

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1211—2008

激光粒度分析仪校准规范

Calibration Specification for

Static Light Scattering Particle Size Analyzers

2008—09—27 发布

2009—01—01 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

激光粒度分析仪校准规范

Calibration Specification for
Static Light Scattering Particle Size Analyzers

JJF 1211—2008

本规范经国家质量监督检验检疫总局于 2008 年 9 月 27 日批准，并自 2009 年 1 月 1 日起施行。

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

起草单位：中国计量科学研究院

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

张文阁（中国计量科学研究院）

刘俊杰（中国计量科学研究院）

参加起草人：

胡荣泽（北京钢铁研究总院）

黄晓光（河北省计量科学研究所）

目 录

| | | |
|------|---------------|-----|
| 1 | 范围 | (1) |
| 2 | 引用文献 | (1) |
| 3 | 术语和计量单位 | (1) |
| 4 | 概述 | (1) |
| 5 | 计量特性 | (1) |
| 5.1 | 仪器测量重复性 | (1) |
| 5.2 | 仪器测量相对误差 | (2) |
| 5.3 | 仪器分辨力 | (2) |
| 6 | 通用技术要求 | (2) |
| 6.1 | 外观检查 | (2) |
| 6.2 | 电源电压对仪器示值的影响 | (2) |
| 6.3 | 绝缘电阻 | (2) |
| 7 | 校准条件 | (2) |
| 7.1 | 环境条件 | (2) |
| 7.2 | 标准器及其他设备 | (2) |
| 8 | 校准项目和校准方法 | (3) |
| 8.1 | 外观检查 | (3) |
| 8.2 | 仪器测量重复性的校准 | (3) |
| 8.3 | 仪器测量相对误差的校准 | (4) |
| 8.4 | 仪器分辨力的校准 | (4) |
| 8.5 | 电源电压变化对仪器示值影响 | (4) |
| 8.6 | 绝缘电阻 | (4) |
| 9 | 校准结果表达 | (4) |
| 10 | 复校时间间隔 | (4) |
| 附录 A | 经过滤的蒸馏水的制备 | (5) |
| 附录 B | 校准记录内页格式 | (6) |
| 附录 C | 校准证书内页格式 | (8) |

激光粒度分析仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量分散于液体介质中固体颗粒粒径大小及分布的静态光散射原理的激光粒度分析仪(以下简称仪器)的校准。

2 引用文献

JJF 1001—1998《通用计量术语及定义》

GB/T 19077.1—2008《粒度分析 激光衍射法 第1部分：通则》

JJF 1071—2000《国家计量校准规范编写规则》

使用本规范时，应注意使用上述引用文献的现行有效版本。

3 术语和计量单位

重量(体积)分布中位直径 D_{50} [median diameter of weight (volume) distribution]：又称“中值径”或“累积中间值”，是指在颗粒重量(体积)累积分布曲线中累积值正好为 50% 时所对应的粒子直径，常用 D_{50} 表示。

