РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Методика оценки эффективности льдообразующих реагентов и пиротехнических составов в лабораторных условиях

РД 52.11.639-2002

Дата введения 2003-01-01

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Центральной аэрологической обсерваторией (ЦАО) Федеральной службы России по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Н.О. Плауде, канд. физ.-мат. наук, заведующий лабораторией, руководитель темы; Е.В. Сосникова, канд. физ.-мат. наук, науч. сотрудник; Н.П. Гришина, инженер

3 ВНЕСЕН Отделом активных воздействий и государственного надзора УСНК Росгидромета

4 ОДОБРЕН Центральной комиссией по приборам и методам наблюдений (ЦКПМ) Росгидромета, протокол № 2 от 28.04.01 г.

5 УТВЕРЖДЕН Руководителем Росгидромета 19.07.02 г.

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН Центральным конструкторским бюро гидрометеорологического приборостроения (ЦКБ ГМП) за номером РД 52.11.639-2002 от 23.07.02 г.

7 ВЗАМЕН РД 52.11.41-84 "Методические указания. Методика измерения льдообразующей активности аэрозолей в лабораторных условиях"

1 Область применения

Настоящие методические указания устанавливают лабораторную методику определения эффективности (активности) льдообразующих реагентов и пиротехнических составов, содержащих льдообразующие реагенты, которые используются в практике активных воздействий (АВ) на переохлажденные облака и туманы.

Настоящие методические указания предназначены для использования научно-исследовательскими учреждениями, военизированными службами АВ и другими организациями Росгидромета, осуществляющими поиск и внедрение новых льдообразующих реагентов, разработку пиротехнических составов с льдообразующими реагентами и контроль пиротехнических средств АВ, производимых промышленностью.

2 Определения

В настоящих методических указаниях применяются следующие термины с соответствующими определениями в соответствии с ОСТ 52.11.25-86 Охрана природы. Атмосфера. Активные воздействия на гидрометеорологические процессы.

Активное воздействие (АВ) на облако (туман) - преднамеренное воздействие на облако (туман) с целью изменения естественного хода микрофизических и динамических процессов (рассеяния облаков или туманов, ускорения осадкообразования, увеличения осадков, предотвращения или прерывания градообразования и т.п.).

Выход активных частиц - число ледяных кристаллов, образующихся в облаке при данной температуре в расчете на единицу массы льдообразующего реагента (пиротехнического состава).

Льдообразующая активность (эффективность) реагента - способность частиц реагента образовывать в переохлажденном облаке (тумане) ледяные кристаллы, характеризуемая выходом активных частиц.

Льдообразующие ядра - частицы искусственного аэрозоля, вызывающие образование

ледяных частиц (кристаллов) в облаках и туманах при температуре ниже 0 °С.

Льдообразующий аэрозоль - дисперсная система, состоящая из частиц льдообразующего вещества и несущего газа.

Льдообразующий реагент - вещество (смесь веществ), которое используется в работах по АВ на облака (туманы) с целью получения ледяных частиц.

Перезасев - существенное превышение оптимальной дозировки реагента, приводящее к снижению эффективности воздействия.

Пиротехнический состав для АВ - смесь пиротехнических компонентов и льдообразующего реагента, при горении которой образуется льдообразующий аэрозоль.

Температурный порог активности реагента - максимальная температура, при которой в переохлажденном облаке (тумане) при введении льдообразующего реагента образуются ледяные кристаллы.

3 Описание методики

3.1 Принцип определения эффективности льдообразующего реагента

Мерой эффективности льдообразующего реагента является выход (количество) активных частиц от единицы массы реагента (далее выход), переведенного в аэрозоль тем или иным способом, в частности сжиганием льдообразующего реагента в пиротехническом составе [1]. Принцип измерения эффективности льдообразующего реагента состоит в определении числа ледяных кристаллов, образующихся при введении известного количества исследуемого реагента в виде аэрозоля в переохлажденный водный туман [2]. Туман создают в охлаждаемой облачной камере с помощью введения горячего водяного пара или механического диспергирования воды. Исследуемый реагент предварительно переводят в аэрозоль в отдельном резервуаре - аэрозольной камере. Кристаллы, оседающие на дне облачной камеры, попадают на пленку репликообразующего вещества, которая после затвердевания сохраняет их отпечатки, или в микротермостат, где кристаллы сохраняются в течение времени, достаточного для их подсчета с помощью оптического микроскопа.

Минимальное и максимальное измеряемые значения выхода активных частиц зависят от метода регистрации частиц, объема используемой аэрозольной камеры и допустимого (по средствам измерения) количества переводимого в аэрозоль реагента. В данной методике они составляют соответственно 10^7 и 10^{19} $г^{-1}$.

3.2 Диапазон изменения определяемой величины

Минимальное возможное значение выхода активных частиц составляет 0 $г^{-1}$. В качестве верхнего предела может рассматриваться теоретический выход активных частиц для наиболее активного льдообразующего реагента - йодистого серебра - при наименьшей температуре минус 25 °С, равный 10^{19} $г^{-1}$.

