



标准尘埃粒子计数器校准方法的溯源性研究

黄志煌¹, 刘俊杰²

(1. 福建省计量科学研究院 科研中心, 福建 福州 350003; 2. 中国计量科学研究院 纳米新材料计量研究所, 北京 100013)

摘要:介绍一种新的标准尘埃粒子计数器校准方法,通过“尘埃粒子计数器—凝结核粒子计数器—气溶胶静电计”的逐级溯源链,将尘埃粒子计数器的计数值溯源至电流基准,形成一个完整的溯源体系。结果表明,该方法可以对尘埃粒子计数器量程内粒径的计数效率进行评估,解决各种流量的尘埃粒子计数器的校准问题。

关键词:尘埃粒子计数器; 溯源; 计数效率; 流量

中图分类号:TB99 文献标志码:A

文章编号:1008-5548(2016)01-0080-03

Research on Tractability of Calibration Method for Standard Optical Particle Counter

HUANG Zhihuang¹, LIU Junjie²

(1. Research Center, Fujian Metrology Institute, Fuzhou 350003, China;

2. Division of Nano Metrology and Materials Measurement, National Institute of Metrology, Beijing 100013, China)

Abstract: A new calibration method for the standard optical particle counter was introduced. According to the stepwise traceability chain of optical particle counter — condensation nucleus counter — aerosol electrometer, the count value of optical particle counter could be traced to the current standard. A complete traceability system was formed. The results show that this method can not only evaluate the counting efficiencies of optical particles in different radius ranges, but also solve the calibration problem in different flow rates.

Keywords: optical particle counter; traceability; counting efficiency; flow

目前我国尘埃粒子计数器的校准依据是国家计量校准规范 JJF1190—2008《尘埃粒子计数器校准规范》,开展量值溯源和校准的精密尘埃粒子计数器的量值是通过参加国家组织的比对获得的^[1]。比对过程中很

难保证气溶胶源的稳定及粒径档位设置对计数结果的影响,通过比对的方法较难解决尘埃粒子计数器的量值溯源准确性^[2-3]。当前世界各计量机构广泛采用的粒子计数的量值溯源链和溯源方法^[4-6]为“尘埃粒子计数器(OPC)—凝结核粒子计数器(CPC)—气溶胶静电计(FCE)”的逐级溯源,即通过凝结核粒子计数器(CPC)实现对尘埃粒子计数器测量结果的校准,校准后的测量结果可溯源至国家电流基准。

中国计量科学研究院颗粒计数实验室目前已建立一套可以逐级溯源的尘埃粒子计数器校准装置。本文中通过粒子计数的量值溯源链和溯源方法对计数器最小可测粒径及1.5~2倍的最小可测粒径计数效率进行评估,解决计数器的溯源问题和体积流量为50、100 L/min的大流量尘埃粒子计数器无法校准的问题,以满足各种流量范围的尘埃粒子计数器的校准需求。

1 尘埃粒子计数器的校准方法

气流恒定的洁净压缩空气通过孔径为0.1 μm的滤膜过滤进入气溶胶发生器,将装置中的单分散聚苯乙烯乳胶标准粒子雾化,经粒子中和器达到波尔兹曼电荷平衡,再通过气溶胶差分电迁移分析仪的筛分,出口处仅剩满足粒径要求的带有单一正电荷的气溶胶粒子,其他多余的颗粒经过鞘气被高效滤筒吸收,差分电迁移分析系统如图1所示。设置气溶胶出口的体积流量为1 L/min,连接一个三通接头,一路气溶胶进入已校准的凝结核粒子计数器,气体的采样速率为0.3 L/min。另一路气溶胶进入气溶胶稀释器,同时补充洁净的空气,使气溶胶被混合稀释,精确地调节气溶胶的稀释比例,使稀释后的气溶胶粒子浓度不仅满足测量的要求,且稀释后的气溶胶流量大于被检的计数器的流量,多余的气体被排空。测量凝结核粒子计数器的计数浓度以及气溶胶的稀释比例,便可以计算出尘埃粒子计数器的计数效率,实现对尘埃粒子计数器的校准。尘埃粒子校准方法如图2所示。