4 概述

激光粒度分析仪主要由激光器、样品池、光电探测器、信号放大及 A/D 转换装置、用于仪器控制和颗粒粒径大小及分布计算的计算机组成，其结构如图 1 所示。

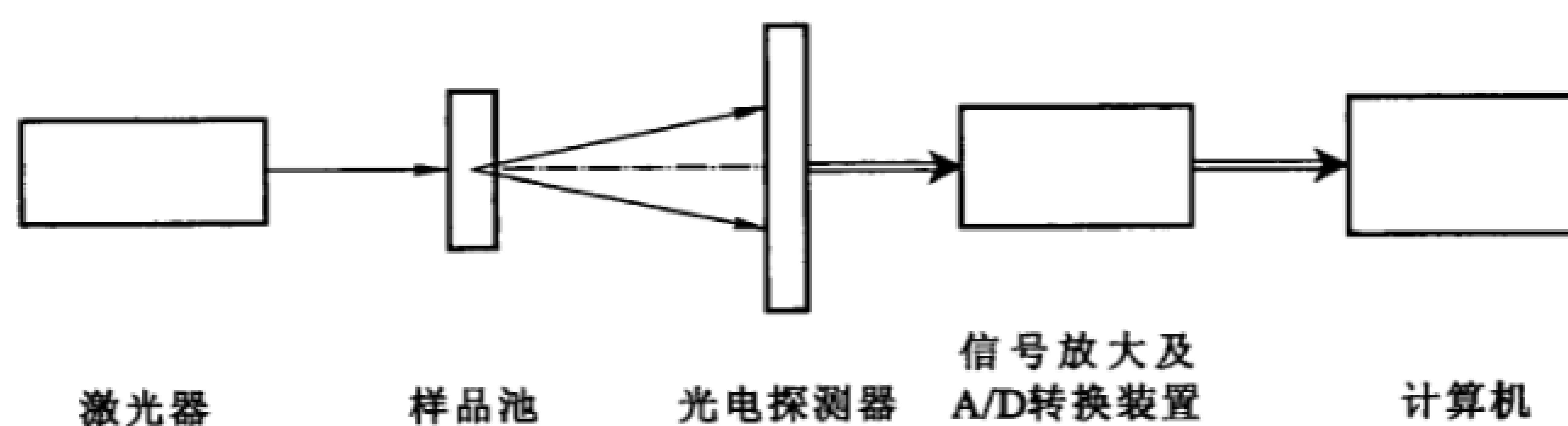


图 1 激光粒度分析仪原理图

其原理是：一个有代表性的颗粒样品以一定浓度分散在适当的液体介质中，光束（通常是激光）通过该介质，光遇到颗粒后以各种角度散射，由多元检测器测量这些散射光强度，并且记录散射图上相应的数值用于随后的分析。使用相应的光学模型和数学模型转化这些散射光数据，从而得出颗粒样品的粒径大小及分布。

5 计量特性

5.1 仪器测量重复性

对同一粒度标准物质的重量(体积)中位直径 D_{50} (以下简称 D_{50}) 重复测量时，仪器测量值的相对标准偏差不大于 3%。

5.2 仪器测量相对误差

对粒度标准物质的 D_{50} 测量时，仪器测量值与粒度标准物质的标准值间的相对误差不大于表 1 中的技术指标。

表 1 仪器测量相对误差的技术指标

| 仪器测量范围 | 技术指标 |
|--|------------|
| $1\ \mu\text{m} < D_{50} \leq 5\ \mu\text{m}$ | $\pm 15\%$ |
| $5\ \mu\text{m} < D_{50} \leq 20\ \mu\text{m}$ | $\pm 10\%$ |
| $D_{50} > 20\ \mu\text{m}$ | $\pm 8\%$ |

5.3 仪器分辨力：根据仪器在 $(1\sim 20)\ \mu\text{m}$ 测量范围内对两个单峰分布粒度标准物质的分辨能力，分为 A、B 两个等级，其中能分辨 5[#]、6[#] 两个粒度标准物质 D_{50} 的仪器定为 A 级，不能分辨的仪器定为 B 级。