3.3 Погрешность методики

Погрешность методики определяется основной и дополнительной погрешностями.

3.3.1 Основная погрешность

Основная погрешность методики складывается из систематической и случайной составляющих.

3.3.1.1 Систематическая составляющая основной погрешности обусловлена потерями аэрозольных частиц (их коагуляцией и осаждением) во время подготовительных операций по введению аэрозоля в переохлажденный туман и наличием неустранимых температурных градиентов в рабочем объеме облачной камеры, приводящих к активации части льдообразующих ядер при температуре, отличной от температуры опыта, регистрируемой в центре облачной камеры. При обычной продолжительности подготовительных операций 1-3 мин суммарные потери аэрозольных частиц с начальной концентрацией менее 10^7 $см^{-3}$ и размерами менее $5 \cdot 10^{-5}$ см, согласно экспериментальной оценке, не превышают 5%. Систематическая составляющая основной погрешности, связанная с наличием градиентов температуры в облачной камере, зависит от вида температурной зависимости выхода $N(T)$ и при температурных градиентах менее 0,03 °С/см не превышает 5% для тех участков $N(T)$, где выход N мало меняется с температурой ($dN/dT \leq 0{,}1N$ $°C^{-1}$), увеличиваясь до 25% вблизи температурного порога активности реагента, где $dN/dT \geq N$ $°C^{-1}$.

3.3.1.2 Случайная составляющая основной погрешности складывается из:

1) случайной погрешности в определении исходной массы переводимого в аэрозоль реагента*;

2) случайной погрешности определения объема пробы исследуемого аэрозоля;

3) погрешности определения числа активных частиц (ледяных кристаллов);

4) погрешности измерения температуры переохлажденного тумана.

---

* Потери массы в процессе диспергирования реагента относятся к систематическим погрешностям методов диспергирования и в настоящей методике не рассматриваются.

Две первые погрешности определяются погрешностями весов и шприца - отборника проб, и каждая из них не превышает ±10%.

Погрешность определения числа ледяных кристаллов состоит из погрешности подсчета кристаллов в поле зрения микроскопа δ_ε, не превышающей ±5%, и погрешности δ_n, обусловленной ограниченностью выборки - флуктуациями числа кристаллов n, попадающих в поле зрения микроскопа. Поскольку δ_n определяется по закону Пуассона как $\delta_n = 1/\sqrt{\bar{n}n_1}$ (где $\bar{n}$ - среднее число кристаллов в поле зрения, n_1 - число полей), она может быть снижена до уровня не более ±15% путем увеличения числа обсчитываемых полей зрения. Случайная составляющая погрешности измерения, связанная с погрешностью в определении температуры переохлажденного тумана $\sigma_т$, зависит от характера температурной зависимости выхода $N(T)$. Для наиболее типичных ее участков, где dN/dT меняется от $0{,}05N$ до $0{,}1N$ °C^{-1}, она составляет ±(10...20)%. В области резкого изменения N при изменении температуры, где $dN/dT \geq N$ °C^{-1}, погрешность возрастает до 80% и более.

3.3.2 Дополнительная погрешность

Дополнительная погрешность измерения выхода связана с изменением характеристик состояния внешней среды - температуры и влажности в аэрозольной камере - и может возникать при определении выхода для льдообразующих реагентов, активность которых сильно зависит от пересыщения водяного пара, в случае невыполнения условий применения методики, указанных в 4.2.4.4. При этом измеренное значение выхода может оказаться завышенным на несколько порядков.

3.4 Производительность методики

Длительность одного опыта составляет от 40 до 50 мин, что с учетом подготовительных операций позволяет проводить 6-8 измерений в течение рабочего дня (8 ч).

3.5 Метеорологические условия в лабораторном помещении

Необходимыми метеорологическими условиями использования методики являются:

Температура воздуха в помещении, °C	25±10
Относительная влажность воздуха, %	от 25 до 90
Атмосферное давление	нормальное

4 Требования к оборудованию, средствам измерения и порядок выполнения измерений

4.1 Оборудование и средства измерений

Необходимым оборудованием в методике являются охлаждаемая облачная камера и камера для получения аэрозоля (аэрозольная камера). Средствами измерений являются термометр для измерения температуры в рабочем объеме облачной камеры, измеритель влажности, устройство (шприц) для дозированного отбора проб аэрозоля, секундомер, весы для взвешивания образцов реагента (пиросостава) и микроскоп для подсчета ледяных кристаллов.

4.1.1 Облачная камера

4.1.1.1 Рабочий объем облачной камеры должен быть от 100 до 1000 л.

4.1.1.2 Температура в рабочем объеме должна регулироваться в пределах от минус 25 до 25 °C.

4.1.1.3 Время установления минимальной температуры минус 25 °C должно составлять не более 5 ч.