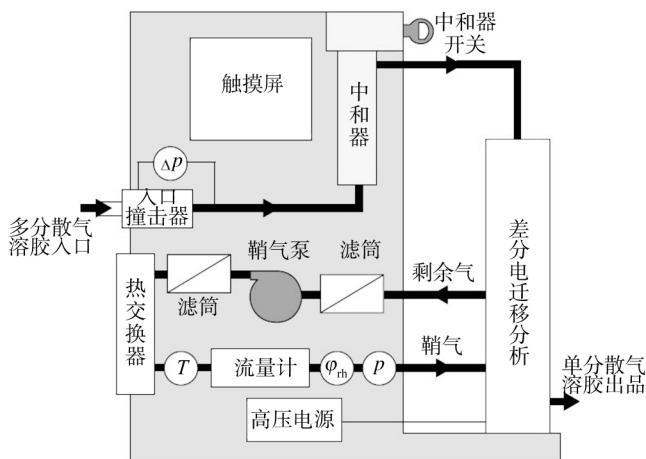
假设凝结核粒子计数器测量值为 C_{CPC} (单位为 L^{-1}),

收稿日期:2015-01-28, 修回日期:2015-02-26。

基金项目:国家重大科学研究计划项目,编号:2011CB932802;中国计量科学研究院基本科研项目,编号:31-AKY1328-13。

第一作者简介:黄志煌(1983—),男,硕士,工程师,研究方向为计量仪器开发。E-mail:hanmenyeye@163.com。

通信作者简介:刘俊杰(1975—),男,硕士,副研究员,研究方向为粒度、浊度计量研究。E-mail:liujj@nim.ac.cn。



T —温度, $^{\circ}\text{C}$; φ_{rh} —相对湿度, %; p —压力, Pa 。

图 1 差分电迁移分析系统

Fig. 1 Differential mobility analyzer system

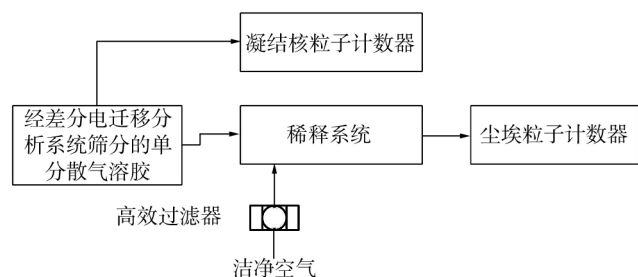


图 2 尘埃粒子计数器校准方法示意图

Fig. 2 Schematic diagram of calibration method for optical particle counter

则尘埃粒子计数的测量值 C_{OPC} (单位为 L^{-1}) 为

$$C_{\text{OPC}} = \frac{C_{\text{CPC}} Q_{\text{OPC}}}{D}, \quad (1)$$

$$D = \frac{Q_{\text{in}} + Q_{\text{air}}}{Q_{\text{in}}}, \quad (2)$$

式中: Q_{OPC} 为尘埃粒子计数器的体积流量, L/min ; Q_{in} 为进入稀释器的气溶胶体积流量, L/min ; Q_{air} 为稀释器补充洁净气体的体积流量, L/min ; D 为气溶胶的稀释比例。

2 实验测量

2.1 溯源性

经差分电迁移分析仪筛分出来表面带单一正电荷的单分散气溶胶颗粒进入气溶胶静电计, 颗粒被截流在静电计内的高效滤膜上, 滤膜放置于一个法拉第杯中, 在空间电荷效应的影响下, 颗粒上的电荷释放于法拉第杯中形成电流回路, 静电计可测量出其电流值, 从而计算出相应的气溶胶浓度。通过气溶胶静电计的测量值与凝结核粒子计数器的计数值的比对, 最终实现凝结核粒子计数器的校准。

气溶胶静电计中电流值与颗粒数存在以下关系:

$$C_{\text{FCE}} = \frac{I}{e Q_{\text{FCE}}}, \quad (3)$$

式中: C_{FCE} 为气溶胶的粒子数浓度, cm^{-3} ; Q_{FCE} 为气溶胶的体积流量, cm^3/s ; I 为电流, A ; e 为电子电量, 取值为 $1.6 \times 10^{-19} \text{ C}$ 。

