



中华人民共和国国家标准

GB/T 19077.1—2008/ISO 13320-1:1999
代替 GB/T 19077.1—2003

粒度分析 激光衍射法 第 1 部分：通则

Particle size analysis—Laser diffraction methods—
Part 1: General principles

(ISO 13320-1:1999, IDT)

2008-04-16 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语、定义和符号	1
4 原理	3
5 激光衍射仪	3
6 操作程序	5
6.1 需要的条件	5
6.2 样品的检验、制备、分散和浓度	5
6.3 测定	7
6.4 重复性	8
6.5 准确度	8
6.6 误差的来源和分析	9
6.7 分辨力和灵敏度	10
7 分析报告	10
附录 A (资料性附录) 激光衍射的理论基础	12
附录 B (资料性附录) 关于仪器说明书内容的建议	18
附录 C (资料性附录) 激光衍射方法用的分散液	20
附录 D (资料性附录) 各种液体和固体的折射率	21

前 言

GB/T 19077《粒度分析 激光衍射法》分为以下两个部分：

——第1部分：通则；

——第2部分：逆转程序的确认。

本部分为 GB/T 19077 的第1部分。

本部分等同采用 ISO 13320-1:1999《粒度分析 激光衍射法 第1部分：通则》(英文版)。

为便于使用，本部分做了下列编辑性修改：

——将“本国际标准”改为“本部分”；

——删除国际标准的前言；

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”。

本部分代替 GB/T 19077.1—2003《粒度分析 激光衍射法》。

本部分与 GB/T 19077.1—2003 相比主要变化如下：

——将 GB/T 19077.1—2003 修改采用 ISO 13320-1:1999，改为等同采用 ISO 13320-1:1999。

——修改了 GB/T 19077.1—2003 图 3 b)。

——对固体折射率表中增加了的内容，进行删减。

——删除引言中最后部分“有些设备测量下限可到 0.02 μm ”。

——修改了部分内容的表述方法。

本部分的附录 A~附录 D 均为资料性附录。

本部分由全国筛网筛分和颗粒分检方法标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：同济大学、中国地质科学院矿产资源研究所、上海市科技情报研究所、中机生产力促进中心、中科院化学研究所、上海理工大学等。

本部分主要起草人：张训彪、卢德生、廖宗廷、周剑雄、杨清、余方、刘芬、邓保庆、李戎等。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 19077.1—2003。

引 言

目前激光衍射法分析粒度,在许多不同的领域中得到了广泛的应用。这项技术的成功在于它能应用于各种类型的微粒体系,并且有性能可靠、自动化、多样化的商业仪器。然而,仪器的正确使用,结果的正确分析都需要小心谨慎。

因此,需要建立用激光衍射方法分析粒度的国际标准。其目的是提供一个适合于控制粒度分析质量的方法。

历史上,激光衍射技术开始于小角度散射。因此,它还有下列名称:

- 夫琅和费衍射;
- 近似正前方光的散射;
- 低角度激光散射;

如今该技术已扩展至高角度范围的散射,除了采用近似理论,如夫琅和费衍射和异常衍射外,还应用米氏理论。

激光衍射技术基于以下现象:颗粒在各个方向产生的散射光强度分布取决于颗粒的尺度。现有的仪器都假定颗粒是球形的。图 1 显示了单个颗粒散射图的特征,散射光的强度高、低交替变化,小颗粒形成的图形的半径,总是大于大颗粒形成的图形的半径。

在一定的条件下,颗粒群的散射图形等于各个颗粒散射图形的叠加,选择尺度范围并采用精确的叠加程序,使用光学模型计算出单位体积的颗粒的散射图形,根据与实测图形符合最好的图形计算出体积粒度的分布(参见附录 A)。

典型的激光衍射仪由光束(通常是激光)、颗粒分散器、测定散射光强度分布的探测器、控制器及计算粒度分布的计算机组成。

应该注意的是:激光衍射技术不能识别是单个颗粒的散射,还是原有颗粒凝聚成团的散射。通常得到的成团的粒度是颗粒团的粒度,但有时也能反映原有粒度的分布。多数样品中包含有凝聚成团的颗粒,我们关注的是原有颗粒的粒度分布,在测量前通常应将颗粒团分散成原有的颗粒。



图 1 两球形颗粒的散射图[产生图 a)的粒径是产生图 b)的粒径的 2 倍]

以前的仪器,通常只能使用小于 14° 的散射角,这样就限制了粒度小于 $1\ \mu\text{m}$ 的应用。其原因是:大的角度显现出的小颗粒散射的差异最明显(参见附录 A)。许多现代的仪器,可以测量到的最大的散射角,达到 150° 左右。例如:通过会聚束的应用;使用更多或更大的透镜;另加一个激光束或更多的探测器。这样,可以测定到大约为 $0.1\ \mu\text{m}$ 的小颗粒。一些仪器能综合不同波长和偏振条件下的散射强度,以及由此造成的强度差异,利用这些附加的信息,改进粒度的测定,能表征亚微米系列的粒度。

粒度分析 激光衍射法 第1部分:通则

1 范围

GB/T 19077.1的本部分规定了通过对光的角分布散射图的分析,测定两相颗粒体系的粒度分布。

本部分适用于测定粉体、喷雾、烟雾、气溶胶、乳液和液体中的气泡等。不对具体仪器测定粒度提出具体要求。

本部分适用的粒度范围从大约 $0.1 \mu\text{m} \sim 3 \text{ mm}$ 。

由于该技术采用的光学模型设定为球形颗粒,所以对非球形颗粒所获得的是等效球形颗粒的粒度分布。相关的粒度分布的结果,可能不同于用其他物理原理测定的结果(例如沉降法、筛分法)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19077 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 15445—1995 颗粒粒度分析结果的图形表征(ISO 9276-1:1990, neq)

3 术语、定义和符号

下列术语、定义和符号适用于本部分。

3.1 术语和定义

3.1.1

吸收 absorption

光束从介质中通过,能量转变至使强度减小的现象。

3.1.2

变异系数 coefficient of variation

标准偏差除以平均值,乘以 100%。相当于相对标准偏差(对于正态分布,中位值等于平均值)。

3.1.3

复数折射率 complex refractive index

N_p

由真实的和虚设的(吸收的)两部分组成的颗粒折射率, $N_p = n_p - ik_p$ 。

3.1.4

相对折射率 relative refractive index

m

颗粒的复数折射率与介质折射率的比值。 $m = N_p / n_m$

3.1.5

衍射图解析法 deconvolution

根据散射图的测定值推论颗粒群粒度分布的数学程序。

3.1.6

衍射 diffraction

光线稍微偏离直线传播而绕过颗粒投影边界的现象。

3.1.7

消光 extinction

光束从介质中通过被吸收和散射而衰减的现象。