4.1.1.4 Облачная камера должна быть оборудована измерителем температуры, вентилятором для выравнивания температуры и концентрации частиц, устройством для получения тумана (парогенератором), устройством для улавливания ледяных кристаллов, осветителем с параллельным пучком света типа ОИ-9, ОИ-21 для визуального наблюдения за процессом кристаллизации, люками для ввода пробы аэрозоля и выполнения других ручных операций.

4.1.2 Аэрозольная камера

Аэрозольная камера объемом от 0,5 до 2,0 м^3 для подготовки исследуемого аэрозоля должна иметь вентилятор для выравнивания концентрации частиц и подсоединение к вытяжной

вентиляции для очистки камеры от аэрозоля за время не более 30 мин.

4.1.3 Средства измерений

4.1.3.1 Измерение температуры в облачной камере должно производиться измерителями температуры с диапазоном измеряемых температур от минус 25 до 25 °С и погрешностью показаний не более ±0,3 °С.

4.1.3.2 Измерение влажности в аэрозольной камере производится любым измерителем влажности (гигрометром, психрометром) с погрешностью показаний не более ±5%.

4.1.3.3 Для дозирования проб аэрозолей применяется шприц вместимостью от 20 до 250 $см^3$ с ценой деления от 1 до 10 $см^3$ соответственно.

4.1.3.4 Для измерения времени используется секундомер с ценой деления 1 с.

4.1.3.5 Измерение массы переводимого в аэрозоль реагента производится с помощью весов с ценой деления 1 мг при использовании навесок реагента массой от 10 до 500 мг и с помощью микроаналитических весов с ценой деления 0,01 мг для навесок массой менее 10 мг.

4.1.3.6 Для подсчета кристаллов используется микроскоп типа МБИ-1 с увеличением до 200 раз.

4.1.4 Описание типовой установки

Перечисленным выше требованиям удовлетворяет установка, применяемая в ЦАО (рисунок 1). В установку входит:

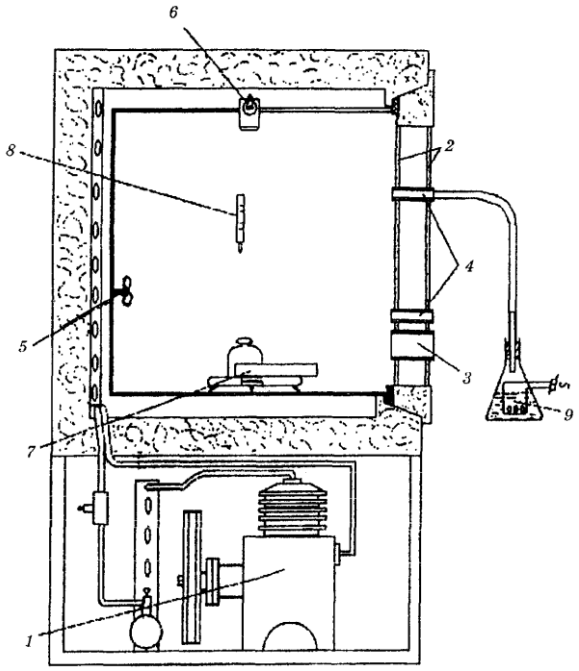
- облачная камера (на основе холодильного шкафа TSW-300 производства Германии) с охлаждаемым рабочим объемом 300 л;
- аэрозольная камера объемом 800 л с автономной системой очистки;
- парогенератор мощностью 600 Вт;
- весы торзионные ВТ-500 с ценой деления 1 мг;
- весы микроаналитические ВЛР-20 г с ценой деления 0,01 мг;
- микроскоп МБИ-1;
- пульт управления устройствами внутри облачной камеры и парогенератором.



Рисунок 1 - Схема установки для измерения льдообразующей эффективности реагентов

4.1.4.1 Облачная камера (рисунок 2) представляет собой переоборудованный холодильный шкаф TSW-300 с размерами рабочего объема 900×460×720 мм. Холодильный агрегат *1* облачной камеры потребляет мощность 1 кВт и позволяет охлаждать рабочий объем от комнатной температуры до минус 25 °С за 4 ч.

Одна из двух дверок на передней панели шкафа заменена двойным окном из органического стекла *2*. Через окно проходят три трубки из органического стекла диаметром 100, 23 и 23 мм.



1 - холодильный агрегат; *2* - двойное окно; *3, 4* - трубки; *5* - вентилятор; *6* - осветительное устройство;
7 - заборник проб кристаллов; *8* - ртутный термометр; *9* – парогенератор
Рисунок 2 - Разрез облачной камеры

Широкая трубка *3* диаметром 100 мм предназначена для введения проб аэрозолей и выполнения ручных операций в рабочем объеме. Две узкие трубки *4* диаметром 23 мм могут быть использованы для смены воздуха в рабочем объеме и других целей.

