

Mastersizer 3000 粒度测量系统间重现性的评定

激光衍射系统由两个主要组件构成：一个是光学平台，它主要负责收集样品的光散射数据；另一个是分散装置，它负责准确地将样品提供给光学平台。本技术说明展示了如何测试光学平台和分散装置的性能，以及如何评定激光衍射仪器的系统间重现性。

光学平台

要验证一个光学平台的性能，通常是通过测定一系列的标准物质来完成的。马尔文生产的每一个光学平台的性能都是使用一系列 NIST 可追溯胶乳标准进行测试的。这些胶乳要求有一系列的粒度大小以及标准偏差，以便在足够宽的角度范围内产生散射数据。当光学平台的探测器记录到正确的散射信号时，则测得的粒度将处于标准胶乳粒度的偏差范围内。

在本节中，给出了在 100 个

光学平台上对一系列胶乳粒度的测量结果。图 1 给出了在 100 个光学平台上对 58 纳米胶乳的测量结果。其中纵轴显示了测得的 Dv_{50} ，其极限值显示了结果可接受的范围。类似的数据还可利用图 1 或者图 2 中的箱形图进行表示。表 1 是一系列标准物质在 100 个光学平台上实际测量值的统计结果，包括平均值、最大值、最小值以及 100 次测量值的相对标准偏差 (RSD)。

结果表明在现有光学平台上，对所有胶乳粒度，RSD 均小于 1%，重现性好于单个样品重现性的 ISO 标准[1]。

分散装置

光学平台只是激光衍射系统的一部分，作为输送样品的分散装置也很重要。要对分散装置进行测定，一般需要一个经过标准样品校验过的光学平台、一系列标准样品以及一套稳定的测

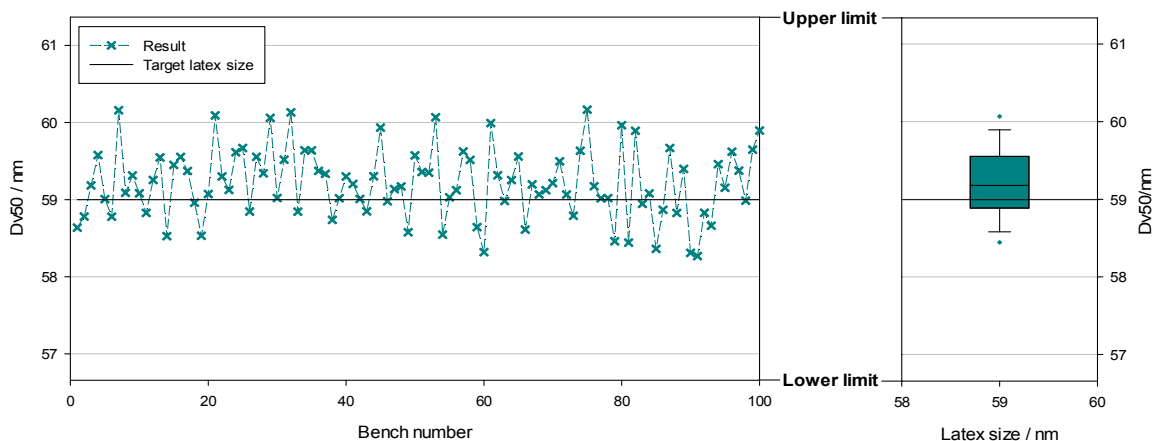
量程序。

相比较光学平台的测试，对用于测试分散装置性能的标准样品有不同的要求：样品必须有较宽的粒度分布，以便测试分散装置的取样性；同时样品必须在一定的外加能量下才能分散，以测试分散装置的分散性能。

对于分散装置的性能测试，马尔文公司开发了《质量审核标准 (QAS)》，其符合 ISO 13320 对于用标准品进行验证时的所有要求。由于具有较好的球形形状以及光学特性，玻璃珠成为比较合适的标准物质。

一般来说，这些样品粒度分布宽度值必须在 1.5 到 10 之间（粒度分布的宽度定义为 Dv_{90}/Dv_{10} 的比值）。对于我们使用的 QAS 材料， Dv_{90}/Dv_{10} 大约为 2.3，见表 2。Error! Reference source not found.

