

中华人民共和国交通运输部行业标准

JT/T ××××—××××

水运工程 激光粒度分析仪

Water transport engineering—Static light scattering particle size analyzers

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国交通运输部 发布

目 次

| | |
|--------------------|---|
| 前 言..... | 1 |
| 1 范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 术语和定义..... | 1 |
| 4 技术要求..... | 2 |
| 4.1 基本要求..... | 2 |
| 4.2 技术参数..... | 3 |
| 4.3 安全要求..... | 3 |
| 4.4 工作环境条件..... | 3 |
| 5 仪器工作原理..... | 3 |
| 6 试验方法..... | 3 |
| 6.1 准备工作..... | 3 |
| 6.2 测量..... | 4 |
| 6.3 注意事项..... | 5 |
| 7 检验规则..... | 5 |
| 7.1 出厂检验..... | 5 |
| 7.2 型式检验..... | 6 |
| 8 标志、包装、运输、贮存..... | 6 |
| 8.1 标志..... | 6 |
| 8.2 包装..... | 6 |
| 8.3 运输..... | 6 |
| 8.4 贮存..... | 7 |

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中交天津港湾工程研究院有限公司提出。

本标准由全国港口标准化技术委员会（SAC/TC 530）归口。

本标准起草单位：中交天津港湾工程研究院有限公司、天津港湾工程质量检测中心有限公司、丹东百特仪器有限公司。

本标准主要起草人：朱耀庭、李立新、董青云。

水运工程 激光粒度分析仪

1 范围

本标准规定了激光粒度分析仪的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存等内容。

本标准适用于水运工程行业采用光散射原理测量砂或土颗粒粒径大小分布的激光粒度分析仪的选型论证和性能评价。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 15445.1 粒度分析结果的表述第1部分：图形表征
- GB/T 15445.2 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
- GB/T 15445.4 粒度分析结果的表述第4部分：分级过程的表征
- GB/T 20099 样品制备粉末在液体中的分散方法
- GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 13384 机电产品包装通用技术条件
- JJF 1211 激光粒度分析仪校准规范
- JB/T 9329 仪器仪表运输 运输贮存 基本环境条件及试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

粒度 particle size

是指颗粒大小，也称为粒径。由于实际颗粒的形状通常为非球形，难以直接用直径表示，通常以等效粒径表征颗粒的粒径。一般认为激光粒度分析仪测试的为等效体积粒径，即所测颗粒具有相同体积的同质球体颗粒的直径。

3.2

中位粒径 median diameter

是指小于某粒径的所有颗粒的累计质量（或体积）占颗粒总质量（总体积）50%的粒径，也称中位径。

3.3

衍射 diffraction

粒度分析过程中，远距离（远场）观察到的光绕过颗粒轮廓发生的散射现象。

3.4

反射 reflection

粒度分析过程中光波在颗粒表面发生的方向改变，其波长或频率无变化。

3.5

折射 refraction

光线在通过光学性质不均匀的介质或穿越不同介质的表面时，由于其传播速度的变化而导致的传播方向的变化过程，此过程遵守斯涅耳折射定律（Snell）。

3.6

散射 scattering

粒度分析过程中，在两种具有不同光学性质的介面上发生的光传播的变化。

3.7

散射角 scattering angle

粒度分析过程中，散射光与入射光束主轴之间的夹角。

3.8

遮光率/光学浓度 obscuration/optical concentration

由于颗粒消光（散射和/或吸收）而衰减的入射光部分。

3.9

消光 extinction

粒度分析过程中，在介质中传播的光由于被吸收和散射而发生衰减的现象。

3.10

仪器重复性 repeatability(instrument)

粒度分析过程中，在短时间内，使用同一台仪器，由同一位操作者在相同的条件下，对同一分散样本进行特性量值的多次测量，其测量结果的一致性程度。这类重复性不包含由于取样和分散造成的变化。

3.11

方法重复性 repeatability(method)

粒度分析过程中，在短时间内，使用同一台仪器，由同一位操作者在相同的条件下，对一个样本的不同等分进行特性量值的多次测量，其测量结果的一致性程度。这类重复性包含由于取样和分散造成的变化。

3.12

方法重现性 reproducibility(method)

