

ОСОБЕННОСТИ КАЛИБРОВКИ СЧЁТЧИКОВ АЭРОЗОЛЬНЫХ ЧАСТИЦ ПО СТАНДАРТУ ГОСТ Р ИСО 21501-4

Ковбасюк И.Е.,
Маслаков О.Ю
ООО «Клинтрум
Инструментс Сервис»

Стандарт ГОСТ Р ИСО 21501-4 «Получение рас-
пределения частиц по размерам. Оптические ме-
тоды оценки отдельных частиц. Часть 4. Счётчики
частиц в воздухе для чистых помещений, работаю-
щие на принципе рассеяния света» [1] появился
в нашей стране в 2012 году как перевод между-
народного стандарта ISO 21501-4 [2], однако
внимание широкой общественности он привлек
лишь спустя шесть лет, после принятия актуальной
версии стандарта ГОСТ Р ИСО 14644-1 [3], посвя-
щенного чистым производственным помещениям
и измерениям в них и имеющего прямую отсылку
на стандарт 21501 в вопросах калибровки счёт-
чиков частиц как приборов контроля параметров
чистых помещений. Стандарт ИСО 21501 не пер-
вый стандарт, регламентирующий калибровку
счётчиков аэрозольных частиц, и является даль-
нейшим развитием нескольких национальных
и международных стандартов и обобщением идей,
заложенных в них.

Так какие вопросы калибровки счётчиков час-
тиц рассмотрены в данном стандарте? Стандарт
посвящен калибровке по размерам, проверке
правильности установки размеров, определению
разрешающей способности по размерам, эффек-
тивности счёта, ложному счёту, скорости и вре-
мени отбора пробы, максимально допустимой
счётной концентрации и остаточному счёту.

Представим, что перед нами поставлена за-
дача откалибровать счётчик частиц, с чего стоит
начать? Во-первых, прежде чем приступить непо-
средственно к процедуре калибровки счётчика
частиц по размерам, имеет смысл провести пред-
варительную проверку работоспособности его
основных узлов, проверить состояние сервисных
параметров измерительной части прибора, таких
как ток лазера, уровень фоновой засветки и т.д.,
а по возможности и сравнить текущие показате-
ли с показателями за прошлый период. Измене-

ние данных показателей на величины, большие
оговоренных производителем, могут свидетель-
ствовать о необходимости проведения сервисных
работ. Во-вторых, следует провести предвари-
тельную проверку на нулевой счёт или собствен-
ный фон прибора. Подавляющее большинство
предлагаемых на рынке современных счётчиков
частиц имеют заявленный производителями ну-
левой фоновый счёт за 5 минут. Таким образом,
отрицательный результат данной проверки может
свидетельствовать о загрязнении оптической
камеры прибора, при котором дальнейшее прове-
дение калибровки лишено смысла до устранения
загрязнения. Наконец, следует проверить и (при
необходимости) отрегулировать скорость отбора
пробы. Отклонение скорости отбора пробы более
чем на 5 % в большую или меньшую сторону пря-
мо влияет на счёт числа частиц и получаемые рас-
пределения по размерам.

В соответствии с требованиями стандарта при
проведении калибровки по размерам необходимо
использовать монодисперсные частицы полисти-
ролового латекса (PSL), имеющие стандартное
отклонение среднего размера не более 2,5 %, а
для построения калибровочной кривой выби-
рать не менее трех размеров частиц. При опре-
делении пороговых значений размерных кана-
лов счётчика частиц ошибка установки размера
по калибровочной кривой не должна превышать
10 %. По сути, данное ограничение обязывает
при калибровке использовать тестовые частицы
с размерами, как можно более близкими к име-
ющимся у калибруемого счётчика пороговым зна-
чениям размерных каналов. Для обеспечения этого же
принципа число суспензий тестовых частиц для по-
строения калибровочной кривой чаще всего будет
равно числу размерных каналов счётчика частиц.

При проведении калибровки по размерам
для одного из размеров частиц, лежащих внутри

