозольных частиц, полученные, соответственно, на площадках ВНИИМ и ВНИИФТРИ, где:

- $C_{\text{ном}}$  — номинальное значение массовой концентрации аэрозольных частиц, мг/м<sup>3</sup>;
- $\bar{C}$  — среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации аэрозольных частиц, вычисленное по формуле (1) на основе  $n$  результатов измерений массовой концентрации аэрозольных частиц  $C_i(x_j)$ , мг/м<sup>3</sup>:

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n} \quad (1)$$

Для полученных результатов измерений участниками был произведён расчёт неопределённости по типу  $A$  ( $u_A$ , %) по формуле (2) и суммарной стандартной неопределённости ( $u_C$ , %) по формуле (3), при этом для расчёта суммарной стандартной неопределённости использовались значения неопределённости по типу  $B$  ( $u_B$ , %), указанные в паспортах ГЭТ 163 и ГЭТ 164, соответственно:

$$u_A = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n(n-1)}}}{\bar{C}} \cdot 100; \quad (2)$$

$$u_C = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}. \quad (3)$$

Таблица 3

Результаты измерений, полученные на площадке ВНИИМ

$C_{\text{ном}}, \text{мг/м}^3$	0,5	2	4	10	20	40
$\bar{C}(x_1), \text{мг/м}^3$	0,71	2,56	4,49	10,35	20,61	43,74
$u_A, \%$	0,73	1,02	0,44	1,12	1,62	2,59
$u_B, \%$	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,6
$u_C, \%$	1,01	1,24	0,83	1,32	1,73	2,66

Таблица 4

Результаты измерений, полученные на площадке ВНИИФТРИ

$C_{\text{ном}}, \text{мг/м}^3$	0,5	2	4	10	20	40	200	400	800
$\bar{C}(x_1), \text{мг/м}^3$	0,51	1,92	3,94	10,12	20,02	39,65	213,45	385,47	811,63
$u_A, \%$	0,42	0,55	0,35	1,63	0,78	0,35	0,67	0,61	0,21
$u_B, \%$	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
$u_C, \%$	0,82	0,89	0,78	1,77	0,98	0,69	0,90	0,85	0,64

По результатам сличений полученные значения неопределённостей не превысили указанные в таблице 1. Завышение неопределённости измерений на площадке ВНИИМ связано с дополнительными неучтёнными вкладами в неопределённость измерений на ГЭТ 163 от применения аппаратуры из состава ГЭТ 164.

### ***Проведение параллельных измерений с пылемерами ТЕОМ***

В измерениях принимали участие 13 пылемеров ТЕОМ, прослеживаемых к NIST, и аппаратура из состава ГЭТ 163.

Объектами исследований являлись тестовые аэродисперсные среды в аэрозольных камерах, сформированные путём распыления раствора хлорида натрия чистотой не хуже ХЧ и пыли инертной марки ПИГ по ГОСТ Р 51569-2000 «Пыль инертная. Технические условия».

Параллельные измерения проведены в 3 этапа. В каждой точке проведены по 10 независимых измерений массовой концентрации аэрозольных частиц. Условия проведения измерений приведены в таблице 5. Схема измерений приведена на рис. 6.

Таблица 5

Условия проведения измерений

№ п/п этапа	Участники						Номинальные значения* массовой концентрации аэрозольных частиц, мг/м <sup>3</sup>								
							0,5	2	4	10	20	40	200	400	800
1	ГЭТ 163	1	2	3	4	5	0,5	2	4	10	20	40	200	400	800
2	ГЭТ 163	6	7	8	9										
3	ГЭТ 163	10	11	12	13										
*Примечание: значения массовой концентрации аэрозольных частиц должны были находиться в допусках ±20 % от номинальных															

За результат измерений в каждой точке принималось среднее значение массовой концентрации, полученное в результате проведённых независимых измерений.

На основе результатов измерений и соответствующих неопределённостей  $\{x_i, u(x_i)\}$ ,  $i = 1, \dots, n$ , представленных участниками, вычислялось значение критерия  $\chi^2$  в соответствии с выражением (4) [7]:

$$\chi^2 = \sum_1^n \frac{(x_i - x_{ref})^2}{u^2(x_i)}, \quad (4)$$

где  $x_{ref} = \frac{\sum_1^n \frac{x_i}{u^2(x_i)}}{\sum_1^n \frac{1}{u^2(x_i)}}$ ;  $\chi^2$  — критерий Пирсона;  $x_i$  — результат измерений

(среднее значение) массовой концентрации аэрозольных частиц, мг/м<sup>3</sup>;  
 $x_{ref}$  — опорное значение массовой концентрации аэрозольных частиц, мг/м<sup>3</sup>;  
 $u(x_i)$  — стандартная неопределённость измерений массовой концентрации аэрозольных частиц, мг/м<sup>3</sup>.

