



TAMPEREEN TEKNILLINEN YLIOPISTO
TAMPERE UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

HEIKKI ALHO
ELEKTROMETRIIN PERUSTUVAN HIUKKASKONSENTRAATIOMITTAUKSEN MITTAUSEPÄVARMUUDEN MÄÄRITTÄMINEN JA MITTAUSTARKKUUDEN PARANTAMINEN

Kandidaatintyö

Tarkastajat: Prof. Jorma Keskinen, TkT
Antti Rostedt

TIIVISTELMÄ

HEIKKI ALHO: Elektrometriin perustuvan hiukkaskonsentraatiomittauksen mittausepävarmuuden määrittäminen ja mittaustarkkuuden parantaminen

Tampereen teknillinen yliopisto

Kandidaatintyö, 17 sivua, 0 liitesivua

Joulukuu 2018

Teknis-luonnontieteellinen koulutusohjelma

Pääaine: Fysiikka

Tarkastajat: Prof. Jorma Keskinen, TkT Antti Rostedt

Avainsanat: hiukkaskonsentraatio, kohina, mittausepävarmuus

Työssä määritetään varattuihin hiukkasiin ja elektrometriin perustuvan hiukkaskonsentraatiomittauksen mittausepävarmuutta ja mittaussignaalin esiintyvän kohinan lähteitä. Työssä selvitetään myös käytännöllisintä mittaussykliä lukumäärää ja kestoa riittävän tarkkuuden saavuttamiseksi mahdollisimman lyhyessä mittausajassa.

Kohinalähteitä selvitettiin kytkemällä elektrometriin mittauksessa käytettäviä komponentteja yksi kerrallaan aloittaen pelkästä elektrometrin esivahvistimesta. Samalla tallennettiin elektrometrin mittaamaa virtaa ja tutkittiin siinä esiintyvää kohinaa.

Sopivaa mittaussykliä lukumäärää selvitettiin mittaamalla normaalia enemmän syklejä halutulla konsentraatiolla ja laskemalla miten useamman mittaussyklin huomioiminen tuloksessa paransi tuloksen tarkkuutta. Tämä tehtiin kuudella eri hiukkaskonsentraatiolla väliltä 1 500 - 60 000 #/cm³.

Tuloksena saatiin kohinan syntyvän suurimmaksi osaksi hiukkastuotannossa esiintyvistä vaihteluista. Muun mittalaitteiston erillisenä aiheuttama kohina oli noin kerta-luokkaa pienempi. Käytettyjen mittaussykliä lukumäärällä todettiin olevan melko vähän vaikutusta tuloksen tarkkuuteen ja nykyistä kymmenen mittaussykliä käytäntöä pienempääkin mittaussyksien määrää voitaneen pitää riittävänä useimmissa tapauksissa. Yhdessä syklistä virran mittaamiseen todettiin riittävän jo noin 40 sekunnin mittainen mittausjakso nyt käytetyn 60 sekunnin sijaan.

SISÄLTÖ

1. Johdanto	2
2. Laitteiston toimintaperiaate	3
2.1 Mitattavien hiukkasten tuottaminen	3
2.2 Varattujen hiukkasten kerääminen	4
2.3 Virran mittaaminen	4
3. Mittausjärjestely	6
3.1 Laitteiston yksittäisten komponenttien vaikutus mittausepä- tarkkuuteen	6
3.2 Mittaus eri konsentraatioilla käytössä olevalla mittaussyklillä	7
4. Tulokset ja havainnot	9
4.1 Mittalaitteiston kohinatasojen selvittäminen	9
4.2 Mittaussyklien lukumäärän ja keston vaikutus tarkkuuteen	11
5. Yhteenveto	15
Lähteet	16

LYHENTEET JA MERKINNÄT

DOS	Dioktyylisebakaatti
DMA	Differential Mobility Analyzer, Sähköinen liikkuvuusluokittelija
FCAE	Faraday Cup Aerosol Electrometer
SCAR	Single Charged Aerosol Reference
TTY	Tampereen Teknillinen Yliopisto
C	Lukumääräkonsentraatio
ΔI	Nollakohtavirheestä korjattu virta
e	Alkeisvaraus
η_{FCAE}	FCAE:n suodatustehokkuus
$I_{hiukkasilla}$	Hiukkasten indusoima virta suodattimeen
$I_{poikkeama}$	Elektrometrin nollakohdan poikkeama
$m_{\bar{x}}$	Keskiarvon keskivirhe
n	Lukumäärä; hiukkasten varaus (alkeisvarausta), toistokokeiden lukumäärä
Q	Tilavuusvirtaus suodattimen lävitse
τ	Havainnointiaika
$\sigma_y(\tau)$	Allan hajonta
$\sigma_y^2(\tau)$	Allan varianssi
x_i	i:n toistokokeen tulos
\bar{y}_n	n:s signaalilikeskiarvo
\bar{x}	Kaikkien tehtyjen toistokokeiden keskiarvo

1. JOHDANTO

Kiinnostus hiukkasten lukumäärän ja konsentraation mittaamiseen on kasvanut sitä mukaa kun tieto hiukkasten vaikutuksista on lisääntynyt. Nykytiedon mukaan hiukkasilla on esimerkiksi merkittäviä vaikutuksia ihmisten terveyteen (WHO 2013) ja ilmastonmuutokseen (IPCC 2013). Molempien julkaisujen mukaan näissä vaikutuksissa oleellista on erityisesti hiukkasten koko ja lukumäärä.

Hiukkaskonsentraation mittaamiseen on olemassa useita mittalaitteita, jotka perustuvat esimerkiksi hiukkasten havaitsemiseen optisesti tai laservalon avulla tai muilla tavoilla. Nämä laitteet vaativat kalibrointia antaakseen luotettavaa tietoa hiukkaskoon ja hiukkaskonsentraation vaihdellessa. Kalibrointilaitteista, joiden mittausepävarmuus voitaisiin määrittää SI-jäljitettävästi on pulaa erityisesti pienten hiukkaskokojen tapauksessa.