Внутренние стенки рабочего объема облачной камеры сделаны из нержавеющей стали. На одной из боковых стенок укреплен вентилятор *5* для перемешивания воздуха и выравнивания концентрации частиц. Выключатель вентилятора выведен на переднюю панель камеры.

В верхней части видимой из окна половины облачной камеры укреплено осветительное устройство *6*, дающее параллельный пучок света для визуального наблюдения за процессом образования тумана и изменением его фазового состояния. В качестве такого устройства использован микроскопный осветитель ОИ-19.

Для улавливания образующихся ледяных кристаллов на дне облачной камеры установлен заборник проб кристаллов *7*. Основной его частью является диск, приводимый в движение с помощью реле и механической передачи. Диск имеет 10 углублений для предметных стекол и заключен в металлический кожух с отверстием для поочередного экспонирования стекол. Для закрывания отверстия на кожухе укреплена металлическая заслонка, перемещаемая с помощью реле.

Для нанесения на предметные стекла репликообразующего раствора в камеру помещается бюкса с раствором, стеклянная палочка для нанесения на стекло капли раствора и стеклянный валик для растягивания капли в пленку.

Для измерения температуры в центре облачной камеры укреплен ртутный термометр *8* с диапазоном измеряемой температуры от минус 25 до 25 °С и ценой деления 0,2 °С.

Парогенератор *9*, предназначенный для подачи пара в облачную камеру и создания в ней тумана, представляет собой колбу из термостойкого стекла с помещенной внутрь электрической спиралью мощностью 600 Вт.

4.1.4.2 Выключатели осветительного устройства, реле заслонки, парогенератора и кнопка реле поворота диска выведены на пульт управления.

4.1.4.3 Аэрозольная камера представляет собой прямоугольный короб с размерами 1200×570×1210 мм. Камера изготовлена из винипласта, передняя стенка выполнена из органического стекла. В этой стенке имеется дверца для введения в камеру устройств для получения аэрозолей и небольшой люк, через который с помощью шприца отбираются пробы аэрозоля для исследования в облачной камере. Используется шприц типа Ш-8 вместимостью 150 $см^3$ с ценой деления 10 $см^3$.

Внутри аэрозольной камеры, на одной из боковых стенок, установлен вентилятор, используемый для выравнивания концентрации получаемого аэрозоля. Скорость вращения вентилятора регулируется подаваемым на электродвигатель напряжением от 95 до 100 В и

составляет от 10 до 30 об/с. Для очистки камеры от аэрозоля в верхней части сделан люк, закрываемый крышкой на время опыта и соединяющий при необходимости камеру с вентиляционной трубой. Для ускорения процесса очистки и более полного удаления частиц аэрозольная камера снабжена обводной трубой, на входе которой установлен аэрозольный фильтр ФК. Ускоренная очистка производится при принудительном продувании камерного воздуха через фильтр с помощью воздуходувки ДВ-2.

Температура и влажность в аэрозольной камере измеряются аспирационным психрометром М-34.

4.2 Подготовка и выполнение измерений

4.2.1 Порядок подготовки установки к измерениям

4.2.1.1 Перед выполнением измерений производится осмотр установки. Внутренние стенки рабочего объема облачной камеры протирают чистой ветошью. Проверяют работу осветительного устройства и заборника проб кристаллов, а также наличие и состояние репликообразующего раствора в камере. В заборник закладывают требуемое количество чистых предметных стекол. В парогенератор заливают дистиллированную воду до полного покрытия электроспирали. Облачную камеру закрывают.

Включают холодильный агрегат и охлаждают облачную камеру до температуры на 3-5 °С ниже требуемой температуры опыта. Температуру контролируют по ртутному термометру в центре камеры. Измеряют температуру и влажность в аэрозольной камере.

4.2.1.2 При достижении требуемой температуры холодильный агрегат отключают, включают вентилятор в рабочем объеме и камеру оставляют на 10-15 мин в режиме естественного нагрева. За это время градиенты температуры в рабочем объеме уменьшаются до минимальных значений.

4.2.1.3 Производят предварительную подготовку парогенератора. Включают в сеть электродвигатель и доводят воду в парогенераторе до кипения. Парогенератор отключают.

4.2.2 Порядок выполнения операций при определении выхода активных частиц

4.2.2.1 При повышении температуры в рабочем объеме облачной камеры до значения на 1,5-2,0 °С ниже требуемой температуры опыта производят возгонку навески активного вещества в аэрозольной камере.

4.2.2.2 Образовавшийся аэрозоль перемешивают вентилятором в течение 45-60 с.

4.2.2.3 Вентилятор отключают и аэрозоль оставляют в аэрозольной камере на время от 30 до 60 с.

4.2.2.4 Во время выдержки аэрозоля в аэрозольной камере репликообразующим раствором (по 4.2.4.1) смазывают предназначенное для экспонирования предметное стекло в заборнике ледяных кристаллов. Для этого стеклянной палочкой на стекло вручную наносят каплю из находящейся в облачной камере бюксы с раствором. Каплю раскатывают в тонкую пленку с помощью стеклянного валика. Палочка и валик находятся постоянно в рабочем объеме камеры и имеют ее температуру.