2.2 计数效率的测量

尘埃粒子计数器的计数效率指测量到的粒子数与悬浮微粒实际粒子数之比, 其数值代表测量结果的可信度。国际标准 ISO 21501-4—2007^[7]规定: 当尘埃粒子计数器检测粒径为最小可测粒径附近的颗粒时, 计数效率应为 $(50 \pm 20)\%$; 当检测粒径为 1.5~2 倍最小可测粒径时, 计数效率应为 $(100 \pm 10)\%$ 。如果直接利用标准尘埃粒子计数器的粒径下限对被校准的尘埃粒子计数器粒径下限 (通常为 100、300 nm) 进行标定, 测量结果的不确定度大。凝结核粒子计数器粒径的测量量程可达到 4.5~3 000 nm, 测量精度为 5%, 因此采用凝结粒子计数可对尘埃粒子量程的计数效率进行有效标定。

以美国 Thermo 公司生产的 3300A 型聚苯乙烯乳胶粒子为气溶发生器的标准物质, 粒径为 $0.3 \mu\text{m}$, 99% 以上的颗粒粒径分布在 $0.28 \sim 0.32 \mu\text{m}$, 且无粒径小于 $0.22 \mu\text{m}$ 的颗粒。将德国 Grimm 公司生产的 5403 型凝结核粒子计数器和美国 Metone 公司生产 237B 型尘埃粒子计数器进行比对, 通过改变差分电迁移器的粒径档位, 对尘埃粒子计数器的计数效率进行评定, 结果如表 1 所示。以编号为 GBW12031 的国家标准物质聚苯乙烯乳胶粒子为气溶发生器的标准物质, 粒径为 $0.5 \mu\text{m}$, 99% 以上的颗粒粒径分布在 $0.48 \sim 0.52 \mu\text{m}$, 差分电迁移器的粒径档位设为 498 nm, 结果如表 2 所示。

由表 1 可知: 相同的标准物质经过不同差分电迁移器粒径档位的选择后, 对尘埃粒子计数器的粒径测量下限的测量具有重要影响。当粒径小于计数器的最小粒径档位时, 计数效率非常小; 当粒径略大于计数器的最小档位时, 其计数效率明显增大, 最小粒径的计数效率可达到 45%。由表 2 可知, 当使用粒径为 $0.5 \mu\text{m}$ 的聚苯乙烯乳胶粒子时, 计数器的计数效率平

表 1 粒径为 $0.3 \mu\text{m}$ 的聚苯乙烯乳胶粒子在差分电迁移器不同档位时的计数效率

Tab. 1 Counting efficiency of PSL with particle size of $0.3 \mu\text{m}$ in different stages of differential mobility analyzer system

粒径档位/nm	$C_{\text{CPC}} / \text{L}^{-1}$	$(C_{\text{OPC}} D) / \text{L}^{-1}$	计数效率/%
299.00	34 001	7 027	20.60
301.36	35 223	7 256	32.64
307.00	28 921	13 043	45.10

表 2 粒径为 0.5 μm 的聚苯乙烯乳胶粒子在差分电迁移器
粒径档位为 498 nm 时的计数效率

Tab. 2 Counting efficiency of PSL with particle size of 0.5 μm
in differential mobility analyzer system with
particle size profile of 498 nm

$C_{\text{CPC}}/\text{L}^{-1}$	$(C_{\text{OPC}} D)/\text{L}^{-1}$	计数效率/%
56 350	53 983	95.7
57 892	53 634	92.6
58 341	55 086	94.2
56 448	53 397	94.5

均值为 94.3%。

2.3 不同流量的测量

尘埃粒子计数器的总计数值满足泊松分布^[8]。如果泊松分布的计数值为 N ，则相对误差为 $1/\sqrt{N}$ ，因此采样流量越大，单位时间内计数总值越大，相对误差越小，但是现有校准方法和校准设备不能满足对大气流量尘埃粒子计数器的校准，如体积流量为 50、100 L/min 的尘埃粒子计数器。本文中介绍新的校准方法，可以动态调节校准时所需气溶胶的浓度，实现不同流量尘埃粒子计数器的校准。