Työssä tutkitaan mittausjärjestelmää, jolla voidaan määrittää SI-jäljitettävästi ilmavirtauksessa olevien hiukkasten konsentraatio. Laitteisto perustuu hiukkasten varaukseen ja varattujen hiukkasten ohjaamiseen varauksen keräävään suodattimeen. Konsentraatio saadaan selville mittaamalla suodattimen lävitse kulkeva ilmamäärä sekä suodattimeen pysähtyneiden hiukkasten sisältämän varauksen purkautumisesta aiheutuva sähkövirta.

Työn tavoitteena on selvittää tutkittavan mittalaitteiston mittausepävarmuuden suuruutta ja eri komponenttien vaikutusta mittausepävarmuuteen. Lisäksi etsitään keinoja parantaa mittausjärjestelyä niin, että lopputuloksen mittausepävarmuus pienenee tai mittauksiin kuluva aika voitaisiin lyhentää.

Työssä käsitellään käytetyn mittauslaitteiston toimintaperiaate olennaisimmilta osiltaan. Tämän jälkeen kuvataan mittausjärjestelyt yksittäisten kohinalähteiden selvittämiseksi sekä sopivan mittaussykliä lukumäärän määrittämiseksi. Lopuksi lasjetaan kohinalähteiden suuruudet, signaalin keskiarvoistamiseen sopiva aika sekä mittaussykliä lukumäärän kasvattamisen vaikutus tulosten tarkkuuteen.

2. LAITTEISTON TOIMINTAPERIAATE

Mittauslaitteiston toiminta perustuu kolmeen kokonaisuuteen: halutun kokoisten yhdellä alkeisvarauksella varattujen hiukkasten tuottamiseen, hiukkasten sähkövarauksen keräämiseen tarkoitukseen soveltuvaan suodattimeen sekä suodattimen lävitse kulkevan ilmamäärän ja suodattimeen indusoituvan sähkövirran mittaamiseen.

2.1 Mitattavien hiukkasten tuottaminen

Laitteiston toiminnalle kriittistä on kyky tuottaa halutun kokoisia kerran varattuja hiukkasia. Hiukkaset voidaan varata esimerkiksi radioaktiivisen lähteen avulla. Hiukkasten koon kasvaessa kasvaa todennäköisyys hiukkasten useampikertaiselle varautumiselle (Wiedensohler 1988). Laitteiston toimintaperiaatteen vuoksi useampaan kertaan varatut hiukkaset havaitaan samoin kuin useampi yhteen kertaan varattu hiukkanen. Tämä aiheuttaa virhettä laitteiston mittaustuloksessa, joten se pitää eliminoida mahdollisimman hyvin.

Ratkaisuksi ongelmaan on Tampereen teknillisellä yliopistolla (TTY) kehitetty laiteisto (Yli-Ojanperä et al. 2010), jossa hiukkaset ensin varataan nanokokoisina (alle 12 nm). Varatuista hiukkasista voidaan valita halutulla tavalla varautuneet hiukkaset sähköiseen liikkuvuuteen perustuvalla laitteella (Differential Mobility Analyzer, DMA; Liu et al. 1975). Vasta tämän jälkeen hiukkaset kasvatetaan haluttuun kokoon tiivistämällä niiden pinnalle dioktyylisebakaattihöyryä (DOS). Laitteistoa kutsutaan nimellä SCAR (Single Charged Aerosol Reference). Tutkimuksissa on havaittu, että keskivirhe oletukselle yhdellä alkeisvarauksella varatuista hiukkasista on vain 0,16 % (Högström et al. 2011).

Mitattavien hiukkasten tarttuminen pinnoille on syytä huomioida mittausjärjestelyjä rakennettaessa. Tärkeää on käyttää laitteistossa putkia ja letkuja, joissa hiukkasten depositio on mahdollisimman pientä. Jos mitattavien hiukkasten koko on merkittävä tekijä mittauksissa, on myös syytä huomioida DOS-liuoksen haihtumisesta johtuva rajoite hiukkasten säilymiselle halutussa koossa (Rader et al. 1987). Merkittävintä tämä on hyvin pienillä hiukkaskoilla.

2.2 Varattujen hiukkasten kerääminen

SCAR-laitteistolla tuotetut hiukkaset ohjataan Faradayn häkkiin rakennettuun suodattimeen. Hiukkasten varaus aiheuttaa Faradayn häkin potentiaalisen muuttumisen. Häkin ympärille on vielä sijoitettu ulompi metallikuori, joka on huolellisesti eristetty varsinaisesta Faradayn häkistä, jottei varaus pääse purkautumaan suoraan ulompaan kuoreen. Ulkokuori on maadoitettu. Kun hyvin herkkä virtamittari kytketään Faradayn häkin ja ulomman kuoren väliin, voidaan mitata syntyvää virtaa, joka on suoraan verrannollinen suodattimeen päätyvien hiukkasten lukumäärään aikayksikössä (kun jokaisen hiukkasen varaus on vakio). Tällaisesta laitteistosta käytetään nimitystä FCAE (Faraday Cup Aerosol Electrometer) ja sitä on käytetty hiukkaslukumääräkonsentraation määrittämiseen esimerkiksi Japanissa (Sakurai ja Ehera 2011).

Lukumääräkonsentraatio suodattimessa voidaan laskea kaavalla

$$C = \frac{\Delta I}{Qne\eta_{FCAE}}, \quad (2.1)$$

missä ΔI on varattujen hiukkasten aiheuttama virta Faradayn häkin ja ulkokuoren välillä, Q tilavuusvirtaus suodattimen lävitse, n hiukkasten keskimääräinen varaus, e alkeisvaraus ja η_{FCAE} FCAE:n suodatustehokkuus. Jos virtausta suodattimen läpi säädetään suodattimen jälkeen asetetulla massavirtasäätimellä, kuten näissä mittauksissa, tulee todellisen suodattimeen saapuvan tilavuusvirran selvittämiseksi mitata paine ja lämpötila ennen suodatinta.