注：以上各指标不用于合格性判别，仅供参考。

6 通用技术要求

6.1 外观检查

6.1.1 仪器各紧固件均应安装牢固，各调节旋钮、按键和开关均能正常工作，显示部分应清晰完整。

6.1.2 测量池壁（透光部分）内外表面光洁，无划痕；测量室内清洁，测量池形状规整。

6.2 电源电压对仪器示值的影响

使用 220V 交流电源的仪器，当电源电压在 $(220\pm 11)\text{V}$ 内变化时，仪器示值的变化不超过 $\pm 3\%$ 。

6.3 绝缘电阻

电源端子与仪器外壳之间的绝缘电阻不小于 $20\ \text{M}\Omega$ 。

7 校准条件

7.1 环境条件

7.1.1 环境温度 $(15\sim 30)\text{℃}$ ，湿度不大于 $80\%\text{RH}$ 。

7.1.2 供电电源： $(220\pm 11)\text{V}$ ，频率 $(50\pm 1)\text{Hz}$ 。

7.2 标准器及其他设备

7.2.1 粒度标准物质：应使用经政府计量行政部门批准的，粒径分布在仪器测量范围内的球形粒度有证标准物质。具体技术指标见表 2。

表 2 粒度标准物质技术指标要求

| 粒度标准物质编号 | 技术指标 | | |
|----------------|---|-------------|---------------------|
| | D_{50} 量值范围 | 标准物质不确定度 | 单峰分布粒度标准物质的粒径分布变异系数 |
| 1 [#] | $1\ \mu\text{m} < D_{50} \leq 5\ \mu\text{m}$ | 5%, $k=2$ | — |
| 2 [#] | $5\ \mu\text{m} < D_{50} \leq 20\ \mu\text{m}$ | 3%, $k=2$ | — |
| 3 [#] | $20\ \mu\text{m} < D_{50} \leq 100\ \mu\text{m}$ | 2.5%, $k=2$ | — |
| 4 [#] | $D_{50} > 100\ \mu\text{m}$ | 2.5%, $k=2$ | — |
| 5 [#] | $(5.0 \pm 0.5)\ \mu\text{m}$ | — | 不大于 3% |
| 6 [#] | $(15.0 \pm 0.5)\ \mu\text{m}$ | — | 不大于 5% |
| 备注 | 5 [#] 与 6 [#] 粒度标准物质的材质相同, 质量浓度已知 | | |

7.2.2 交流调谐变压器: (0~250)V。

7.2.3 数字电压表: (0~250)V, 2.5 级。

7.2.4 绝缘电阻表: 输出电压 500 V, 准确度等级 10 级。

7.2.5 经过滤的蒸馏水: 制备方法见附录 A。

7.2.6 移液管和容量瓶, A 级。

8 校准项目和校准方法

8.1 外观检查

采用目测方法, 按照 6.1 检查。

8.2 仪器测量重复性的校准

将仪器预热 30 min 左右, 按照仪器说明书把仪器调至样品测试状态。将 2[#] 粒度标准物质加入仪器测量池中进行测量, 测量该样品 8 次, 记录每次 D_{50} 测量值 D_i , 按式 (1) ~ (3) 计算测量平均值、标准偏差和相对标准偏差。

$$\bar{D} = \frac{\sum_{i=1}^n D_i}{n} \quad (1)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_i - \bar{D})^2}{n-1}} \quad (2)$$

$$s_R = \frac{s}{\bar{D}} \times 100\% \quad (3)$$

式中: D_i — 第 i 次测量值, μm ;

n — 测量次数;

\bar{D} — 测量平均值, μm ;

s — 单次测量标准偏差, μm ;

s_R ——测量的相对标准偏差， μm 。

8.3 仪器测量相对误差的校准

把仪器调至样品测试状态后，分别测量 1[#]、2[#]、3[#]、4[#] 粒度标准物质的 D_{50} ，每种样品独立测量 3 次并分别求其平均值，共获 4 个粒度测量平均值 \bar{D}_m 。按公式 (4) 分别计算仪器测量平均值与粒度标准物质标准值 D_s 间的相对误差 Δ_i 。

$$\Delta_i = \frac{\bar{D}_m - D_s}{D_s} \times 100\% \quad (4)$$

式中： D_s ——每种粒度标准物质 D_{50} 标准值， μm ；

\bar{D}_m ——每种粒度标准物质 D_{50} 的测量平均值， μm 。

8.4 仪器分辨力的校准

参照仪器使用说明书，把仪器调至样品测试状态，使用移液管移取适量的 5[#] 和 6[#] 粒度标准物质于容量瓶中。其中，5[#] 和 6[#] 粒度标准物质的移取量要根据其质量浓度而定，确保混合后样品中 5[#] 和 6[#] 粒度标准物质的质量浓度比为 1:2~2.5。将样品混合均匀后加入仪器中进行测量。若从仪器测量粒度分布曲线图中能够观察出 2 个独立不相连的峰形，则认为双峰已分开，判定仪器为 A 级。否则判定仪器为 B 级。