4.2.2.5 Включают парогенератор и путем введения струи пара в облачной камере создают туман. На время введения пара стекло в заборнике закрывают заслонкой включением реле заслонки с помощью переключателя на пульте управления, а в камере 1-2 раза включают вентилятор на 1-2 с для получения более однородного тумана.

4.2.2.6 После создания в облачной камере тумана с помощью шприца производят отбор пробы аэрозоля из аэрозольной камеры. Пробу аэрозоля вводят в облачную камеру. При необходимости исключить возникновение пересыщения в облачной камере при введении аэрозоля пробу аэрозоля перед введением в нее разбавляют сухим газом по 4.2.4.5. Сразу после введения пробы в облачной камере включают вентилятор на 1-2 с для равномерного распределения аэрозольных частиц в рабочем объеме.

4.2.2.7 Заслонку заборника открывают и образовавшиеся кристаллы улавливают на предметное стекло с пленкой репликообразующего раствора в течение 3-4 мин до полного рассеяния тумана. Одновременно интенсивность образования ледяных кристаллов оценивают визуально в пучке света.

4.2.2.8 Сразу после открытия заслонки заборника фиксируют показание термометра в облачной камере с точностью до 0,5 дел. (0,1 °С).

4.2.2.9 Во время осаждения кристаллов производят очистку аэрозольной камеры. Для этого камеру соединяют с вытяжной вентиляционной трубой. Одновременно открывают люк в передней дверце аэрозольной камеры для поступления комнатного воздуха в камеру. Очистку камеры производят не менее 10 мин.

4.2.2.10 При необходимости более полной очистки аэрозольной камеры производят дополнительную очистку продуванием воздуха, находящегося в камере, через фильтр. Для этого

камеру отсоединяют от вытяжной трубы и полностью закрывают. На 5 мин включают воздуходувку, осуществляющую принудительное продувание воздуха камеры через фильтр по обводной трубе.

4.2.2.11 В облачной камере по окончании экспонирования стекло поворотом диска убирают под крышку кожуха заборника, отверстие в кожухе закрывают заслонкой и в облачную камеру вводят новую порцию пара для вымывания остаточных частиц, активирующихся в течение более длительного времени. Для полного очищения камеры обычно достаточно 1-2 пусков пара, производимых при температуре на 1-5 °С ниже, чем температура последующего опыта. По окончании очистки установка готова для нового измерения.

4.2.2.12 Экспонированную пластинку оставляют в заборнике на 4 ч при поддержании в облачной камере температуры ниже 0 °С (во избежание таяния кристаллов) до полного затвердевания репликообразующего раствора.

4.2.2.13 Предметные стекла с репликами ледяных кристаллов после затвердевания пленки исследуют под оптическим микроскопом. На выбранных по визуальной оценке удовлетворительных участках пленки подсчитывают число ледяных кристаллов в нескольких полях зрения. Число обсчитываемых полей зрения устанавливают по среднему числу ледяных кристаллов в поле зрения так, чтобы $\bar{n}n_1 \geq 100$ (по 3.4). При среднем числе кристаллов в поле зрения $\bar{n} \leq 1$ просматривают всю поверхность предметного стекла, покрытую пленкой.

4.2.3 Порядок выполнения операций при одновременном определении выхода активных частиц и скорости их активации

При необходимости одновременного измерения выхода активных частиц и скорости их активации в облачную камеру помещают заборник ледяных кристаллов, позволяющий последовательно с интервалами в 1 (или 2) мин закрывать 1/3, 2/3 и 3/3 (или 1/2 и 2/2) части предметного стекла в процессе осаждения на него кристаллов. Затем выполняют операции, соответствующие 4.2.2.1-4.2.2.6. Действуя по 4.2.2.7, улавливают осевшие кристаллы в течение 1 (или 2) мин. Затем крышкой закрывают 1/3 (или 1/2) часть стекла. В случае закрытия 1/3 стекла по истечении 2-й минуты крышкой закрывают 2/3 части стекла. На оставшуюся незакрытой 1/3 (или 1/2) часть стекла кристаллы осаждаются до полного рассеяния тумана. Далее выполняют операции по 4.2.2.8-4.2.2.12. В соответствии с 4.2.2.13 подсчет числа кристаллов производят отдельно на каждой 1/3 (или 1/2) части стекла.

4.2.4 Выполнение вспомогательных операций

4.2.4.1 К вспомогательным операциям относятся:

- создание тумана в облачной камере;
- приготовление репликообразующего раствора;
- определение объема пробы аэрозоля;
- разбавление пробы аэрозоля сухим газом.