Tulosten tarkkuuden kannalta on äärimmäisen tärkeää, että mahdollisimman suuri osa hiukkasista jää Faradayn häkin sisällä olevaan suodattimeen eli suodattimen suodatustehokkuus on mahdollisimman korkea. Erityisesti on huomioitava, että mitattavat hiukkaset ohjataan Faradayn häkin sisään eikä niitä pääse häkin ja ulomman kuoren väliseen tilaan. Hyvin suunniteltu tuloliitäntä minimoi diffuusiosta aiheutuvat hävikit.

2.3 Virran mittaaminen

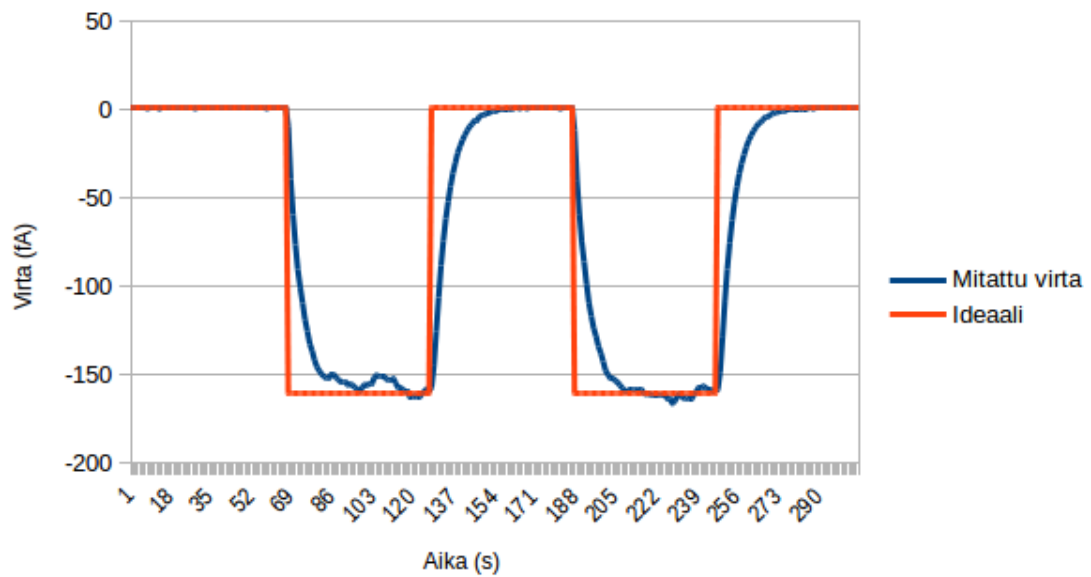
FCAE-suodattimeen indusoituva sähkövirta on hyvin pieni, femtoampeereja. Näin pienen virran mittaaminen vaatii erittäin herkän virtamittarin. Heikko virta on myös hyvin herkkä erilaisille häiriöille.

Yksi hyvin merkittävä virhelähde on mittarin nollakohdan offset-virhe. Vaikka vir-

tapiirissä ei kulkisi lainkaan virtaa, ei mittari välttämättä näytä nolaa. Tämä virhe voidaan ottaa huomioon mittaussuunnittelulla. Kun mitataan vuorotellen tilanteita, joista toisessa suodattimeen ohjataan normaali hiukkasvirtaus ja toisessa virtaus ilman hiukkasia, voidaan todellinen virta piirissä laskea kaavalla

$$\Delta I = I_{hiukkasilla} - \frac{I_{poikkeama\ ennen} + I_{poikkeama\ jälkeen}}{2}, \quad (2.2)$$

missä mitatulle virralle $I_{hiukkasilla}$ tehdään mittarin nollatason korjaus vähentämällä varsinaista mittausta edeltävän ja sen jälkeisen ilman hiukkasia tehdyn virtamittauksen keskiarvo.



Kuva 2.1 Kuva mittauksissa käytetystä mittaussyklistä. Mittauslaitteistolla kestää hetken reagoida tehtyihin muutoksiin, joten jokaisen muutoksen jälkeen tulee odottaa hetki ennen kuin saatua dataa voidaan hyödyntää.

Mittauksissa tulee myös ottaa huomioon virtauksen ja mittarien asettumiseen kuuluva aika säätöjen muuttamisen jälkeen. Tuloksia voidaan hyödyntää vasta, kun laitteisto on asettunut uuteen mittaustilanteeseen. Työssä käytetäänkin lähtökoh- tana kuvan 2.1. mukaista mittaussykliä, jossa nolaa ja hiukkasvirtausta mitataan vuorotellen minuutin pituisissa jaksoissa. Kunkin jakson arvo määritetään viimeisen puolen minuutin mittaustulosten keskiarvona.

3. MITTAUSJÄRJESTELY

Mittauksissa elektrometrin mittaamaa virtaa seurataan tarkoitusta varten tehdyllä tietokoneohjelmalla. Tietokoneohjelma voidaan asettaa tallentamaan mitatut virta-arvot halutulta ajanjaksolta. Mittauksissa hiukkasvirta tuotettiin SCAR-laitteistolla (Yli-Ojanperä et. al. 2010).

Ennen mittauksia tulee käytettävän elektrometrin olla päällä riittävän kauan, että se saa vakiinnutettua mittaamansa virran nollatason. Kokemuksen perusteella tämä aika on käytetylle mittarille noin puoli vuorokautta. Hiukkasia tuottavan laitteiston tulee lämmetä ennen kuin se on toimintavalmis. Tämä kestää noin kaksi tuntia.

Mittauslaboratorio on laboratoriokäytössä oleva normaali huonetila Tampereen teknillisellä yliopistolla. Tilaa ei ole millään tavoilla suojattu sähkömagneettisilta häiriöiltä ja tilassa on lukuisia tietokoneita, matkapuhelimia ja vastaavia laitteita, joiden aiheuttamat sähkömagneettiset kentät saattavat aiheuttaa häiriötä mittaussignaaliin. Laboratorion lämpötila myös muuttuu mittausten aikana hiukkasten tuottamiseen käytetyn laitteiston lämmittävän vaikutuksen vuoksi eikä esimerkiksi ilmanpainetta ole kontrolloitu. Koska tarkoituksena on määrittää normaaleissa mittauksissa vallitsevaa tarkkuutta ja selvittää sopivaa mittausaikaa normaaleissa laboratoriomittauksissa, ei laboratorioympäristöstä aiheutuvia häiriöitä kannata mittauksia varten eliminoida.