8.5 电源电压变化对仪器示值影响

将交流调谐变压器接在电源与仪器电源输入端之间，调节调谐变压器，并用数字电压表测量仪器输入电压为 220 V。接通仪器电源，把仪器调至样品测试状态后测量 2[#] 标准物质，记录 D_{50} ，调节输入电压至 231 V，记录仪器测量值 D_U ；再调节输入电压为 209 V，记录测量值 D_L 。按式 (5) 计算电压变化对仪器示值的影响。

$$\frac{D_U - D_{50}}{D_{50}} \times 100\% \text{ 和 } \frac{D_L - D_{50}}{D_{50}} \times 100\% \quad (5)$$

以式 (5) 两个计算值中绝对值最大的值作为仪器示值的变化量。

8.6 绝缘电阻

仪器处于非工作状态，开关置于接通位置，将绝缘电阻表的接线端分别接在仪器的交流输入端及机壳上，施加 500 V 直流试验电压，读取绝缘电阻表的示值。

9 校准结果表达

校准证书或校准报告上应记录全部校准结果及校准时环境条件。校准证书应给出校准结果及测量不确定度。现场校准应注明“现场校准”。

10 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过 1 年，根据实际使用情况，用户可自行确定仪器复校时间。

附录 A

经过滤的蒸馏水的制备

用孔径小于等于 $0.2\ \mu\text{m}$ 的微孔滤膜过滤蒸馏水（或电渗析水、离子交换水），需要反复过滤 2 次以上，所获的滤液即可作为分散液使用。

附录 B

校准记录内页格式

仪器名称:

仪器型号:

出厂编号:

设备编号:

仪器生产单位:

委托单位:

证书编号:

记录编号:

一、校准条件

温度: ℃

相对湿度: %

二、校准依据

JJF 1211—2008《激光粒度分析仪校准规范》。

三、校准结果

1. 外观检查:

2. 仪器测量重复性:

| 测量次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|----------------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 仪器测量值 $D_{50}/\mu\text{m}$ | | | | | | | | |
| 测量平均值 $/\mu\text{m}$ | | | | | | | | |
| 标准偏差 $/\mu\text{m}$ | | | | | | | | |
| 仪器测量重复性 | | | | | | | | |

3. 仪器测量相对误差:

| 粒度标准物质 | 1 [#] | | | 2 [#] | | | 3 [#] | | | 4 [#] | | |
|----------------------|----------------|--|--|----------------|--|--|----------------|--|--|----------------|--|--|
| 标准值 $/\mu\text{m}$ | | | | | | | | | | | | |
| 测量值 $/\mu\text{m}$ | | | | | | | | | | | | |
| 测量平均值 $/\mu\text{m}$ | | | | | | | | | | | | |
| 相对误差 Δ_i | | | | | | | | | | | | |

4. 仪器分辨力:

| | |
|-------------------|--|
| 配制方法 | |
| 能否观察到 2 个独立不相连的峰形 | |
| 仪器分辨力级别 | |

5. 电源电压对仪器示值的影响：

| | | | |
|-----------------------------|-----|-----|-----|
| 电压 V | 220 | 231 | 209 |
| D_{50} 测量值/ μm | | | |
| 电源电压对仪器示值的影响 | | | |

6. 安全性检查：

备注：

校准员：

核验员：

校准日期：

校准证书内页格式

| | |
|---|--|
| 证书编号 | |
| <p>一、校准条件</p> <p>二、校准结果</p> <p>三、备注</p> | |

中华人民共和国
国家计量技术规范
激光粒度分析仪校准规范
JJF 1211—2008
国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国计量出版社出版
北京和平里西街甲2号
邮政编码 100013
电话 (010)64275360
<http://www.zgjl.com.cn>
北京市迪鑫印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
版权所有 不得翻印

*

880 mm×1230 mm 16开本 印张0.75 字数12千字
2009年1月第1版 2009年1月第1次印刷
印数1—2 000
统一书号 155026—2388 定价: 20.00元