粒度分析过程中，对一个样本的不同等分，根据相同方法、使用类似仪器、由不同操作人员制备和执行，对某一特征量值的多次测量结果间的一致性程度。

3.13

光学模型 optical model

一种用于散射矩阵计算的理论模型，散射颗粒为光学均匀且各向同性的球体，并具有特定复折射率（必要时）。如：夫琅和费（Fraunhofer）衍射模型，米氏（Mie）散射模型。

4 技术要求

4.1 基本要求

4.1.1 检查仪器安放，仪器主机和各部件连接完好，电源开关是否正常。

4.1.2 检查试验环境整洁无烟尘，周围没有机械振动源和电磁干扰源。

4.1.3 检查样品池、透镜外表光洁无划痕。

4.1.4 检查仪器外表整洁，超声分散系统、样品输送系统正常，循环管路内无明显的污迹，管路循环系统工作正常。

4.2 技术参数

4.2.1 测量范围：0.1 μm ~3000 μm 。

4.2.2 测量重复性相对误差：

- a) 测量标准样品 D_{50} 的变异系数不超过3%， D_{10} 、 D_{90} 的变异系数不超过5%；
- b) 当测试的样品为粒径小于10 μm 的黏粒或胶粒时，变异系数可以发大一倍。

4.2.3 测量准确性相对误差：

- a) 测量标准样品 $1\mu\text{m}<D_{50}\leq 5\mu\text{m}$ 时，允许相对误差为 $\pm 15\%$ ；
- b) 测量标准样品 $5\mu\text{m}<D_{50}\leq 20\mu\text{m}$ 时，允许相对误差为 $\pm 10\%$ ；
- c) 测量标准样品 $D_{50}>20\mu\text{m}$ 时，允许相对误差为 $\pm 8\%$ 。

4.2.4 测量分辨力：(1~20) μm 测量范围内的粒径之比不小于 4.0 的两个标准样品能够被分辨双峰且双峰不相连。

4.2.5 电源：要求电源电压在 209V-231V 的范围内，电源频率在 49Hz-51Hz 的范围内，标准样品测试结果 D_{50} 的影响小于 3%。

4.3 安全要求

电源输入端子与外壳之间的绝缘电阻不小于20M Ω 。

4.4 工作环境条件

4.4.1 工作环境温度：10 $^{\circ}\text{C}$ ~30 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.2 工作环境相对湿度：10%~85%。

5 仪器工作原理

样品以合适的浓度分散于液体或气体介质中，使其通过单色光束（通常是激光），当光遇到颗粒后以各种角度散射，由多单元探测器测量散射光，保存这些与散射图样有关的数值，并用于随后的分析。通过适当的光学模型和数学过程（通常为模型矩阵，它包含单位体积、单位粒径段的散射光矢量，与探测器的几何参数和灵敏度成比例），转换这些量化的散射数据，得到一系列离散的粒径段上的颗粒体积相对于颗粒总体积的百分比，从而得出颗粒粒度体积分布。

用于测量粒度分布的激光衍射技术是基于颗粒在各个方向产生的散射图样与颗粒粒径大小有关，在光学模型中假设颗粒是球形的，因此对于非球形颗粒，所测得的粒度分布是根据球形颗粒散射图样体积和的理论值与实测的散射图样值相匹配得到，粒度分布结果可能与基于其它物理原理测量得到的结果有所不同（如沉降法、筛分法等）。

不同的仪器生产厂家或同一个公司不同型号的仪器，在硬件和软件上会存在一些重大差别，在仪器说明书中应提供足够的信息以判定这些差别。

6 试验方法

6.1 准备工作

6.1.1 仪器安置

- a) 试验室周围无机械振动源、电磁干扰源以及室内无烟尘、气流干扰，室内无强光照射；
- b) 仪器应放置在稳定的工作台或试验台上，以避免光学系统频繁的对中调整。

6.1.2 液体分散介质

适用于黏性土的颗粒粒度分布测定。将土团加水调制成膏状后，适量地加入到试验循环系统当中即可开始试验。根据试验样品的情况，可在样品加入前加入一定比例的分散剂、润湿剂、稳定剂，施加一

定的机械力（搅拌、超声分散）来分散稳定分散效果。通常选用孔径小于 $0.2\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤蒸馏水作为分散介质。

6.1.3 气体分散介质

适用于无黏性土颗粒的粒度分布测定。砂土通过理想状态下接近恒定流量输送样品的定量装置，使用压缩气体的能量或与真空的压差能量来分散颗粒，形成气溶胶，气溶胶被吹过测量区后，通常被送入收集颗粒的真空管道的入口。通常选用无油的压缩空气作为分散介质。