3.1 Laitteiston yksittäisten komponenttien vaikutus mittausepä-tarkkuuteen

Tässä mittauksessa pyritään erottamaan eri lähteiden vaikutus mittausjärjestelyssä esiintyvään kohinaan. Mittaus on toteutettu aloittamalla pelkän elektrometrin kohinasta ja lisäämällä siihen yksi kerrallaan normaalissa mittausjärjestelyssä käytettäviä komponentteja. Samalla tutkitaan mitatussa virrassa olevaa vaihtelua, kohinaa.

Mittaus aloitettiin tilanteesta, jossa elektrometriin oli kytketty esivahvistin. Esivahvistimen mittausnavat oli peitetty metallitulpalla. Tässä tilanteessa kohinalähteiden määrä on niin pieni kuin on mahdollista saavuttaa.

Seuraavaksi FCAE kytkettiin elektrometrin esivahvistimeen. FCAE:n kytkentä aiheutti virtapiikin elektrometriin. Heti havaittiin virtapiikin muuttaneen elektrometrin havaitsemaa nollakohtaa. Tämän johdosta mittauksissa jouduttiin pitämään taukoa, jotta nollakohdan asettuminen hiljalleen takaisin kohdalleen ei vääristäisi mitaustuloksia liiaksi. Kun elektrometrin mittaama nollakohta alkoi vakiintua, jatkettiin mittauksia. Ilmavirta suodattimen lävitse oli estetty.

Seuraavassa vaiheessa kytkettiin FCAE:n tuloletku ulkoisen hiukkassuodattimen lävitse. Poistoletku meni ilmamassamittarin lävitse laboratorion tyhjiöpumppuun. Tyhjiöpumppua ei kuitenkaan käynnistetty, joten ilmavirta FCAE:n läpi oli nolla.

Tämän jälkeen asetettiin tyhjiöpumppu päälle, jolloin ilma virtasi suodattimen lävitse kuppiin ja sieltä massavirtasäätimen lävitse poistoon. Näillä kahdella mittauksella tulisi todennäköisesti selville massavirtamittarin aiheuttama häiriö mittaussignaaleissa.

Viidennessä vaiheessa muovisuodatin poistettiin tulopuolelta ja tulopuoleen kytkettiin suoraan hiukkasia tuottava laitteisto. Laitteistoa kokeiltaessa oli hiukkasten kokojakaumaa vaikea selvittää DMA:lla. Lopulta päädyttiin johtopäätökseen, jonka mukaan hiukkasten kasvattamiseen käytetty aine oli loppunut joten laitteiston tuottama hiukkaskoko oli hiukkasuunin tuottamien hiukkasten koko eli halkaisija noin 10 nm. Tämä koko oli niin pieni, että sen erottaminen DMA:lla oli hyvin haastavaa. Lopulta päädyttiin kytkemään hiukkasvirtaus suoraan FCAE:n. Tässä vaiheessa hiukkastuotantoa ei kuitenkaan käynnistetty.

Viimeisenä tutkittiin vielä tilannetta, jossa normaali hiukkastuotantolaitteisto oli päällä ja kytketty suoraan FCAE:n. Poisto oli järjestetty kuten aiemmissa järjestyksissä. FCAE:n läpi oleva hiukkaskonsentraatio oli tuotantolaitteiston maksiteholla eli suunnilleen tasolla 80000-90000 hiukkasta/cm³. Edellä mainituista ongelmista johtuen hiukkasia ei voitu kasvattaa, joten hiukkasten halkaisija oli noin 10 nm.

Kaikkien mittausjaksojen pituus oli 1260 s.

3.2 Mittaus eri konsentraatioilla käytössä olevalla mittaussyklillä

Mittauksen tarkoituksena on määrittää mittauksissa olevan kohinan suuruutta erilaisilla hiukkasvirroilla. Näistä tiedoista voidaan määrittää, kuinka monta mittaussykliä tulisi mitata halutun tarkkuuden saavuttamiseksi.

Mittaus suoritettiin kuudella eri hiukkaskonsentraatioilla, jotka valittiin väliltä 1500-

60000 hiukkasta/cm³. Tämä vastaa suunnilleen pienintä ja suurinta mittauslaitteistolla saavutettavaa tasaisena säilyvää konsentraatiota. Jokaisella konsentraatiolla mitattiin 1860 s ajan minuutin mittaisilla jaksoilla, joissa vuorotellen joko oli haluttu hiukkasvirta tai ei hiukkasia lainkaan. Jälleen tutkittava hiukkaskoko rajoittui hiukkasuunin tuottamaan noin 10 nm halkaisijaan.