校准时，在尘埃粒子计数器的入口处连接动态的气溶胶稀释器的出口，稀释器的入口处与凝结核粒子计数器中的粒子相同的浓度和粒径的气溶胶，稀释气体为经过孔径为 0.1 μm 的滤膜的洁净气体，稀释器的稀释倍数在 1~200 内可以准确调节，稀释后的气溶胶的最大体积流量可达 110 L/min。当气溶胶的稀释比例已知时，将尘埃粒子计数器的测量值与稀释比例的乘积 $C_{\text{OPC}} D$ 与凝结核粒子计数器的测量值 C_{CPC} 进行比对，即可以实现尘埃粒子计数量值的校准。实验过程中，以粒径为 0.5 μm 的聚苯乙烯乳胶粒子为标准物质对 4 种不同流量的尘埃粒子计数器进行计数效率评定，并对通过改变粒子浓度对体积流量为 100 L/min 的尘埃粒子计数器进行多次测量，结果如表 3、4 所示。由表可知，在相同的实验条件下，采用大流量的尘埃粒子计数器提高了单位时间的气体采集量，测量数据的稳定性更高，能够更准确地对洁净室的洁净等级进行评定。

3 结论

1) 本文中介绍了一种标准尘埃粒子计数器的校准方法，在校准过程中使用差分电迁移器，提高了标准粒子的单分散性，对尘埃粒子计数器在不同档位的计数效率进行了更加准确标定。

2) 建立了一套完整的尘埃粒子计数器溯源体系，

表 3 粒径为 0.5 μm 的聚苯乙烯乳胶粒子
采用不同流量计数器时的计数效率

Tab. 3 Counting efficiency of PSL with particle size of
0.5 μm in different flow counters

生产厂家及型号	粒径测量 范围/ μm	体积流量/ ($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	计数效率/ %
美国 Metone 公司, 237B 型	0.3~5.0	2.83(1 $\pm$ 5%)	94.2
美国 Lighthouse 公司, 1104LD 型	0.1~5.0	28.30(1 $\pm$ 5%)	94.2
美国 TSI 公司, 9350 型	0.3~25.0	50.00(1 $\pm$ 5%)	92.8
美国 MerckMillipore 公司, APC SmartTouch 型	0.3~10.0	100.00(1 $\pm$ 5%)	86.5

表 4 粒径为 0.5 μm 的聚苯乙烯乳胶粒子对体积流量为
100 L/min 的尘埃粒子计数器计数效率评估结果

Tab. 4 Counting efficiency for OPC with volume flow of
100 L/min by PSL with particle size of 0.5 μm

$C_{\text{CPC}}/\text{L}^{-1}$	$(C_{\text{OPC}} D)/\text{L}^{-1}$	计数效率/%
10 562	9 157	86.7
28 965	24 823	85.7
65 328	56 443	86.4
102 648	89 509	87.2

满足了计数器在全量程粒径档位上计数示值误差的评定及不同流量计数器的校准需求，解决了尘埃粒子计数器量值溯源的难题。

参考文献 (References):

- [1] 国家质量监督检验检疫总局. JJF 1190—2008 尘埃粒子计数器校准规范[S]. 北京: 中国计量出版社, 2008.
- [2] 刘俊杰, 张文阁, 胡向军. 气溶胶静电计的校准研究[C]// 第九届全国颗粒测试学术会议暨现代颗粒测试技术发展与应用研讨会论文集, 2013: 60—64.
- [3] 刘俊杰, 张文阁, 国凯, 等. 尘埃粒子计数器校准装置的研制[J]. 计量技术, 2014(10): 48—51.
- [4] OWEN M C. An aerosol number concentration primary standard[R]. 2006 NCSL international workshop and symposium, 2006.
- [5] SAKURAI H. Primary standard for aerosol particle number concentration[C/OL] // 11th ETH conference on combustion generated nanoparticles, 2007 [2014-12-19]. <http://www.nanoparticles.ethz.ch>.
- [6] FLETCHER R A, MULHOLLAND G W. Calibration of a condensation particle counter using a NIST traceable method[J]. Aerosol Science and Technology, 2009, 43: 425—441.
- [7] International Organization for Standardization. ISO 21501- 4—2007 Determination of particle size distribution: single particle light interaction methods: parts 4: light scattering airborne particle counter for clean spaces[S]. Geneva: ISO, 2007.
- [8] 刘尧. 28.3LPM 高灵敏度尘埃粒子计数器传感器的研制[D]. 南京: 南京理工大学, 2014.