6.1.4 样品制备

a) 取样必须具有代表性，选择一个合适的分样技术获取适当体积的样品，如旋转分样。

b) 对于黏性类土颗粒样品，应先取出一定量的代表性试样置于小碗中，剔除其中的贝壳及杂物，逐滴加入分散介质，用小勺碾压、翻拌充分混合成膏状，以放入到样品池中立即散开为最佳。

c) 对于无黏性土颗粒样品，可先对样品进行烘干、碾碎，并根据所用仪器的最大量程决定是否先经过 1.0mm 或 2.0mm 孔径的标准筛预先测量粗颗粒样品的百分含量，再将筛下样品采用“四分法”分样后进行激光粒度分析仪的试验。

6.2 测量

6.2.1 仪器检查

测量前应检查仪器外表是否整洁，超声分散系统、样品输送系统是否正常，循环管路内是否有明显的污迹，管路循环是否通畅。

6.2.2 光学模型选择

a) 通常采用米氏理论或夫琅和费近似理论计算散射矩阵，该矩阵表示单位体积给定粒径段上的颗粒在各探测单元上所产生的信号。依据所要测量的粒度范围、颗粒光学性质及其用途选择合适的光学模型。也可以采用其它的光散射理论计算散射矩阵。

b) 采用米氏理论时，应当确定颗粒与介质的折射率或其比值，作为测量参数输入，计算散射矩阵。在实际应用中，要求折射率的虚数部分值（约为 $0.01i\sim 0.03i$ ）能反应颗粒的表面粗糙度，颗粒表面的粗糙度会使光线发生漫反射。

c) 为了正确应用米氏理论或夫琅和费近似理论，建议充分理解复折射率在光散射中对测量结果的影响，光学模型或折射率数值选择不当可能造成粒度分析结果出现明显偏差，这种偏差通常表现在粒度分布中的较小粒径段。

要获得可溯源的测量结果，报告中必须要写明颗粒的折射率数值。

6.2.3 背景测量

根据样品情况选择或输入合适的光学模型、分析模式、样品比重、介质折射率等试验参数。以液体分散介质为背景测量时，在循环系统中加入与样品测量时一样的液体分散介质（包括分散剂等），开启超声分散系统、固定循环速度，进行背景测量和背景确认。背景确认的目的是检查仪器是否正常工作，同时将背景测量中采集的信号作为基准，在正式样品测量中获得的样品颗粒信号中减除这部分信号。

6.2.4 散射光分布的数据采集

将制备好的试样均匀加入到循环系统中，采用液体分散介质液体分散介质时，遮光率达到 $15\%\sim 20\%$ 后应停止加入试样，样品在试验系统中经超声分散、循环 2min 以上进行数据采集测量最佳，根据需要分别进行单次测量或连续测量。

确保有足够的测量时间采集到足够的信号，得到的测量结果在统计学上要具有代表性，并检查测量时间长短对粒度分析结果的影响。对于每一个探测单元，都可以计算出一个平均信号值，有时还给出标准偏差。可以通过扣除背景信号来计算信号净值。每个探测单元获得的信号强度取决于探测器的几何参

数、光强及其转化成电信号的效率。探测元件的坐标（大小与位置）和透镜的焦距决定着各元件所能检测到的相应散射角的区间范围。所有这些因素通常都由设计厂家决定并存储在计算机中。

6.2.5 将散射光分布转化为粒度分布

这一转化步骤是对给定粒度分析散射光空间分布的逆运算。已有多种数学算法可用于的反演运算，它们包括：测量得到的和计算得到的散射光分布之间差异的加权方法（如最小二乘法）；以及对粒度分布曲线的一些约束条件，这些约束条件使得最终的粒度分布结果中，各粒径段的颗粒数量为正数或零，并限制了相邻粒径段之间颗粒数量的差异；另有程序利用观察到的探测器的信号涨落给这些数据适当加权，然后计算粒度分布的置信区间。