Если значение критерия, вычисленное по измеренным данным, не превосходит критического значения  $\chi^2$  для уровня доверия 0,95 и числа степеней свободы  $(n - 1)$ , то результаты измерений могут быть признаны согласованными:

$$\chi^2 = \sum_1^n \frac{(x_i - x_{ref})^2}{u^2(x_i)} \prec \chi_{0,95}^2(n-1). \quad (5)$$

Для шести участников  $\chi_{0,95}^2 = 1,1454$ , для пяти участников  $\chi_{0,95}^2 = 0,7107$ .

Далее определялся тот участник, который обеспечивает максимум критерия  $E_n$  (6):

$$\max_i E_n = \frac{|x_i - x_{ref}|}{2\sqrt{u^2(x_i) - u^2(x_{ref})}} \prec 1. \quad (6)$$

Данные этого участника исключались из рассмотрения [7]. Последовательное исключение данных повторялось до тех пор, пока не было выполнено условие (2) для группы оставшихся данных (множество согласованных данных).

Для результатов измерений, вошедших во множество согласованных данных и используемых для вычисления опорного значения, применяется процедура подтверждения данных в соответствии с [7]:

$$E_n = \frac{|x_i - x_{ref}|}{2\sqrt{u^2(x_i) - u^2(x_{ref})}} \prec 1, \quad (7)$$

где  $u^2(x_{ref}) = \frac{1}{\sum_1^n \frac{1}{u^2(x_i)}}$ ;  $u(x_{ref})$  — стандартная неопределённость опорного

значения массовой концентрации аэрозольных частиц, мг/м<sup>3</sup>.

В таблице 6 приведены результаты параллельных измерений для ГЭТ 163.

Таблица 6

## Результаты параллельных измерений

Участник	Номинальное значение массовой концентрации, мг/м <sup>3</sup>	$u_{Amax}$ , %*	$u_B$ , %*	$u_{Cmax}$ , мг/м <sup>3</sup> *	$\chi^2_{0,95}$ *	$\chi^2_{max}$ *
ГЭТ-163	0,5	1,15	0,7	0,0067	0,71	0,63
	2	1,27	0,7	0,0283	0,71	0,31
	4	1,07	0,7	0,0499	0,71	0,15
	10	0,77	0,7	0,1092	1,14	0,63
	20	0,35	0,6	0,1402	0,71	0,51
	40	0,33	0,6	0,2709	0,71	0,66
	200	0,32	0,6	1,3364	0,71	0,01
	400	0,30	0,6	2,5971	1,14	0,35
800	0,31	0,6	5,3027	1,14	0,04	

Из данных, приведённых в таблице 6, следует выполнение условия (2) при всех номинальных значениях массовой концентрации, что означает подтверждение данных, полученных в ходе измерений, с учётом их неопределённости.

### Заключение

В ходе работы выполнен обзор основных методов измерения массовой концентрации аэрозольных частиц с учётом области их применения, их достоинств и недостатков. Произведён выбор методов для создания эталонного комплекса.

В рамках сличений со ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и параллельных измерений с аппаратурой, прослеживаемой к NIST, были исследованы метрологические характеристики комплекса.

### Список литературы

1. Балаханов М.В., Добровольский В.И., Балаханов Д.М., Беленький Д.И., Магомедов Т.М. Состояние метрологического обеспечения измерений дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов // Материалы III Международной научно-технической конференции «Метрология физико-химических измерений». — 2019. — С. 108–117.
2. Watson John G., Chow Judith C., Chen Li, Wang Xiaoliang Measurement System Evaluation for Fugitive Dust Emissions Detection and Quantification. — Reno, NV, USA: Desert Research Institute, 2010.
3. Клименко А.П. Методы и приборы для измерения концентрации пыли. — М.: Химия, 1978. — С. 207.
4. Tapered element oscillating microbalance. Queensland Department of Environment and Heritage Protection. — 2017-03-27. — Retrieved 2017-06-28.

5. Noble Christopher A., Vanderpool Robert W., Peters Thomas M., McElroy Frank F., Gemmill David B., Wiener Russell W. Federal Reference and Equivalent Methods for Measuring Fine Particulate Matter // *Aerosol Science and Technology*. — 2001. — V. 34. — P. 457–464.
6. Магомедов Т.М. Метрологическое обеспечение высокоточных средств измерений массовой концентрации аэрозольных частиц в промышленных выбросах // *Материалы VII Научно-практической конференции молодых учёных, аспирантов и специалистов*. — Менделеево, 2019. — С. 113–117.
7. Рекомендация КООМЕТ. Руководство по оцениванию данных дополнительных сличений КООМЕТ. COOMET R/GM/19:2016 // *Euro-Asian Cooperation of National Metrological Institutions: [сайт]*. — URL: [https://www.coomet.net/fileadmin/user\\_files/DOCUMENTS/PUBLICATIONS/Recommendations/R\\_19/Recommendation\\_R\\_GM\\_19\\_2016\\_Ru.pdf](https://www.coomet.net/fileadmin/user_files/DOCUMENTS/PUBLICATIONS/Recommendations/R_19/Recommendation_R_GM_19_2016_Ru.pdf).

*Статья поступила в редакцию: 17.09.2021 г.*

*Статья прошла рецензирование: 19.10.2021 г.*

*Статья принята в работу: 25.10.2021 г.*