4.2.4.2 Для создания в облачной камере переохлажденного тумана должно производиться введение пара в течение 5-7 с. При такой длительности (при мощности парогенератора 600 Вт) начальная водность тумана составляет от 1 до 2 г/м^3. Небольшие колебания водности в интервале значений от 0,5 до 2 г/м^3 не влияют на выход активных частиц. Однако уменьшение водности до значений ниже 0,5 г/м^3, при которых туман визуально отмечается как легкая дымка, не должно допускаться, поскольку приводит к уменьшению выхода активных частиц.

4.2.4.3 Для приготовления репликообразующего раствора кипятят 10-15 см^3 мономера метилметакрилата в пробирке с добавкой 2-4 мг перекиси бензоила в течение 10-30 мин.

Оптимальная длительность кипячения зависит от условий предварительного хранения мономера и не может быть указана точно. Кипячение заканчивают., когда образующиеся в жидкости пузырьки начинают прилипать ко дну пробирки. Подготовленный таким образом метилметакрилат хранят в бюксе с притертой пробкой в облачной камере. Оптимальная по густоте и толщине пленка метилметакрилата используется для регистрации ледяных кристаллов и должна давать четкие отпечатки кристаллов с размерами более 5 мкм, а также крупных облачных капель.

4.2.4.4 Объем вводимой в туман пробы аэрозоля варьируют в зависимости от активности исследуемого аэрозоля и температуры тумана. Оптимальная концентрация активных частиц в облачной камере составляет 50-100 см$^{-3}$ (50-100 ледяных кристаллов в поле зрения площадью 1,45 мм^2).

Введение активных ядер концентрацией более чем 100 см$^{-3}$ приводит к перезасеву тумана. При этом облачной влаги не хватает для активации всех активных при данной температуре частиц, часть ядер остается не активированной и результаты измерений оказываются заниженными. Во избежание этого объем вводимой в туман пробы должен подбираться в каждом опыте таким, чтобы после окончания выпадения кристаллов в пучке света

просматривался остаточный слабый туман.

Чрезмерное снижение концентрации активных ядер в тумане приводит к увеличению статистической погрешности из-за малого числа подсчитываемых кристаллов. Поэтому при пониженной активности исследуемого аэрозоля или повышении температуры опыта следует увеличивать объем вводимой в туман пробы аэрозоля, с тем чтобы число кристаллов не снижалось ниже одного в поле зрения микроскопа.

4.2.4.5 При определении эффективности нового, еще не изученного аэрозоля или аэрозоля, заведомо чувствительного к пересыщению водяного пара, измерение его эффективности следует проводить в условиях, исключающих возникновение пересыщения в облачной камере в процессе введения пробы аэрозоля. Для этого следует оценить по таблице 1 значение максимальной допустимой влажности пробы аэрозоля, до достижения которой не происходит пересыщения при смешении пробы с воздухом в облачной камере.

Таблица 1

Расчетные максимальные значения пересыщения водяного пара ΔE_{max} в зоне смешения пробы аэрозоля с воздухом облачной камеры при температуре пробы 20 °С

Температура тумана, °С	Максимальное пересыщение ΔE_{max} при относительной влажности пробы аэрозоля f, %								
	10	20	30	40	50	60	70	80	90
-5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,02	1,09	1,16	1,24
-10	1,00	1,00	1,00	1,04	1,06	1,12	1,23	1,33	1,46
-15	1,00	1,00	1,00	1,05	1,16	1,29	1,43	1,57	1,73
-20	1,00	1,00	1,04	1,19	1,37	1,56	1,75	1,94	2,14

При температуре пробы аэрозоля, отличной от 20 °С, сначала рассчитывают k значений пересыщения водяного пара ΔE в зоне смешения по формуле

$$\Delta E_k = \frac{e_н(T_{пр})\, f\,/100 + e_н(T_к)k}{e_н(T_с)(1+k)}, \qquad (1)$$

где $e_н(T_{пр})$ - насыщенное давление пара при температуре пробы аэрозоля $T_{пр}$;

$e_н(T_к)$ - насыщенное давление пара при температуре облачной камеры $T_к$;

$e_н(T_с)$ - насыщенное давление пара при температуре зоны смешения $T_с$;

k - количество объемов воздуха облачной камеры, смешивающихся с единичным объемом пробы аэрозоля, последовательно изменяемое в расчетах от 1 до 10;

$T_с$ - температура зоны смешения, $T_с = \dfrac{T_{пр} + kT_к}{1+k}$

Затем из ΔE_k выбирают максимальное значение ΔE_{max}. После этого следует подобрать соотношение объема сухого газа $v_{сух}$ и объема пробы аэрозоля v, уменьшающее значение влажности f вводимого воздуха с аэрозолем до найденного по таблице 1 значения f_1, соответствующего $\Delta E \le 1{,}0$, используя формулу (2):

$$\frac{v_{сух}}{v} = \frac{f}{f_1} = -1. \qquad (2)$$

В соответствии с найденным отношением $v_{сух}/v$ шприцем отбирается объем пробы аэрозоля и, в который затем втягивается дополнительный объем сухого газа $v_{сух}$.