4. TULOKSET JA HAVAINNOT

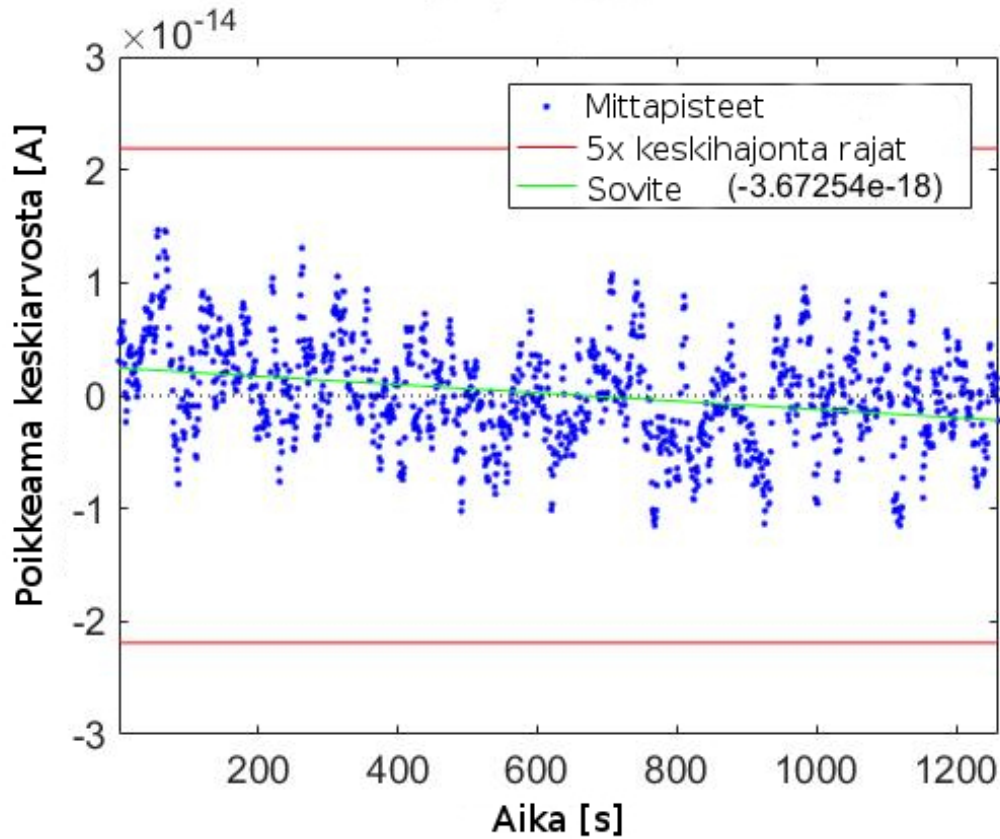
Mittauksista saadaan tuloksena kohinatasoja erilaisilla elektrometriin kytkettyjen laitteiden määrillä, joiden avulla voidaan selvittää mittalaitteiston suurimpia kohinan aiheuttajia. Lisäksi eri hiukkaskonsentraatioilla tehtyjen 15 mittaussykliä sisältäneiden mittausten avulla voidaan tutkia optimaalista mittaussyklien lukumäärää halutun tarkkuuden saavuttamiseksi.

4.1 Mittalaitteiston kohinatasojen selvittäminen

Mittauksista saatiin tuloksena ensimmäisessä vaiheessa mittausdataa kohinasta laitteiston jatkuvassa toiminnassa. Kuvassa 4.1 on mitatun virran poikkeama keskiarvosta, kun laitteiston läpi ajetaan noin $80\,000 \text{ \#/cm}^3$ hiukkaskonsentraatio. Tässä kuvassa siis kaikki kohinalähteet ovat mukana. Kuvasta näkyy hyvin virrassa oleva kohina. Vihreä viiva kuvaa tuloksissa olevaa trendiä, joka on tässä tapauksessa laskeva ja johtuu mittauksissa aiheutuneesta virtapiikistä, jonka johdosta virtamittarin nollakohta ei ole vielä täysin asettunut.

Mittausten ensimmäisenä vaiheena suoritetusta signaalin kohinalähteiden suuruutta selvittävästä mittauksesta saatiin taulukon 4.1 mukaiset tulokset. Kussakin mittausjärjestelyssä mitattu aika on jaettu 60 ja 30 sekunnin jaksoihin, joille on laskettu keskihajonnat ja lopuksi otettu jaksojen keskihajontojen keskiarvo. Tuloksissa alempana olevat rivit sisältävät ylempien rivien kohinalähteet. Tämän johdosta tulosten tulisi siis kasvaa aina alemmalle riville siirryttäessä. Erityisesti voidaan havaita, että mittausjakson pidentäminen ei pienennä keskihajontaa, vaan itse asiassa kasvattaa sitä hieman.

Taulukon ensimmäisellä rivillä on pelkän elektrometrin kohina. Tässä järjestelyssä elektrometrin esivahvistimen mittausnapa on peitetty metallitulpalla. Seuraavassa mittausvaiheessa esivahvistin on kytketty FCAE-suodattimeen kuten normaalisissa mittauskytkennässä. Kolmannessa vaiheessa FCAE-suodattimen tuloliitin on kytketty ulkoiseen suodattimeen ja poistoliitin massavirtasäätimen kautta tyhjiöpumppuun. Neljännessä vaiheessa on lisätty massavirtaus käynnistämällä laboratorion tyhjiöpumppu. Viidennessä vaiheessa ulkoinen suodatin on korvattu SCAR-



Kuva 4.1 Kuva virran mittaustuloksissa esiintyvistä hajonnasta kun mitataan tasaista hiukkasvirtaa. Kuvassa oleva vihreä viiva osoittaa virtamittarin nollakohdan liikkumisesta aiheutuvaa muutosta mittaustuloksissa

Taulukko 4.1 Mittaustulokset kohinalähteiden selvityksestä

Keskihajonnat (fA)	60 s keskiarvo	30 s keskiarvo
Pelkkä elektrometri	0,097	0,093
FCAE kiinni elektrometrissa	0,246	0,214
FCAE kiinni ulkoiseen suodattimeen	0,237	0,212
Massavirtaus FCAE:een ulkoisen suodattimen lävitse	0,201	0,183
Täysi mittalaitteisto, ei hiukkasvirtaa	0,200	0,192
Hiukkasia (n. 80 000 #/cm ³)	3,906	3,509

hiukkastuotantolaitteistolla, mutta hiukkastuotantoa ei ole käynnistetty. Viimeisessä vaiheessa laitteistolla tuotetaan niin suuri hiukkaskonsentraatio kuin mahdollista.

Mittaustulosten perusteella kohina koostuu pieneltä osalta elektrometrin sisäisestä kohinasta ja itse FCAE-suodattimen aiheuttamasta kohinasta. Merkittävin lähde ainakin isoilla konsentraatioilla näyttää kuitenkin olevan taulukon viimeisellä rivillä esitetty suodattimeen päätyvässä hiukkaskonsentraatiossa oleva vaihtelu. Ulkoisen suodattimen kytkeminen, massavirtauksen lisääminen tai edes hiukkastuotantolait-

teiston kytkeminen ei näytä lisäävän havaittua kohinaa.

