



中华人民共和国国家标准

GB/T 19627—2005/ISO 13321:1996

粒度分析 光子相关光谱法

Particle size analysis—Photon correlation spectroscopy

(ISO 13321:1996, IDT)

2005-01-13 发布

2005-08-01 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 术语和定义	1
3 符号与缩略语	1
4 原理	1
5 测量仪器和设备	2
6 预备程序	2
7 测量程序	3
8 校准和验证	4
9 重复性	4
10 测试报告	4
附录 A(规范性附录) 颗粒平均粒径及多分散指数的计算	6
附录 B(资料性附录) 推荐的测试报告格式	8
附录 C(资料性附录) 理论背景	11
附录 D(资料性附录) 典型的 PCS 仪器及推荐的技术规格	14
附录 E(资料性附录) 样品制备	16
参考文献	21

前　　言

本标准等同采用 ISO 13321:1996(E)《粒度分析 光子相关光谱法》(英文版)。

本标准与 ISO 13321:1996(E)相比主要变化如下：

- 用“本标准”代替“本国际标准”；
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“，”；
- 重新编排页码；
- 重新编号注释；
- 删除国际标准中有关 ISO 的前言部分；
- 增加有关标准编制说明的前言部分；
- 对 7.7 中有关标准偏差计算公式的印刷错误作如下更正：

$$\text{原文为: } s_{N-1} = \frac{1}{N-1} \sqrt{\sum_{i=1}^N (x_i - \langle x \rangle)^2}, \text{ 现更正为: } s_{N-1} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \langle x \rangle)^2}{N-1}}$$

本标准的附录 A 为规范性附录；附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 是资料性附录。

本标准由全国筛网筛分和颗粒分检方法标准化技术委员会提出。

本标准由全国筛网筛分和颗粒分检方法标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：上海市计量测试技术研究院、机械科学研究院。

本标准主要起草人：吴立敏、王晓艳、盛克平。

引　　言

目前,光子相关光谱法(PCS)是测量亚微米级颗粒粒度的一种常规方法。此项技术的成功应用主要是基于这些事实:可以在几分钟内统计出平均粒径;并且使用方便的商品化仪器亦已推出。尽管如此,仪器的正确使用和测量结果的解释仍需谨慎。因此,需要建立一个光子相关光谱法测定粒度的标准,提供一套方法,使实验室间在测量准确度和再现性上,能有良好的一致性。

虽然 PCS 可以测定粒度分布,但是本标准仅限于有关粒度分布描述的两个参数:平均粒径和多分散指数,这两个参数可用累积分析法获得(见附录 A)。这不排除在粒度分布测量中获得的更多的关于粒度分布的详细信息。就目前的技术水平,因粒度全分布的计算方法的重现性和可靠性不够好,而未编入标准中去;此外,本标准不排除在特殊应用中进行可以接受的粒度分布的测定。

本标准推荐使用真空中波长为 632.8 nm 的 He-Ne 激光光源、在 90°的单一角度散射时作测量。由于其他波长的固态激光光源有可能用于未来的仪器中,本标准也推荐使用这些仪器;虽然本标准给出的测量程序仅限于在单一角度下的测量,但是也包括在其他散射角进行的测量或用同一台仪器在不同散射角同时测量获得的一些附加测量结果和有价值的附加信息。

本标准在测试过程中使用各向同性的球状颗粒。非球状和/或各向异性的颗粒也可用此方法测量,它们的粒径以等效球直径来表示。

粒度分析 光子相关光谱法

1 范围

本标准规定了利用光子相关光谱法(PCS)测量分散于液体中的颗粒的平均粒径和粒径分布宽度的方法。

本标准适用颗粒粒径范围从几个纳米至大约1微米或至颗粒开始沉降时的粒径。在数据分析过程中(见附录A和参见附录C),假设颗粒都是各向同性的和球形的。

注:本方法也称为准弹性光散射(QELS)和动态光散射(DLS)。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

平均粒径 x_{PCS} average particle diameter

调谐强度—平均粒径,由附录C中等式(C.10)确定。

单位:nm (10^{-9} m)。

2.2

多分散指数 PI polydispersity index

粒径分布宽度的量度,由附录C中等式(C.9)确定。

无量纲。

2.3

散射体积 V scattering volume

入射激光光束中被光收集器或检测器接收到的部分。

典型的数量级是: 10^{-6} cm^3 。

3 符号与缩略语

B ——强度自相关函数的截距值[参见附录C的等式(C.6)];

B_{\max} ——对于给定的光学检测系统的截距 B 的最大值;

c ——颗粒物质的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$G_2(\tau)$ ——强度自相关函数;

n ——分散介质的折射率;

N_V ——在散射体积 V 中的颗粒的个数;

η ——分散介质的黏度,单位为毫帕秒(mPa · s);

Γ ——衰减率;

λ_0 ——真空中激光的波长(氦氖激光的波长为632.8 nm),单位为纳米(nm);

ϕ ——颗粒体积分数;

ρ ——颗粒密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

θ ——散射角,单位为度(°);

μ_2 ——二阶累积量。

4 原理

样品颗粒以适当的浓度分散于液体介质中,一单色相干的激光光束照射到此悬浮液,被颗粒散射的