6.3 注意事项

6.3.1 在开始测量前以及测量中的任何时候，都应遵循仪器说明书中的要求。

6.3.2 开启仪器电源之前，确保仪器电源输入端有正确接地，包括主机、颗粒分散与输送系统（如超声波池、干法分散器、真空进口以及真空软管）。

6.3.3 开启电源后，仪器的预热时间应不少于 30min。

6.3.4 试验前检查仪器状态，确保超声系统、循环系统、光路系统等正常。

6.3.5 对于湿法分散，要检查确认分散液中不含气泡和杂质。

6.3.6 对于干法分散，可通过目视或者遮光率数值变动来确认分散器的给料单元是否能产生稳定的气流。

6.3.7 采用液体分散介质时，测量时应观察循环管路中是否有粗颗粒样品沉淀，若有沉淀应调整分散剂浓度和循环速度，重新试验。

6.3.8 定期用已知粒度分布的微粒标准物质对仪器进行校准，必要时，用已知粒度分布的标准样品对仪器进行重新标定。

6.3.9 仪器中激光光源的辐射可能导致眼睛永久性地损伤，切勿直视激光束或其反射光，避免用具有镜面反射能力的物体阻挡激光束，遵守当地相关的激光辐射安全法规。

7 检验规则

7.1 出厂检验

7.1.1 检验项目

每台激光粒度分析仪须经本厂质量检验部门检验合格，附有经检验人员签章的合格证方可出厂。检验项目见表1。

表1 检验项目

| 序号 | 检验项目 | 技术要求 | 出厂检验 | 型式检验 |
|----|----------|-------|------|------|
| 1 | 外观检查 | 4.1 | + | + |
| 2 | 重复性检验 | 4.2.2 | + | + |
| 3 | 准确性检验 | 4.2.3 | + | + |
| 4 | 分辨力检验 | 4.2.4 | + | + |
| 5 | 电源电压影响检验 | 4.2.5 | + | + |
| 6 | 安全性检验 | 4.3 | - | + |

注：“+”表示应进行的检验项目，“-”表示不检验的项目

7.1.2 批量生产或连续生产的产品，出厂前进行全数检验。

7.1.3 检验中，出现任一项不合格时，则判为不合格品。

7.1.4 对于不合格品可进行返修，返修后重新进行检验。

7.2 型式检验

7.2.1 型式检验条件

有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新研制的产品；
- b) 当设计、工艺、材料等方面有重大变更时；
- c) 停止生产满一年的产品再次生产时；
- d) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

7.2.2 检验项目

检验项目见表1。

7.2.3 样本抽取

批量生产或连续生产的产品，出厂检验时应进行全数检验。

7.2.4 合格判定

所检测仪器的检测项目有一项不合格，该产品应判为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

8.1.1 激光粒度分析仪应在其显著部位标明其型号、名称、生产厂家、出厂编号及日期等。

8.1.2 激光粒度分析仪包装标志应符合 GB/T 13384-2008 第 7 章及 GB/T 191-2008 的规定。仪器外包装箱的标志应清楚，内容包括：

- a) 仪器名称、型号、商标质量等级、产品执行标准等；
- b) 生产企业名称和地址、通讯方式等；
- c) 仪器外包装箱体尺寸（mm）：长×宽×高；
- d) 仪器箱体毛重（kg）；
- e) 仪器包装箱应标有“精密仪器”、“请勿倒置”、“严禁摔碰”、“防潮防雨”等安全提示。

8.1.3 包装储运图示和收发货标志应按照 GB/T 191-2008 和 GB/T 18522.6-2007 的有关规定正确选用。

8.2 包装

8.2.1 激光粒度分析仪包装按 GB/T 13384 的有关规定执行。

8.2.2 激光粒度分析仪包装箱应附有产品合格证、产品使用说明书、随机附件及清单，并将文件装入塑料袋内。产品说明书中应载明仪器的供电要求、光源类型与波长、输出功率、可采用的光学模型类型等。

8.2.3 产品合格证应清晰地注明下列内容：

- a) 产品名称和型号；
- b) 生产企业名称和地址；
- c) 重复性等主要技术指标；
- d) 产品执行标准编号；
- e) 生产日期或编号；
- f) 检验人员姓名或代号。

8.3 运输

8.3.1 激光粒度分析仪贮运应符合 JB/T 9329-1999（2009）的规定。

8.3.2 激光粒度分析仪搬运时应轻拿轻放，运输时应遮苫、防止震动和碰撞。激光粒度分析仪应单独运输，不得与易滚动物品混放。

8.4 贮存

激光粒度分析仪应置于阴凉、干燥、通风、无腐蚀性物资且远离振动的房间内，单层摆放；距地面及墙壁应不少于20cm。