Arvojen pieneneminen FCAE kytkemisen jälkeen kolmessa seuraavassa mittauksessa saattaa johtua virtamittarin nollakohdan asettumisesta paremmin kohdalleen mitausten edetessä ja johtuisi siis mitausten aikana tehdystä kytkentävirheestä ja sillä aiheutetusta virtapiikistä. Tämän johdosta kohina-arvot heti FCAE:n kytkemisen jälkeen ovat todennäköisesti hieman liian suuria. Täyttä varmuutta tästä ei voi kuitenkaan ilman uusintamittauksia saada. Massavirtauksen kytkemisen aiheuttama väheneminen kohinassa on selvästi suurempaa kuin muiden näistä vaiheista, joten sillä hyvin todennäköisesti on myös todellinen kohinaa pienentävä vaikutus.

Mittausaineistoa tarkemmin tutkittaessa näkyy mittauksen aikana syntyneitä yksittäisiä virtapiikkejä, jotka poikkeavat huomattavasti mitatun virran perustasosta. Ero on niin suuri, että ne nostavat joidenkin mittausjaksojen keskihajonnan huomattavasti muita jaksoja korkeammaksi. Varsinainen syy virtapiikeille ei mitausten aikana selvinnyt. Ne voivat johtua virtamittarin sisäisestä häiriöstä tai jostain ulkoisesta FCAE-suodattimeen virtapiikin aiheuttavasta tekijästä.

4.2 Mittaussykkien lukumäärän ja keston vaikutus tarkkuuteen

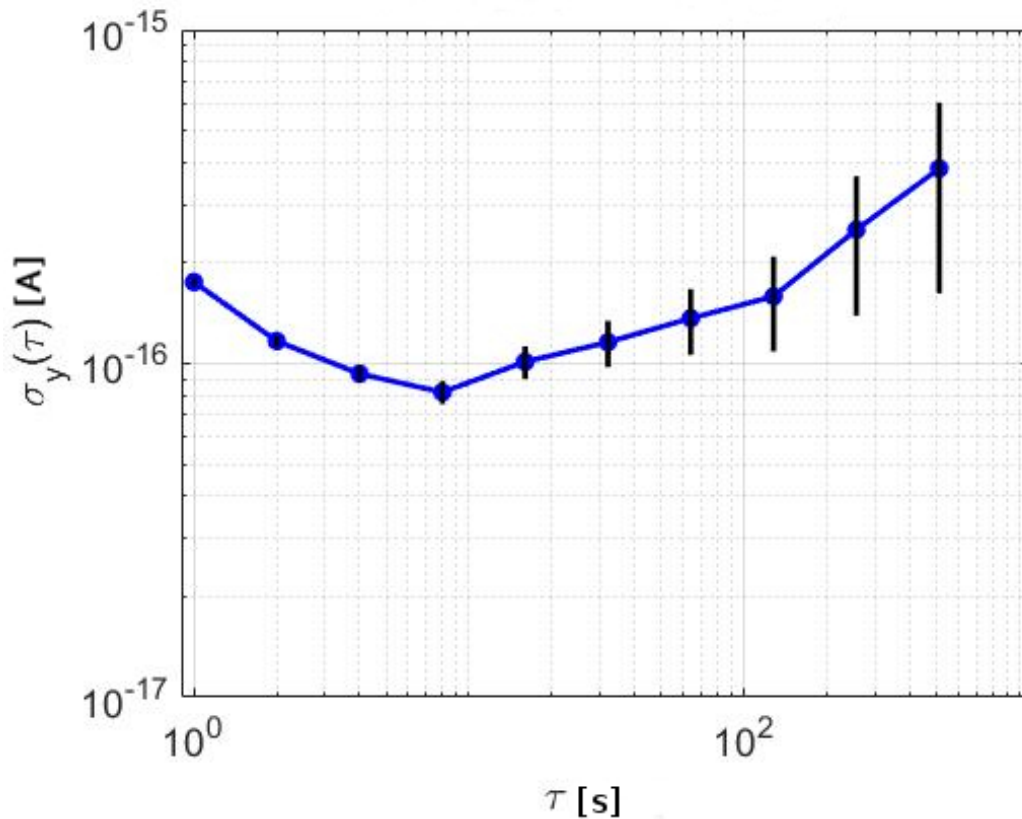
Mittaustuloksista havaittuun ilmiöön, ettei kohinan määrä pienene pidempää jaksoa mitattaessa voidaan pureutua Allan hajonnan kautta. Allan varianssi määritetään

$$\sigma_y^2(\tau) = \frac{1}{2}(\overline{y_{n+1}} - \overline{y_n})^2, \quad (4.1)$$

missä τ on havainnointiaika ja $\overline{y_n}$ on n:s signaalilikeskiarvo havainnointiajan mittaisissa jaksoissa. Allan hajonta saadaan Allan varianssin neliöjuurena, kuten tavallisen keskihajonnan ja varianssin tapauksessa:

$$\sigma_y(\tau) = \sqrt{\sigma_y^2(\tau)}. \quad (4.2)$$

Kuvasta 4.2 huomataan, että hajonta on pienimmillään noin 10 sekunnin mittaisissa jaksoissa, minkä jälkeen hajonta lähtee jälleen kasvuun. Tämä tarkoittaa, että tällä laitteistolla mittauksessa olisi tehokkainta ottaa virtalukema keskiarvoistamalla noin kymmenen sekunnin mittainen eli kymmenen mittauspistettä sisältävä jakso. On mahdollista, että mikäli virtamittarin offset-arvo olisi ollut vielä paremmin kohdallaan, tämä ajanjakso olisi hieman pidempi, mutta tuskin merkittävästi pidempi.



Kuva 4.2 Allan varianssi virtaus $80\,000 \text{ \#/cm}^3$

Jokaista mittauksessa tehtävää mittaussykliä voidaan pitää yhtenä toistokokeena, jonka perusteella saadaan arvo mitattavalle hiukkaskonsentraatiolle. Haluttaessa tarkempia tuloksia voidaan näitä toistokokeita eli tässä tapauksessa peräkkäisiä mittaussyklejä tehdä useampia ja antaa lopputuloksena näiden toistokokeiden keskiarvo. Rajat, joiden sisään seuraavan samansuuruisen havaintosarjan keskiarvo osuu, voidaan laskea keskiarvon keskivirheen avulla.