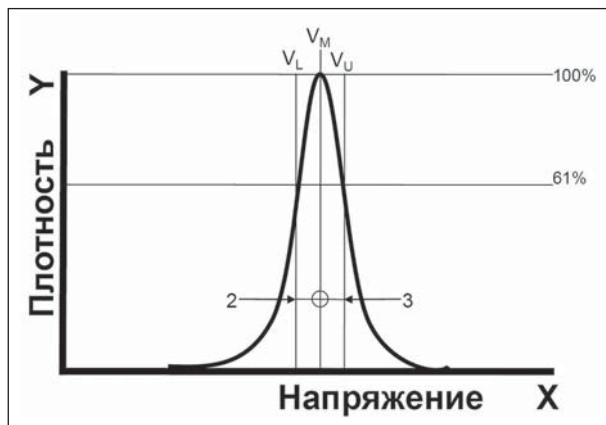


Рис. 1. Определение разрешающей способности полученного распределения

порога чувствительности счётчика, определяется разрешающая способность, т.е. способность счётчика различать частицы различных размеров. Разрешающая способность (рис. 1) определяется через стандартное отклонение полученного распределения частиц и не должна превышать 15%. Но что делать, если полученное значение разрешающей способности оказывается близким к предельному или же вовсе превышает его? Причин может быть несколько. В первую очередь необходимо проверить суспензию тестового аэрозоля и параметры его генерации: не подается ли на вход счётчика избыточная концентрация частиц тестового аэрозоля, которая может приводить к размыванию пика распределения. Или наоборот, в суспензии может не оказаться достаточного числа тестовых частиц для формирования отчетливого пика. Среди причин недостаточного разрешения получаемого распределения тестовых частиц (рис. 2) стоит отметить загрязнение элементов оптической камеры, а также временные, в ходе эксплуатации, нарушения юстировки оптических элементов, главным образом, источника излучения, т.е. лазера, которые неизбежно приводят к искажению всей оптической схемы. В таком случае потребуется выполнить чистку оптической камеры или новую юстировку лазера, а процедуру калибровки после этого придется начать с самого начала.

После построения новой калибровочной кривой (рис. 3) определяются новые значения напряжений пороговых каналов счётчика частиц, и можно приступать к испытанию на эффективность счёта. Для проведения теста на эффективность счёта требуется прибор сравнения с подтвержденной 100% эффективностью для частиц, соответствующих первому размерному каналу тестируемого счётчика. Иными словами, прибор сравнения

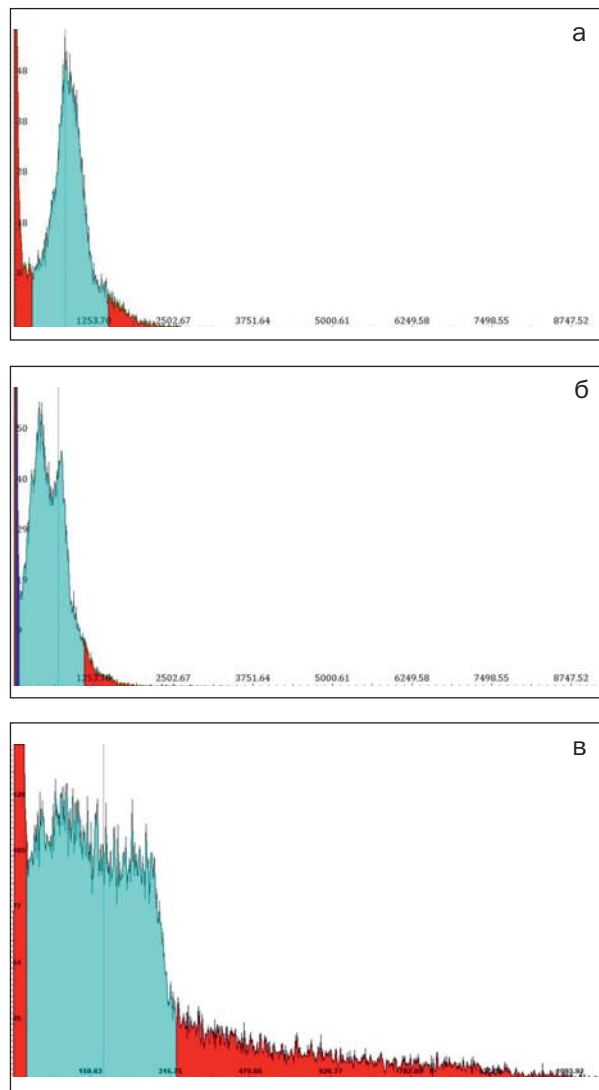


Рис. 2. Примеры полученных распределений для счетчиков с хорошей (а) и неудовлетворительной (б, в) разрешающей способностью