В качестве сухого газа целесообразно использовать газообразный азот из сосуда Дьюара ввиду его низкой влажности.

5 Обработка результатов измерений и оценка показателей точности измерений. Форма представления результатов измерений

5.1 Расчет выхода активных частиц

Выход активных частиц N ($г^{-1}$) на единицу массы переведенного в аэрозоль реагента определяется по формуле

$$N = \frac{\bar{n}VS}{svm}, \qquad (3)$$

где $\bar{n}$ - среднее арифметическое значение числа ледяных кристаллов n_i в поле зрения микроскопа: $\bar{n} = \sum_{i=1}^{n_1} n_i / n_1$ (n_1 - число просмотренных полей зрения);

V - объем аэрозольной камеры, $см^3$ ($V = 8 \cdot 10^5$ $см^3$);

S - площадь дна облачной камеры (S = 4060 см^2);

s - площадь поля зрения микроскопа (s = 0,0145 см^2);

v - объем пробы аэрозоля, см^3;

m - масса переведенного в аэрозоль вещества, г.

В случае $\bar{n} \leq 1$ и просмотре всей поверхности стекла в формуле (3) s заменяют площадью $s_{ст}$, ограниченной предельным перемещением предметного столика, 1,8×1,8 см.

Результаты определения N при различной температуре тумана могут оформляться в виде таблицы или графической зависимости $N(T)$, где N откладывают по полулогарифмической шкале. Пример такой графической зависимости $N(T)$ приведен в приложении А для одного из пиротехнических составов с йодистым серебром.

При определении скорости активации частиц значения $\bar{n}$ находятся отдельно для каждой 1/3 (или 1/2) части предметного стекла, через 1, 2 мин и после полного осаждения кристаллов (или через 2 мин и после полного осаждения). По формуле (3) рассчитывают соответствующие этим моментам времени выходы активных частиц N_1, N_2 и N (или N_2 и N). Результаты представляют в виде таблицы зависимости N_i от t_i где t_i - время осаждения кристаллов (активации активных частиц). N_t могут быть выражены в абсолютных значениях выходов активных частиц на 1 г реагента (пиросостава) и (или) в процентах от общего числа кристаллов, выпавших за время опыта (N_t/N)·100%.

5.2 Оценка погрешности результата измерения

Систематические погрешности ввиду невозможности их точной оценки из-за отсутствия априорных сведений о концентрации и характере зависимости $N(T)$ для исследуемого аэрозоля при вычислении результата измерения не учитываются.

Суммарная относительная погрешность δ_N отдельного измерения выхода активных частиц N слагается из двух случайных составляющих: погрешности измерения температуры опыта δ_T и погрешности δ определения значения N исходя из формулы (3) по правилам вычисления погрешности косвенных измерений. Суммарная относительная погрешность может быть вычислена по формуле

$$\delta_N = \pm\sqrt{\delta_T^2 + \delta^2} \ . \qquad (4)$$

Относительная погрешность δ_T, как указано в 3.3.1.2, для большинства исследуемых типов зависимостей $N(T)$ с наклоном кривых $\Delta N/(\Delta TN)$ от 0,5 до 1 °C^{-1}, лежит в интервале от 10 до 20%.

Измеряемыми величинами в формуле (3) являются среднее число ледяных кристаллов $\bar{n}$ в поле зрения микроскопа, объем вводимого в облачную камеру пробы аэрозоля v и масса переводимого в аэрозоль реагента m.

Поэтому

$$\delta = \pm\sqrt{\delta_{\bar{n}}^2 + \delta_v^2 + \delta_m^2} \ , \qquad (5)$$

где $\delta_{\bar{n}}$, δ_v и δ_m - относительные погрешности определения величин $\bar{n}$, v и m соответственно.

Величина $\delta_{\bar{n}}$ является относительной погрешностью измерения среднего числа ледяных кристаллов в поле зрения микроскопа, вычисляется по формуле $\delta_{\bar{n}} = \pm\sqrt{\delta_n^2 + \delta_\varepsilon^2}$ и не превышает ±15%, как следует из 3.3.1.2.

Относительная погрешность определения массы переводимой в аэрозоль навески вещества δ_m в интервале значений m от 10 до 300 мг, измеряемых с помощью торзионных весов ВТ-500, лежит в интервале от ±10 до ±0,3%. При навесках массой 0,1 -10,0 мг взвешивание на микроаналитических весах производится с погрешностью от ±10 до ±0,1%.

Относительная погрешность определения объема пробы аэрозоля при использовании шприца с ценой деления 10 мг для обычно применяемых объемов 50-200 см^3 лежит в интервале от ±10 до ±3%.

