



中华人民共和国国家标准

GB/T 19077.1—2003

粒度分析 激光衍射法

Particle size analysis—Laser diffraction method

(ISO 13320-1:1999, Particle size analysis—Laser diffraction methods—
Part 1: General principles, MOD)

2003-04-15 发布

2003-09-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

目 次

前言	I
ISO 前言	II
引言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 定义和符号	1
4 原理	3
5 激光衍射装置	3
6 操作步骤	5
7 结果记录	11
附录 A (资料性附录) 激光衍射法的理论背景	13
附录 B (资料性附录) 仪器规格介绍	19
附录 C (资料性附录) 激光衍射法用分散液体	21
附录 D (资料性附录) 各种液体和固体的折射率	22

前 言

本部分修改采用 ISO 13320-1:1999《粒度分析 激光衍射法 第1部分:总则》。

本部分与 ISO 13320-1:1999 的主要差异是作了编辑性修改。

本部分的附录 A 至附录 D 是资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:中南大学粉末冶金研究所。

本部分主要起草人:廖寄乔、王 华、陈 亮、张宪铭。

ISO 前言

国际标准化组织(ISO)是各国家标准化团体(ISO 成员团体)的一个世界范围的联盟。国际标准的制定工作通常是通过 ISO 的技术委员会进行的,对某个已成立了技术委员会的专业领域感兴趣的成员团体都有权参加该委员会。与 ISO 有联络的官方和非官方的国际组织也参与这项工作。ISO 在有关电工技术标准化方面与国际电工委员会(IEC)紧密合作。

本国际标准是根据 ISO/IEC 导则第 3 部分所作的规定起草的。

委员会所采纳的国际标准草案需分发给各成员团体投票表决,作为国际标准发布时要求至少 75% 的成员团体投票批准。

国际标准 ISO 13320-1 是由技术委员会 ISO/TC 24/ SC 4(筛子,筛分和其他粒度测试方法)制定的。本国际标准所涉及的方法为非筛分法。

ISO 13320 在总标题“粒度分析——激光衍射法”下包括以下部分:

——第 1 部分:基本原理

——第 2 部分:转换过程的有效性

附录 A 至 D 为资料性附录。

引 言

现在,利用激光衍射技术的粒度测量方法在许多不同领域得到广泛应用。这项技术的成功基于这样的事实:它能应用于各种颗粒系统中且速度快、能自动化操作,可使用许多商用设备。但是,设备的正确使用、结果的正确分析都需小心谨慎。

因而,有必要针对运用激光衍射技术分析颗粒粒度制定一个标准,其目的是为粒度分析在质量控制方面提供方法。

最初,激光衍射技术开始于小角散射,因此,这一技术还有如下名称:

- 夫琅和费(Fraunhofer)衍射法;
- (近似的)正向光线散射法;
- 小角度激光散射法(LALLS)。

但是,这一技术范围已扩大,包括更大角度范围内的光散射,除了采用近似理论如夫琅和费衍射和不规则衍射外,还应用米氏(Mie)理论。

激光衍射技术基于以下现象:粒子在各个方向产生散射光而形成的光强度图取决于粒子大小。现有设备假定粒子的形状是球形的。图 1 显示了单个粒子散射谱的特征:高低强度交替变化,进而显示小颗粒散射角度比大颗粒的宽。



图 1 两种球形粒子的散射图(a 颗粒粒径为 b 颗粒的 2 倍)

在一定限度内,系列粒子的散射图形等同于各个粒子散射图形的叠加。通过运用数学叠合法程序使用光学模型计算单位体积颗粒在所选粒度区间的散射图,就可计算出颗粒的体积粒度分布。这一散射图形最接近于所测出的图形(也可参见附录 A)。

典型的激光衍射装置包括:光源(通常为激光)、颗粒分散装置、测量散射谱的探测器和一台用于控制设备和计算颗粒粒度分布的计算机。需要注意的是,激光衍射技术不能分辨单颗粒和由单颗粒聚集成的团粒这两者产生的散射。通常,团粒的最终颗粒粒度与堆集尺寸有关,但有时颗粒粒度分布也能反映出单个颗粒的粒度。由于大多数颗粒样品中含有团粒或凝聚,而人们通常感兴趣的是原始颗粒的粒度分布。因此常在测量前将试样分散成原始颗粒。

以前,设备只能用于角度小于 14° 的散射,这就不能应用于测量尺寸约为 $1\ \mu\text{m}$ 的小颗粒。受到这样限制的原因是:颗粒越小,在大角度的散射越明显(从附录 A 也可看出这一点)。现在许多设备能在更大的散射角进行测量,有的可达到 150° ,这主要是通过应用如更短波长光源、更多更大的透镜和使用两束激光或更大面积及适当数量的探测器。因此,测量下限可到 $0.1\ \mu\text{m}$,有些设备测量下限可到 $0.02\ \mu\text{m}$ 。

粒度分析 激光衍射法

1 范围

本部分通过分析颗粒的角度光散射图,对测量任意双相系的颗粒粒度分布提供指导,这些双相系包括:粉末体、水雾、烟雾剂、悬浮液、乳状液以及液体中的气泡等。本标准不针对特定产品的粒度大小测量提出具体要求,可用于测量粒度范围在 $0.1\ \mu\text{m}\sim 3\ \text{mm}$ 的颗粒。

对于非球形颗粒,由于这一技术假定其光学模型中的颗粒为球形,因此可以获得等效球形粒度分布。这一粒度分布结果可能与基于其他物理原理的测量方法所得结果有所不同(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本部分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。

ISO 9276-1:1990 粒度分析结果的表示 第1部分:图示法

3 定义和符号

以下的定义和符号适用于本标准。

3.1 定义

3.1.1

吸收 absorption

光束在媒介中传播时,由于能量转换而导致的光束强度消减。

3.1.2

变异系数 coefficient of variation

相对测量精度(%):标准偏差除以总体平均值乘以 100(对于标准正态分布,中位值等于平均值)。

3.1.3

复合折射率 N_p complex refractive index

一个颗粒的折射率,由实部和虚(吸收)部组成:

$$N_p = n_p - ik_p$$

3.1.4

相对折射率 m relative refractive index

颗粒复合折射率与介质折射率之比:

$$m = N_p/n_m$$

3.1.5

重叠合法 deconvolution

通过测量散射图而得出全部颗粒粒度分布的数学程序。

3.1.6

衍射 diffraction

光在传播时碰到颗粒阻碍而偏离直线,绕着颗粒轮廓传播,超出其几何阴影区的物理现象。

3.1.7

消光 extinction