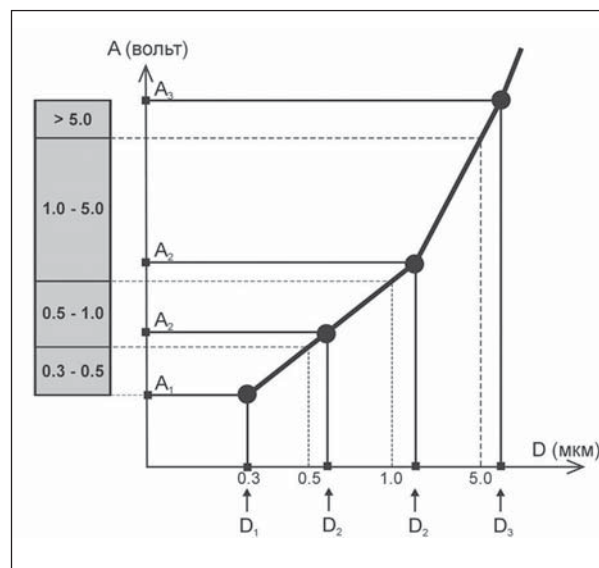


Рис. 3. Калибровочная кривая

должен обладать лучшей чувствительностью, чем тестируемый прибор. Эффективность счёта тестируемого счётчика будет равна отношению измеренной им концентрации частиц к концентрации прибора сравнения. Проверку эффективности счёта выполняют по двум размерам частиц для калибровки: первый должен быть близок к порогу чувствительности счётчика, другой выбирается в 1,5–2 раза выше этого значения. В первом случае эффективность счёта тестируемого счётчика должна составлять $(50 \pm 20) \%$ и $(100 \pm 10) \%$ во втором. При этом сравнение значений, получаемых концентраций, происходит по первому размерному каналу тестируемого счётчика частиц и по каналу прибора сравнения, соответствующего размерам частиц в 1,5 раза мельче первого размерного канала тестируемого счётчика. Это связано с тем, что, таким образом, распределение частиц, соответствующее размеру частиц первого канала тестируемого прибора, будет целиком лежать внутри размерного канала прибора сравнения. Во втором случае сравнение происходит по первому размерному каналу тестируемого счётчика и аналогичному каналу прибора сравнения. Следовательно, обе величины эффективности счёта относятся к первому размерному каналу

тестируемого счётчика и определяют корректность установки по калибровочной кривой порогового значения напряжения первого размерного канала, чтобы распределение частиц размера первого канала укладывалось наполовину, а распределение частиц размером большим в 1,5–2 раза укладывалось полностью. Как и в случае с разрешающей способностью, если полученные значения эффективности не укладываются в указанные пределы, то в первую очередь следует проверить подаваемую на вход обоих счётчиков концентрацию тестовых частиц. Необходимо убедиться в стабильности и равномерности подачи тестового аэрозоля. Важно помнить, что концентрация частиц в контрольной пробе не должна превышать 25 % от максимально допустимой для каждого прибора. При этом значение концентрации должно быть достаточным для репрезентативности получаемых данных, а сами результаты обеспечивать повторяемость. Пробоотборные трубки, соединяющие смесительную камеру, куда подается тестовый аэрозоль, и оба прибора должны иметь одинаковую длину и наименьшее число изгибов при наибольшей кривизне самих изгибов, если они все-таки есть, а материал трубок должен обеспечивать наименьшее оседание аэрозоля на стенках. В таком



Фильтр
ТОВАРКОВО

ФИЛЬТРОВЕНТИЛЯЦИОННЫЙ МОДУЛЬ ФВМ-1206-ЕСА-В00



Низкий уровень шума 36 дБ*
Малое энергопотребление 60 Вт*

*при скорости потока воздуха в сечении фильтра 0,33 м/с (750 м³/час), измерения шума производились в 1 м от поверхности фильтра

АО „Фильтр“

249855, Калужская обл., Дзержинский район,
п. Товарково, Промышленный мкр., д. 1

www.ftov.ru

Тел./факс: (48434) 4-10-10, 4-10-00
e-mail: filtr@ftov.ru

случае, подаваемая на вход обоих счётчиков объемная концентрация будет наиболее равной.

Состояние измерительной камеры и корректность юстировки оптических элементов тестируемого счётчика могут также оказывать значительное влияние на конечный результат. Счётчик с низкой разрешающей способностью с высокой долей вероятности покажет неудовлетворительные результаты и при измерениях эффективности счёта.

В завершение всех проверок проводится итоговая проверка ложного (фоновое) счёта тестируемого счётчика частиц. Известно, что вероятность ложного счёта подчиняется распределению Пуассона, а в качестве значения ложного счёта указывается верхний 95 %-ный доверительный предел в 1 м^3 . В стандарте ИСО 21501-4 приведена таблица для нижнего и верхнего доверительных пределов (в зависимости от фактического числа обнаруженных частиц). Удивительно, что в стандарте нет явно прописанного ограничения, чтобы фактический счёт при работе с абсолютным фильтром обязательно был нулевым, что не соотносится с требованиями предшествующих стандартов, таких как, например, JIS B 9921 [4]. Также данный стандарт ставит в неравное положение счётчики с разной скоростью отбора пробы. К примеру, если два счётчика аэрозольных частиц со скоростями отбора пробы, равными 28,3 и 2,8 л/мин, соответственно, отбирали пробу в течение 15 минут с установленным на вход каждого из них абсолютным фильтром, и по результатам проверки в отобранных пробах частиц не было обнаружено, то это будет означать, что с вероятностью 5 % можно получить 3 частицы в каждой из отобранных проб. Но при пересчёте на 1 м^3 мы получим