С учетом вышеуказанного максимальное значение погрешности составляет

$$\delta_{\max} = \pm\sqrt{0{,}15^2 + 0{,}1^2 + 0{,}1^2} = \pm 0{,}206 = \pm 21\% \ ,$$

, минимальное значение –

$$\delta_{\max} = \pm\sqrt{0{,}15^2 + 0{,}3^2 + 0{,}003^2} = \pm 0{,}150 = \pm 15\% \ .$$

Суммарная погрешность отдельного измерения выхода активных частиц δ_N имеет максимальное и минимальное значения соответственно ±30 и ±20%.

5.3 Регистрация результатов измерений и расчетов выхода активных частиц

В рабочем журнале (приложение Б) записывают: наименование исследуемого реагента,

название (тип) применяемого генератора аэрозоля и характеристики используемого режима его работы, дату, номер опыта, температуру тумана, массу переведенной в аэрозоль навески реагента, номер предметного стекла, объем пробы аэрозоля, визуальную оценку примерного числа ледяных кристаллов в пучке света. После обработки результатов в журнал записывают среднее число ледяных кристаллов в поле зрения микроскопа, общее расчетное число кристаллов в рабочем объеме камеры, массу введенного в камеру реагента (пиросостава) и выход активных частиц в расчете на единицу массы исследованного реагента (пиросостава).

6 Требования к квалификации операторов и техника безопасности

6.1 Измерения льдообразующей эффективности реагентов, согласно настоящим методическим указаниям, должны производиться специалистами со средним специальным и высшим образованием, прошедшими стажировку работы с установкой под руководством опытного специалиста.

6.2 Работа с установкой производится в соответствии с правилами [3].

6.3 Облачная камера и другие приборы, подключенные к сети переменного тока напряжением 220 В, должны быть заземлены.

6.4 Парогенератор, выполненный из стекла, должен иметь кожух, предотвращающий повреждение стекла и возможность разбрызгивания кипящей воды в рабочем помещении.

Приложение А
(справочное)

График температурной зависимости выхода активных частиц

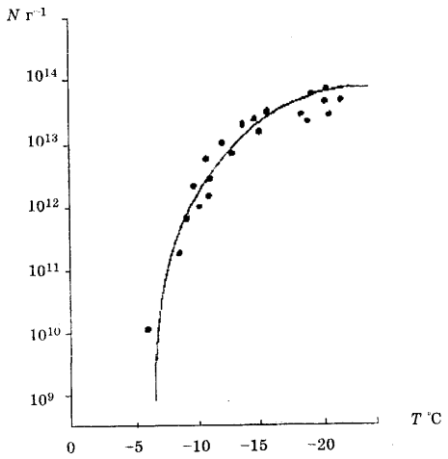


Рисунок А.1 - Пример температурной зависимости выхода активных частиц *N* от температуры *T* для одного из пиротехнических составов с йодистым серебром

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма рабочего журнала для записи результатов измерений и расчетов выхода активных частиц

Исследуемый реагент _____
Тип генератора аэрозоля, режим работы генератора _____
_____

Дата	Номер опыта	Температура тумана Т, °С	Масса навески реагента m, мг	Номер предметного стекла	Объем пробы аэрозоля v, $см^3$	Визуальная оценка количества кристаллов	Среднее число ледяных кристаллов в поле зрения микроскопа $\overline{n}$	Общее число кристаллов в объеме камеры $n_п = \overline{n}S/s$	Масса введенного в камеру реагента $m_в = \frac{mv}{V}$, мг	Выход активных частиц $N = \frac{n_п}{m_в}$, $г^{-1}$

Приложение В
(справочное)

Библиография

1 Плауде Н.О. Исследования льдообразующих свойств аэрозолей йодистого серебра и йодистого свинца // Тр. ЦАО. - 1967. - Вып. 80. - С. 24-40.

2 Исследование льдообразующей активности аэрозолей в лабораторных условиях: Отчет о НИР (заключит.) / Центральная аэрологическая обсерватория (ЦАО); Руководитель Н.О. Плауде. - № ГР 01.83.0060641; Инв. № 0284.0024462. - М., 1983. - 66 с.

3 Правила по технике безопасности при производстве гидрометеорологических работ. - Л.: Гидрометеоиздат, 1983. - 11 с.

Содержание

1 Область применения
2 Определения
3 Описание методики
3.1 Принцип определения эффективности льдообразующего реагента
3.2 Диапазон изменения определяемой величины
3.3 Погрешность методики
3.4 Производительность методики
3.5 Метеорологические условия в лабораторном помещении
4 Требования к оборудованию, средствам измерения и порядок выполнения измерений
4.1 Оборудование и средства измерений
4.2 Подготовка и выполнение измерений
5 Обработка результатов измерений и оценка показателей точности измерений. Форма представления результатов измерений
5.1 Расчет выхода активных частиц
5.2 Оценка погрешности результата измерения
5.3 Регистрация результатов измерений и расчетов выхода активных частиц
6 Требования к квалификации операторов и техника безопасности
Приложение А График температурной зависимости выхода активных частиц
Приложение Б Форма рабочего журнала для записи результатов измерений и расчетов выхода активных частиц.
Приложение В Библиография