



中华人民共和国国家标准

GB/T 42342.2—2023/ISO 13318-2:2007

粒度分布 液相离心沉降法 第2部分：光电离心法

Determination of particle size distribution—Centrifugal liquid
sedimentation methods—Part 2: Photocentrifuge method

(ISO 13318-2:2007, Determination of particle size distribution
by centrifugal liquid sedimentation methods—Part 2: Photocentrifuge method, IDT)

2023-03-17 发布

2023-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
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	2
5 仪器	2
5.1 转盘光电离心装置	2
5.2 比色皿光电离心装置	2
5.3 附属设备	2
6 取样	4
7 测试准备	4
7.1 样品准备	4
7.2 温度	5
7.3 样品分散方式	5
8 测试过程	5
8.1 平铺法	5
8.2 均相法	6
9 重复验证测试	6
9.1 平行样测试	6
9.2 验证	6
10 计算结果	6
10.1 概述	6
10.2 粒径计算	6
10.3 累计质量分数计算	6
11 结果报告	7
附录 A(资料性) 样例	9
附录 B(资料性) 二氧化钛消光图	13
附录 C(资料性) 径向稀释的影响	14
参考文献	15

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 42342《粒度分布 液相离心沉降法》的第 2 部分。GB/T 42342 已经发布了以下部分：

——第 2 部分：光电离心法。

本文件等同采用 ISO 13318-2:2007《液态离心沉降法测定颗粒粒径分布 第 2 部分：光电离心法》。

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

——为与现有标准协调，将标准名称改为《粒度分布 液相离心沉降法 第 2 部分：光电离心法》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国颗粒表征与分检及筛网标准化技术委员会(SAC/TC 168)提出并归口。

本文件起草单位：罗姆(江苏)仪器有限公司、中机生产力促进中心有限公司、安徽鼎恒实业集团有限公司、中国计量大学、长兴旭日粉体科技股份有限公司。

本文件主要起草人：邓世宁、侯长革、王蓉蓉、朱培武、王俊。

引 言

离心沉降法进行粒度分析已经有几十年历史,广泛应用于各种学术研究和工业应用,并已发布了许多国家标准和国际标准。

尽管过去 20 年发展了多种颗粒表征新技术,但由于技术的进步(例如多波长特征)以及沉降技术是基于重力或离心场中定向运动(迁移)进行颗粒表征最本初的方法,沉降法在某种程度上重新焕发活力。随着计算机技术进步,可以用沉降法测定分析纳米颗粒(例如蛋白质聚集体、量子点)的沉降和扩散通量,而且一次实验可以表征颗粒二维属性。一些测量技术还提供了量化总体颗粒浓度和部分颗粒浓度的可能。

离心沉降技术与重力沉降技术类似,通过对浓度相关信号随时间和/或沿离心场径向坐标变化的推导,测得颗粒沉降速度或速度分布。相应的计算不需要必要的先决条件(例如斯托克斯定律的有效性)、对颗粒性质(例如形状、折射率或密度)和液体的假设,以及沉降系数(沉降速度与离心加速度的比)。沉降速度和沉降系数这两个参数的分布构成分析离心的主要结果,可以计算粒度分布。

作为一种分级技术,沉降分析有助于区分具有接近沉降速度的不同颗粒及其相应的等效斯托克斯直径。可以非常精细地分辨粒度分布,这与光谱集成技术相比是一个优势。此外,如果颗粒的扩散通量按沉降通量的顺序排列,一些离心技术有助于对颗粒系统进行多维表征,即同时确定多个分布量(例如颗粒大小和密度或形状因子)。

GB/T 42342《粒度分布 液相离心沉降法》是通过离心沉降法加速颗粒在液体中迁移来确定颗粒材料的沉降速度、沉降系数和粒度分布的方法。运动方向取决于分散相和连续(液体)相之间的密度差(也称为密度对比)。

GB/T 42342 主要测量颗粒速度分布,根据离心场沉降理论转换为粒度分布。GB/T 42342 描述的测量技术适用于液体分散体,如悬浮液和乳液。可测量的粒径范围取决于材料特性,对于水性样品,通常从几纳米到 100 μm 不等,而迁移速度可以量化为 10 nm/s ~1 mm/s 。针对低颗粒浓度进行沉降分析,允许的浓度范围取决于测量技术和分析理论,通常体积分数不高于 0.5%。

GB/T 42342 拟由三个部分构成。

- 第 1 部分:通则和指南。目的在于给出有关分散体系及颗粒的术语和定义,粒度检测的技术方法以及检测数据的分析处理方法;描述纳米颗粒的沉降和扩散的叠加,通过离心沉降技术确定颗粒浓度的可能性;给出在颗粒的扩散通量与沉降通量的量级相同时,一些技术通过一次沉降实验可以获得颗粒大小和密度或颗粒形状参数的多维信息。
- 第 2 部分:光电离心法。目的在于用液相离心沉积法测定颗粒粒度分布。样品悬浮液放置在光电离心机的比色皿或圆盘中,通过监测已知半径处的光信号变化确定样品浓度。一些系统允许在重力模式下测量大颗粒端的分布,在离心模式下测量小颗粒端的分布。由于几何光学定律的不适用性,在粒径接近光波长时,使用光来确定粒径分布需要应用校准因子。
- 第 3 部分:X 射线离心法。目的在于给出用 X 射线在液相离心沉降法测定均质颗粒材料粒度分布的方法。颗粒浓度由 X 射线束的衰减测定,产生的信号转换为粒度分布。

GB/T 42342 的第 1 部分给出了离心沉降法的基本原理和指南,第 2 部分和第 3 部分分别给出了两种不同测定方法。

粒度分布 液相离心沉降法

第 2 部分:光电离心法

警告:本文件可能涉及危险材料、操作和设备。本文件并不旨在解决与使用相关的所有安全问题。用户在应用本文件前,有责任建立适当的安全和健康措施,还要确认是否受监管限制。

1 范围

本文件描述了用液相离心沉降法测定颗粒粒度分布的方法。固体浓度由光束的透光测定,由此产生的信号可以转换成粒度分布。

本文件适用于典型颗粒粒径范围为 $0.1\ \mu\text{m}\sim 0.5\ \mu\text{m}$,密度高于液体密度,所有颗粒都具有相同密度和可比形状且在悬浮液中不发生化学或物理变化,可分散在液体中的粉体、浆体里的粉体和一些乳液的颗粒粒度分布测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 13318-1 液态离心沉降法测定颗粒粒径分布 第 1 部分:通则和指南(Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods—Part 1: General principles and guidelines)

ISO 14887 样品制备 粉末在液体中的分散方法(Sample preparation—Dispersing procedures for powders in liquids)

注:GB/T 20099—2006 样品制备 粉末在液体中的分散方法(ISO 14887:2000, IDT)

3 术语、定义和符号

ISO 13318-1 界定的术语、定义和符号以及下列符号适用于本文件。

D	光学密度
E_i	直径为 x_i 的颗粒消光系数
F (表面)	以表面为基准的下累积粒径频度
G	取决于系统的几何形状、光束尺寸和颗粒形状的常数
l	在沉降开始后的 t 时,入射光束的透光率
l_0	无颗粒存在时,入射光束的透光率
M	从旋转轴到测量区域的距离(mm)
n_i	在光束流中直径为 x_i 的颗粒数量
R	从旋转轴线到离心机壁的距离,即内圆半径(mm)
S	从旋转轴到样品液/气界面的距离(mm)
x_0	光束中最小颗粒的直径(μm)
x_{St}	光束中最大颗粒的直径,如斯托克斯直径(μm)