7 частиц для счётчика со скоростью отбора пробы 28,3 л/мин и 71 частицу для счётчика со скоростью отбора пробы 2,8 л/мин. К сожалению, поскольку на практике конечные пользователи счётчиков частиц, равно как и аудит, проверяющий их работу, обычно далеки от основ статистической физики, то подобные результаты в протоколе калибровки могут вызвать вопросы или и вовсе поставить в тупик. Поэтому на практике зачастую в протоколе калибровки в пункте, где указывается ложный счёт, можно увидеть две строки: фактический нулевой счёт прибора за 5 минут по стандарту JIS B 9921 и вычисленный верхний доверительный предел по стандарту ИСО 21501-4.

По окончании калибровки и проведения всех испытаний составляется протокол с указанием всех полученных результатов. Счётчик считается откалиброванным в соответствии со стандартом ГОСТ Р ИСО 21501-4, если был получен положительный результат в ходе всех испытаний, описанных выше. Внимательный читатель вероятно обратит внимание на то, что в самом начале мы упоминали еще две проверки, о которых не рассказали после: максимально допустимая счётная концентрация и остаточный счёт. Максимально допустимая счётная концентрация определяется производителем для данной модели. Ошибка совпадения (т.е. одновременное нахождение в измерительном объеме двух и более частиц), согласно стандарту ИСО 21501-4, при этом не должна превышать 10 %. С ростом подаваемой на вход счётчика частиц концентрации аэрозоля статистически возрастает вероятность одновременного попадания в измерительный объем нескольких частиц. В этом случае счётчик посчи-

ВАЛИДАЦИОННАЯ ЛАБОРАТОРИЯ АСЕПТИКА



KIT ASEPTICA FOG GEN - генератор тумана для визуализации воздушных потоков в ламинарных зонах и чистых помещениях



Рис. 4. Внешний вид установки PDS для калибровки счетчиков частиц

тает их как одну частицу, но большего размера. С ростом числа совпадений искажаются счёт и распределение по размерам, иными словами, счётчик частиц начинает «врать». При периодической калибровке данная проверка не подтверждается из-за риска загрязнения оптической камеры. Проверку остаточного счёта проводят для оценки способности счётчика к очищению после подачи в него высокой, близкой к максимально допустимой, концентрации частиц. Ровно по этой причине, из-за риска загрязнения оптической камеры, данная проверка также не носит обязательный характер при периодической калибровке.

Отдельно хотелось бы отметить, что стандарт ГОСТ Р ИСО 21501-4 не даёт определения погрешности счётчика при определении размеров частиц, не описывает процедур по ее нахождению и не устанавливает допустимых пределов. Поэтому данный параметр не получится найти ни в характеристиках счетчика частиц, предоставленных его производителем, ни в заводском, первичном, сертификате калибровки, ни в последующих сертификатах калибровки, выполненной в соответствии с ГОСТ Р ИСО 21501-4 или международным аналогом ISO 21501-4.

И в заключение отметим, что хороших результатов калибровки не достичь без должной квалификации персонала и совершенства оборудования, на котором калибровка будет проведена. К примеру, производитель счётчиков

частиц Lighthouse (США) предлагает для калибровки своих счётчиков установку PDS (Particle Delivery System – система подачи частиц), специально предназначенную для калибровки счётчиков аэрозольных частиц по стандарту ISO 21501-4 и объединившую в едином корпусе установки для калибровки по размерам и для оценки эффективности счёта (рис. 4). Данная установка позволяет минимизировать потери стандартных тестовых частиц больших (более микрона) размеров из-за их седиментации в пробирочных трубках благодаря вертикальной ориентации канала, соединяющего генератор тестового аэрозоля и калируемый прибор, а также обеспечивает лучшее смешение аэрозольно-воздушной смеси. Кроме того, сводится к минимуму остаточное влияние частиц, использовавшихся при предыдущих измерениях, на текущие измерения.

Список литературных источников

1. ГОСТ Р ИСО 21501-4:2012. Получение распределения частиц по размерам. Оптические методы оценки отдельных частиц. Часть 4. Счётчики частиц в воздухе для чистых зон, работающие на принципе рассеяния света.
2. ISO 21501-4:2018. Determination of particle size distribution – Single particle light interaction methods – Part 4: Light scattering airborne particle counter for clean spaces.
3. ГОСТ Р ИСО 14644-1-2017. Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха по концентрации частиц. М.: Изд. Стандартинформ, 2017. 36 с.
4. JSA – JIS В 9921:2010. Light scattering airborne particle counter for clean spaces. ■