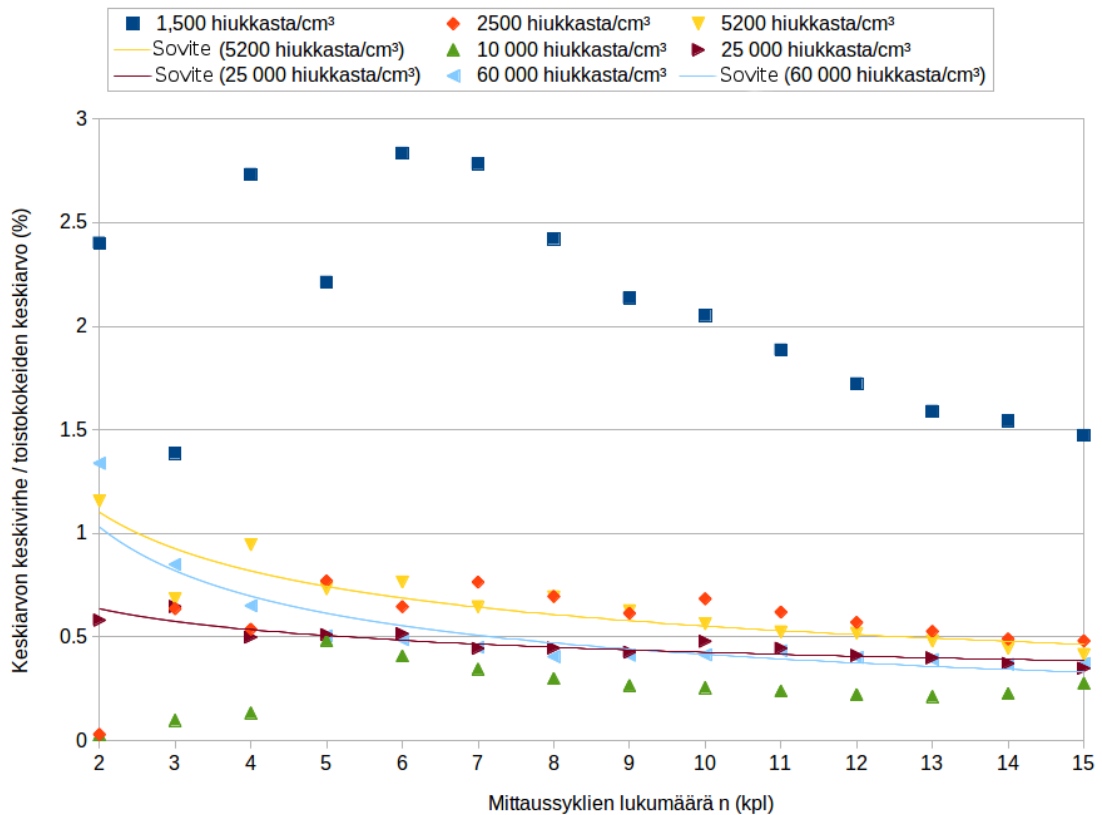
Keskiarvon keskivirhe $m_{\bar{x}}$ lasketaan kaavalla

$$m_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}, \quad (4.3)$$

missä x_i on i :n toistokokeen tulos, \bar{x} kaikkien tehtyjen toistokokeiden keskiarvo ja n toistokokeiden lukumäärä. Kaavaa tutkimalla huomataan, että jos sattumaa ei oteta huomioon, vaatii mittausten tarkkuuden kaksinkertaistaminen toistokoesarjaa laajentamalla nelinkertaisen toistokoe määrän suorittamista.

Kuvassa 4.3 on jaettu keskiarvon keskivirhe kyseisellä otosmäärällä saadulla tulok-

sella. Saatu prosenttilukema kuvaa sitä, kuinka monta prosenttia tuloksesta on sen vaihteluvälin suuruus, johon seuraavan samanmittaisen toistokoesarjan antama tulos osuu.



Kuva 4.3 Mittaustarkkuuden parantuminen mittausjaksojen lukumäärää lisäämällä. Pienimmällä konsentraatiolla epätarkkuus on selvästi isointa. Tuloksiin on sovitettu potenssisovite niillä konsentraatioilla, joilla on selvimmän havaittavissa odotuksenmukainen mitaustarkkuuden parantuminen.

Lukuun ottamatta pienintä käytettyä mittauskonsentraatiota, asettuu keskiarvon keskiarvo pääsääntöisesti alle prosenttiin mitatusta tuloksesta. Tämä sopii hyvin yhteen laitteistolle aiemmin lasketun 1,3 % epävarmuuden kanssa (Högström et al. 2011).

Kaavan 4.3 perusteella oletuksena on keskiarvon keskiarvo osuuden tuloksesta olevan kääntäen verrannollinen toistokokeiden lukumäärän neliöjuureen. Tämän oletuksen mukaan esimerkiksi kolmella toistokokeella saatu tulos olisi kaksi kertaa isompi kuin 12 toistokokeella saatu tulos.

Kuvaa tutkimalla yhteys ei todellisilla mittauksilla ole näin selvä. Erityisesti ensimmäisten toistokokeiden kohdalla esiintyy huomattavaa hajontaa, joka tasaantuu

lähemmäs odotusten mukaista käyttäytymistä toistomäärien lisääntyessä. Suuri hajonta juuri ensimmäisten mittausten kohdalla ei toisaalta ole yllättävää, sillä yksittäinen poikkeava mittaustulos vaikuttaa huomattavasti keskihajontaan ja keskiarvon keskivirheeseen toistomäärän ollessa pieni.

Mittaustuloksiin on sovitettu potenssisovite konsentraatioille $5\ 200\ \#/cm^3$, $25\ 000\ \#/cm^3$ ja $60\ 000\ \#/cm^3$. Näillä konsentraatioilla käyttäytyminen vastaa parhaiten odotuksia koko toistolukumääräalueella. Muiden konsentraatioiden voidaan havaita vastaavan oletuksia pätkittäin tai vain osalla alueesta. Yleisesti toistomäärän kasvattaminen parantaa tarkkuutta, mutta parannus jää monessa kohdassa pieneksi ja suuren toistomäärän suorittamista voikin pitää tarpeellisena lähinnä aivan parasta tarkkuutta tavoiteltaessa.

