



中华人民共和国国家标准

GB/T 29022—2021/ISO 22412:2017

代替 GB/T 29022—2012

粒度分析 动态光散射法(DLS)

Particle size analysis—Dynamic light scattering (DLS)

(ISO 22412:2017, IDT)

2021-12-31 发布

2022-07-01 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 术语和定义	1
4 符号	3
5 原理	3
6 测量装置	4
6.1 激光器	4
6.2 光学系统	4
6.3 样品池	5
6.4 光电检测器	5
6.5 信号处理单元	5
6.6 计算单元	5
6.7 仪器安置	5
7 样品的制备	6
7.1 通则	6
7.2 浓度极限	6
7.3 浓度适宜性检查	6
8 测量步骤	7
9 结果计算	8
9.1 通则	8
9.2 相关分析	8
9.3 频率分析	10
10 系统确认和质量控制	10
10.1 系统确认	10
10.2 测量结果的质量控制	11
10.3 方法精密度和测量不确定度	11
11 测试报告	11
附录 A (资料性) 理论背景	13
附录 B (资料性) 测量过程的潜在影响因素及减小影响的指南	19
附录 C (资料性) 在线测量	22
附录 D (资料性) 样品制备的推荐程序	23
参考文献	26

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。

本文件代替 GB/T 29022—2012《粒度分析 动态光散射法(DLS)》，与 GB/T 29022—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了规范性引用性文件中的文件(见第 2 章,2012 年版的第 2 章)；
- 增加了颗粒、平均流体动力学粒径、标准物质、有证标准物质的术语和定义(见第 3 章)；
- 增加了对 I_0 、 M 、 Γ_{\max} 、 Γ_{\min} 的名称及单位的说明(见表 1)；
- 在“原理”一章中增加了对粒径测量上限和对流动样品测量的描述(见第 5 章)；
- 增加了对“互相关检测方法”的说明,并给出了光路图(见 6.2)；
- 增加了自相关函数、信号功率谱和互相关方法的计算方法(见 6.6)；
- 更改了对分散介质的要求,并增加了压缩或减少双电层的方法(见 7.1,2012 年版的 8.2)；
- 增加了对样品浓度上下限的通用要求(见 7.2)；
- 增加了对样品浓度适宜性的常规检查方法,对样品浓度的选择提供指导(见 7.3)；
- 对测量步骤进行了细化并增加了如下内容:样品测量池选择方法、样品腔无温度传感器仪器的样品温度控制及测量方法、需要记录的信息、样品平均散射强度检查方法(见第 8 章)；
- 删除了平均粒径及多分散指数的计算(见 2012 年版的第 6 章),对现有的几种标准化算法进行了归纳总结(见第 9 章)；
- 更改了系统确认方法,并增加了系统确认的方法实例(见 10.1,2012 年版的第 10 章)；
- 增加了“测量结果的质量控制”条目,并给出了相应的技术方法(见 10.2)；
- 增加了“方法精密度和测量重复性”条目,并分别给出了重复性和重现性的要求(见 10.3)。

本文件等同采用 ISO 22412:2017《粒度分析 动态光散射法(DLS)》。

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:中国计量科学研究院、珠海欧美克仪器有限公司、太原理工大学、丹东百特仪器有限公司、上海思百吉仪器系统有限公司(马尔文帕纳科(中国))、深圳国技仪器有限公司、国家纳米科学中心、中机生产力促进中心、山东理工大学、珠海真理光学仪器有限公司、华南师范大学、北京市理化分析测试中心、上海市计量测试技术研究院、河南省计量科学研究院、北京粉体技术协会。

本文件主要起草人:刘俊杰、傅晓伟、韩晓霞、董青云、杨凯、朱平、朱晓阳、侯长革、刘伟、张福根、韩鹏、高原、吴立敏、肖骥、张文阁、路兴杰、周素红。

本文件及其所替代文件的历次版本发布情况为：

- 2012 年首次发布为 GB/T 29022—2012；
- 本次为第一次修订。

引 言

动态光散射法(DLS)已成为亚微米级范围内测量颗粒流体动力学直径的一种常规方法。此项技术的成功应用主要在于:已推出使用便捷的商品化仪器,可以在几分钟内得出平均粒径及其分布。尽管如此,仍需采取相关措施保证仪器的正确使用和对测量结果的合理解释。

针对动态光散射原理现已开发了多种测量方法,这些方法可分为如下几类:

- 0.1 不同的原始数据获取方法(自相关法、互相关法、频谱分析法)
- 0.2 不同的光路设计(零差式和外差式)
- 0.3 不同的探测角度

此外,由于激光光源种类和运算处理方法[累积量法、非负最小二乘法(NNLS)、归一化法(CONTIN)等]的不同,不同类型仪器之间也表现出一定的差异。

粒度分析 动态光散射法(DLS)

1 范围

本文件规定了利用动态光散射法(DLS)测量分散于液体中主体为亚微米级颗粒、乳剂或微细气泡的平均流体动力学粒径和粒度分布的方法。DLS也称为“准弹性光散射法(QELS)”和“光子相关光谱法(PCS)”,尽管光子相关光谱法实际上是测量技术之一。

本文件适用于对宽浓度范围内稀释及浓悬浮液的测量。在测量高、低浓度样品时,DLS使用相同的测量原理,但高浓度样品对仪器构造、样品制备等方面有特殊要求。在高浓度状态下,颗粒间相互作用、多重散射的主导效应显现,会导致高、低浓度样品粒径测量结果的显著差异。

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 9276-1 粒度分析结果的表述 第1部分:图形表征(Representation of results of particle size analysis—Part 1: Graphical representation)

注:GB/T 15445.1—2008 粒度分析结果的表述 第1部分:图形表征(ISO 9276-1:1998, IDT)

ISO 9276-2 粒度分析结果的表述 第2部分:由粒度分布计算平均粒径/直径和各次矩(Representation of results of particle size analysis—Part 2: Calculation of average particle sizes/diameters and moments from particle size distributions)

注:GB/T 15445.2—2006 粒度分析结果的表述 第2部分:由粒度分布计算平均粒径/直径和各次矩(ISO 9276-2:2001, IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

颗粒 particle

有明确物理边界的微小物质。

注1:物理边界也可以描述为界面。

注2:颗粒能够作为一个整体移动。

注3:又称粒子。

[来源:ISO 26824:2013, 1.1, 有修改]

3.2

平均流体动力学粒径 average hydrodynamic diameter

\bar{x}_{DLS}

反映粒度分布中值的流体动力学直径。

注1:平均粒径直接测定,既可以不计粒径分布,也可以从光强加权分布、体积加权分布或数量加权分布,以及拟合(转换)的密度函数中计算得到。颗粒平均粒径的确切意义与计算方法相关。