

天津市地方计量技术规范

JJF (津) XX—20XX

干法进样激光粒度分析仪校准规范

Calibration Specification for

Dry Injection Laser Particle Size Analyzers

(报批稿)

20XX - XX - XX 发布

20XX - XX - XX 实施

天津市市场监督管理委员会 发布

干法进样激光粒度分析仪校准规范

Calibration Specification for Dry Injection
Laser Particle Size Analyzers

JJF(津)XX-20XX

归口单位：天津市市场监督管理委员会

主要起草单位：天津市计量监督检测科学研究院

参加起草单位：天津市计量监督检测科学研究院电子仪表实验所
天津市水文水资源管理中心

本规范委托天津市计量监督检测科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

李红亮 (天津市计量监督检测科学研究院)

李 君 (天津市计量监督检测科学研究院电子仪表实验所)

白玉洁 (天津市计量监督检测科学研究院)

参加起草人：

常子栋 (天津市计量监督检测科学研究院)

刘广荔 (天津市计量监督检测科学研究院电子仪表实验所)

王旭丹 (天津市水文水资源管理中心)

沈 强 (天津市水文水资源管理中心)

肖 磊 (天津市水文水资源管理中心)

目 录

引言	(II)
1 范围.....	(1)
2 引用文件.....	(1)
3 术语.....	(1)
4 概述.....	(1)
5 计量特性.....	(2)
6 校准条件.....	(2)
6.1 环境条件.....	(2)
6.2 校准用标准器及配套设备.....	(2)
7 校准项目和校准方法.....	(2)
7.1 示值误差.....	(2)
7.2 重复性.....	(3)
8 校准结果的表达.....	(4)
9 复校时间间隔.....	(4)
附录 A 校准记录推荐格式.....	(5)
附录 B 校准结果内页推荐格式.....	(6)
附录 C 仪器示值误差测量不确定度的评定.....	(7)

引 言

本规范依据 JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》和 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》编写。

在本规范制定过程参考了 JJF1211-2008《激光粒度分析仪校准规范》、GB/T19077-2016/ISO13320:2009《粒度分布 激光衍射法》部分内容。

本规范为首次制定。

干法进样激光粒度分析仪校准规范

1 范围

本规范适用于测量分散于气体介质中固体颗粒粒径大小及分布的基于光散射原理的激光粒度分析仪（以下简称仪器）的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF1211-2008 《激光粒度分析仪校准规范》

GB/T19077-2016/ISO13320:2009 《粒度分布 激光衍射法》

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语

质量（体积）分布中位直径 D_{50} ，又称“中值径”或者“累积中间值”，是指在颗粒质量（体积）累积分布曲线中累积值正好为 50% 所对应的粒子直径，通常用 D_{50} 表示。

4 概述

仪器工作原理是颗粒样品以一定浓度分散在适当的气体介质（空气/氮气、氩气等惰性气体）中，当光束（通常是激光）通过该介质时遇到颗粒后以各种角度散射，由检测器测量散射光强度，使用相应的光学模型和数据模型转化为散射光数据从而得到颗粒样品的粒径大小和分布。

仪器主要由激光器、样品池、光电探测器、信号放大及 A/D 转换装置、显示单元组成，其结构示意图见图 1。

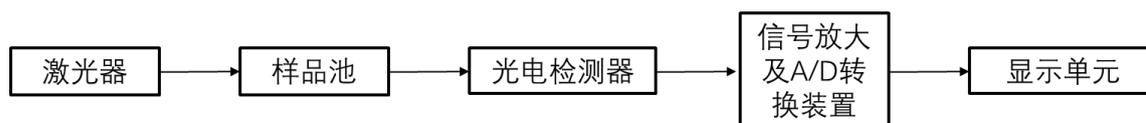


图 1 仪器结构示意图

5 计量特性

仪器计量特性见表 1。

表 1 仪器计量特性

计量性能	技术要求
示值误差	$\pm 15\%$
重复性	$\leq 3\%$
注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。	

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(10~35) °C。

6.1.2 相对湿度：不大于 85%。

6.1.3 供电电源：(220 \pm 11) V，(50 \pm 1) Hz。

6.1.4 仪器应平稳地放在工作台上，附近无振动和电磁干扰。

6.2 校准用标准器及配套设备

粒度标准物质：国家有证标准物质。具体指标见表 2。

表 2 校准用标准物质技术要求

编号	D_{50} 范围	相对扩展不确定度
1 [#]	$\leq 40 \mu\text{m}$	$\leq 6.0\% (k=2)$
2 [#]	$> 40 \mu\text{m}$	

7 校准项目和校准方法

7.1 示值误差

按照仪器说明书要求开机预热，调整仪器为样品测试模式，分别对 1#、2# 粒度标准物质的 D_{50} 测量三次求平均值，按公式（1）计算仪器测量平均值与粒度标准物质标准值 D_{50s} 之间的示值误差 ΔD_{50} 。

$$\Delta D_{50} = \frac{\overline{D_{50}} - D_{50s}}{D_{50s}} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ΔD_{50} ——仪器示值误差，%；