Pienimmällä mittauskonsentraatiolla suoritettu mittausta ansaitsee oman käsittelynsä, sillä se poikkeaa selvästi muista. Keskiarvon keskivirhe suhteessa saatuun tulokseen on huomattavasti suurempi verrattuna muihin mittauksiin. Voidaankin todeta mittauksen epätarkkuuden olevan jopa kolminkertainen muihin mittauksiin nähden.

Ilmeisin selitys tälle on juuri pieni hiukkaskonsentraatio ja sen vakaan ylläpitämisen vaikeus. Pienellä konsentraatiolla jää myös mitattava virta pieneksi ja on siten herkempi elektrometriin ja FCAE:n kytkentöihin liittyvälle kohinalle. Tämän mittauksen aikana konsentraatio ei pysynyt jatkuvasti vakaana vaan lähti kasvuun, mikä näkyi mitatun virran kasvamisena. Jos edellä esitetyt selitykset pitävät paikkansa, on konsentraation kasvu yksi syy tarkkuuden selkeälle paranemiselle suunnitteen kuudennesta mittaussykkistä eteenpäin. Mittaussarjan alussa esiintyvä hajonta on myös voimakasta, joka voisi sekin viitata erityisesti pieneen konsentraatioon liittyviin haasteisiin. Pienen konsentraation mittaaminen vaatiikin tämän perusteella erityishuomiota, jotta mittaustarkkuus pysyy halutuissa rajoissa.

5. YHTEENVETO

Mittauksissa saatiin selville laitteistossa esiintyvän kohinan eli mitatun virran arvoissa esiintyvän vaihtelun johtuvan pääasiassa varattujen hiukkasten konsentraatiossa olevasta vaihtelusta. Muun mittalaitteiston havaittiin aiheuttavan vain huomattavasti, noin yhtä kertaluokkaa, pienempää kohinaa.

Mittauksissa myös selvisi, että parhaan keskiarvoistuksen saamiseksi virrasta riittää noin kymmenen sekunnin mittainen mittausjakso. Kun huomioidaan virtamittarin asettumiseen kuluva aika hiukkasvirrassa tehtyjen muutosten jälkeen (noin 30 s), voidaan päätyä optimaaliseen mittausjaksoon, jossa puolen minuutin asettumisaajan jälkeen mitataan virtaa kymmenen sekuntia, jonka jälkeen voidaan tehdä uusi muutos.

Mittausjaksojen lukumäärän suhteen käytössä ollut kymmenen mittausjakson käytäntö vaikuttaa ylimitoitetulta, joskaan siitä ei ole haittaa kuin mittauksen pidemmän keston vuoksi. Jo viiden mittausjakson käyttäminen riittäisi merkittävimmän hyödyn saamiseksi. Lopulta kysymys on siitä, kuinka merkittävänä parasta mahdollista mittaustarkkuutta pidetään mittauksiin kuluvaan aikaan nähden. Erityistä huomiota tulee kiinnittää pienillä hiukkaskonsentraatioilla tehtyihin mittauksiin, joilla epätarkkuus vaikuttaa olevan huomattavasti suurempaa kuin isommilla konsentraatioilla. Näissä tapauksissa useamman mittausjakson käyttäminen saattaa auttaa riittävän tarkkuuden saavuttamiseen.

LÄHTEET

Högström, R., Yli-Ojanperä, J., Rostedt, A., Iisakka, I., Mäkelä, J.M., Heino-nen, M., Keskinen, J. (2011). Validating the Single Charged Aerosol Reference (SCAR) as a traceable particle number concentration standard for 10 to 500 nm aerosol particles. *Metrologia* 48, 426-436.

IPCC (The Intergovernmental Panel on Climate Change). (2013). Bouc-her, O., D. Randall, P. Artaxo, C. Bretherton, G. Feingold, P. Forster, V.-M. Kerminen, Y. Kondo, H. Liao, U. Lohmann, P. Rasch, S.K. Satheesh, S. Sherwood, B. Stevens and X.Y. Zhang: Clouds and Aerosols. In: Cli-mate Change 2013: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change [Stocker, T.F., D. Qin, G.-K. Plattner, M. Tignor, S.K. Allen, J. Boschung, A. Nauels, Y. Xia, V. Bex and P.M. Midgley (eds.)]. Cam-bridge University Press, Cambridge, United Kingdom and New York, NY, USA.

Liu, B. Y. H., Pui, D. Y. H., Hogan, A. W., and Rich, T. A. (1975). Calibration of the Pollak Counter with Monodisperse Aerosols. *J. Appl. Meteorol.*, 14:46-51.

Rader, D. J., McMurry, P. H. & Smith, S. (1987). Evaporation Rates of Monodisperse Organic Aerosols in the 0.02- to 0.2- μm -Diameter Range. *Aero-sol Sci. Technol.* 6, 247-260.

Sakurai, H ja Ehera, K. (2011). Evaluation of Uncertainties in Femtoam-pere Current Measurement for the Number Concentration Standard of Aerosol Nanoparticles. *Meas. Sci. Technol.*, 22:024009

WHO (World Health Organization). (2013). Health effects of par-ticulate matter: Policy implications for countries in eastern Eu-rope, Caucasus and central Asia. World Health Organization. http://www.euro.who.int/__data/assets/pdf_file/0006/189051/Health-effects-of-particulate-matter-final-Eng.pdf?ua=1 [Viitattu 5.12.2018]

Wiedensohler, A. (1988) An approximation of the bipolar charge distri-bution for particles in the submicron size range. *J. Aerosol Sci.* 19, 387-389.

Yli-Ojanperä, J., Mäkelä, J.M., Marjamäki, M., Rostedt, A., Keskinen,

J., (2010) Towards traceable particle number concentration standard: Single Charged Aerosol Reference (SCAR). *J. Aerosol Sci.* 41, 719-728.