$\overline{D_{50}}$ ——仪器测量平均值， μm ；

D_{50s} ——粒度标准物质标准值， μm 。

7.2 重复性

按照仪器说明书要求开机预热，调整仪器为样品测试模式，对 1# 粒度标准物质的 D_{50} 连续测量 6 次，按公式（2）计算，重复性以相对标准偏差表示。

$$S_r = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (D_{50i} - \overline{D_{50}})^2}}{\overline{D_{50}}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

S_r ——重复性，%；

D_{50i} ——仪器测量值， μm ；

$\overline{D_{50}}$ ——仪器测量值的平均值， μm 。

8 校准结果的表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

a) 标题：“校准证书”；

- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点 (如果与实验室的地址不同);
- d) 证书的唯一性标识 (如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 客户的名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期, 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明;
- m) 对校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书及校准报告的签发人的签名、职务或等效标识;
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的, 因此, 送校单位可根据使用情况自主决定复校时间间隔, 建议不超过 1 年。如果对仪器的测量数据有怀疑, 或者仪器更换主要部件及维修后应对仪器重新校准。

附录 A

校准记录推荐格式

委托单位: _____

原始记录编号: _____ 证书编号: _____

仪器名称: _____ 仪器型号: _____

生产厂家: _____ 出厂编号: _____

校准设备: _____

环境温度: _____ 相对湿度: _____

校准地点: _____ 校准依据: _____

校准人员: _____ 核验人员: _____

A.1 示值误差

标准值 (D_{50}) / μm	测量值 (D_{50}) / μm			平均值 (D_{50}) / μm	示值误差/%
	1	2	3		

A.2 重复性

标准值 (D_{50}) / μm	测量值 (D_{50}) / μm						平均值 \bar{D}_{50} / μm
	1	2	3	4	5	6	
重复性/%							

附录 B

校准结果内页推荐格式

校准项目	校准结果
示值误差	
重复性	

示值误差校准结果的扩展不确定度： _____

以下空白

附录 C

仪器示值误差测量不确定度的评定

C.1 概述

C.1.1 测量标准：粒度标准物质，37.6 μm ， $U_{\text{rel}}=5.6\%$ ($k=2$)

C.1.2 被测对象：激光粒度分析仪

C.1.3 环境条件：环境温度：(15~35) $^{\circ}\text{C}$ ；相对湿度： $\leq 80\%$ ；

C.1.4 测量方法：选择粒度标准物质，仪器预热 30min 后按照说明书设置样品测试模式，用仪器测量粒度标准物质，测量 3 次并记录数据。

C.2 建立数学模型

C.2.1 仪器示值误差

仪器示值 ΔD_{50} 按公式 C.1 计算

$$\Delta D_{50} = \frac{\overline{D_{50}} - D_{50s}}{D_{50s}} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中： ΔD_{50} ——仪器示值误差，%；

$\overline{D_{50}}$ ——仪器测量平均值， μm ；

D_{50s} ——粒度标准物质标准值， μm 。

根据测量模型，标准不确定度按公式 C.2 合成：

$$u_c(\Delta D_{50}) = \sqrt{m_1^2 u^2(\overline{D_{50}}) + m_2^2 u^2(D_{50s})} \quad (\text{C.2})$$

式中，灵敏系数：

$$m_1 = \frac{\partial \Delta D_{50}}{\partial \overline{D_{50}}} = \frac{1}{D_{50s}}, \quad m_2 = \frac{\partial \Delta D_{50}}{\partial D_{50s}} = -\frac{\overline{D_{50}}}{D_{50s}^2}。$$

C.2.2 不确定度分量评定

示值误差标准不确定度来源主要有：示值测量重复性引入的不确定度 $u(\overline{D_{50}})$ ；标准物质引入的不确定度 $u(D_{50s})$ 。

C.2.2.1 测量重复性引入的不确定度 $u(\overline{D_{50}})$

用粒度标准物质对仪器进行 10 次测定，测量结果为：37.2 μm 、37.3 μm 、37.5 μm 、

38.1 μm 、37.2 μm 、38.1 μm 、38.2 μm 、38.4 μm 、37.5 μm 、38.3 μm 。

计算得到算术平均值： $\overline{D}_{50}=37.78\mu\text{m}$ 。

$$\text{标准偏差 } s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{50i} - \overline{D}_{50})^2}{n-1}} = 0.48\mu\text{m}$$

按照实际测量次数 3 次计算， $u(\overline{D}_{50}) = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0.28\mu\text{m}$

C.2.2.2 标准物质引入的不确定度 $u(D_{50s})$

由标准物质证书可知，标准物质粒径为 37.6 μm ，相对扩展不确定度为 5.6%， $k=2$ ，

则标准物质引入的不确定度 $u(D_{50s}) = \frac{37.6 \times 5.6\%}{2} = 1.1\mu\text{m}$ 。

C.2.3 标准不确定度的合成

将以上参数结果带入公式 C.2 中合成标准不确定度得：

$$u_c(\Delta D_{50}) = \sqrt{m_1^2 u^2(\overline{D}_{50}) + m_2^2 u^2(D_{50s})} = 3.1\%$$

C.2.4 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则校准结果的扩展不确定度为： $U(\Delta D_{50}) = ku(\Delta D_{50}) = 6.2\%$ 。