图 1：在 100 个光学平台上 58 纳米胶乳的测量值



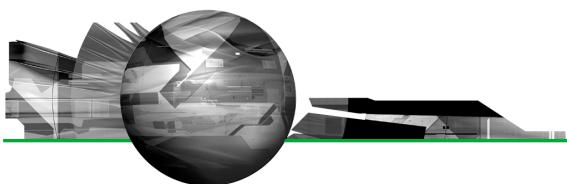


表 1: 100 个光学平台上测得的胶乳数据统计表

胶乳粒度	测量结果					
	下限	最小值	平均值	最大值	上限	相对标准偏差 (%)
58nm	56.7	58.3	59.2	60.2	61.4	0.77
102nm	98.4	101.2	102.2	103.3	105.6	0.52
147nm	141.8	147.6	147.9	148.2	152.2	0.10
707nm	693.8	702.6	704.0	705.9	720.3	0.11
994nm	0.978	0.981	0.988	0.997	1.0	0.41
9um	8.648	8.807	8.845	8.889	9.4	0.19

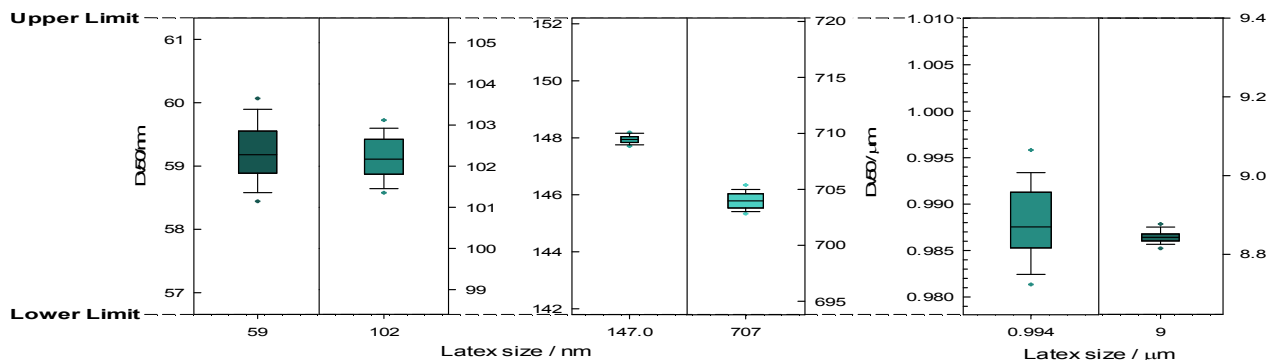
表 2: 所有分散装置上的 QAS 重复性数据

同时这些玻璃珠标样是使用同一批次生产的样品,以消除测量过程中的取样偏差。这些单次样品都是通过从同一块母料上用金刚砂水磨法磨下适当的块加工而成的。然后使用经过校验的参考激光衍射系统对 QAS 材料的目标粒度和合格/不合格进行验证。按照 ISO 标准设定了如下判定标准: Dv10 必须在目标值的 3%以内, Dv50 和 Dv90 则必须分别在 2.5%和 4%以内。

接着为每一分散装置定义完整的测量程序[2],对于湿法测量主要设定如测量持续时间、搅拌速度、超声分散条件等参数,而对于干法测量则主要设定空气压力和振动速度等参数。

附件	Dv10 μm		Dv50 μm		Dv90 μm	
	平均值	相对标准偏差 (%)	平均值	相对标准偏差 (%)	平均值	相对标准偏差 (%)
Aero S	38.23	0.41	62.64	0.30	89.49	0.39
Hydro EV	36.08	0.35	60.82	0.15	88.74	0.52
Hydro MV	36.67	0.37	61.28	0.29	89.33	0.63
Hydro LV	36.83	0.57	61.95	0.38	89.62	0.44
All Wet (所有湿的)	36.53	0.99	61.35	0.81	89.23	0.67

图 2: 100 个光学平台上 6 种胶乳标准材料的重现性数据



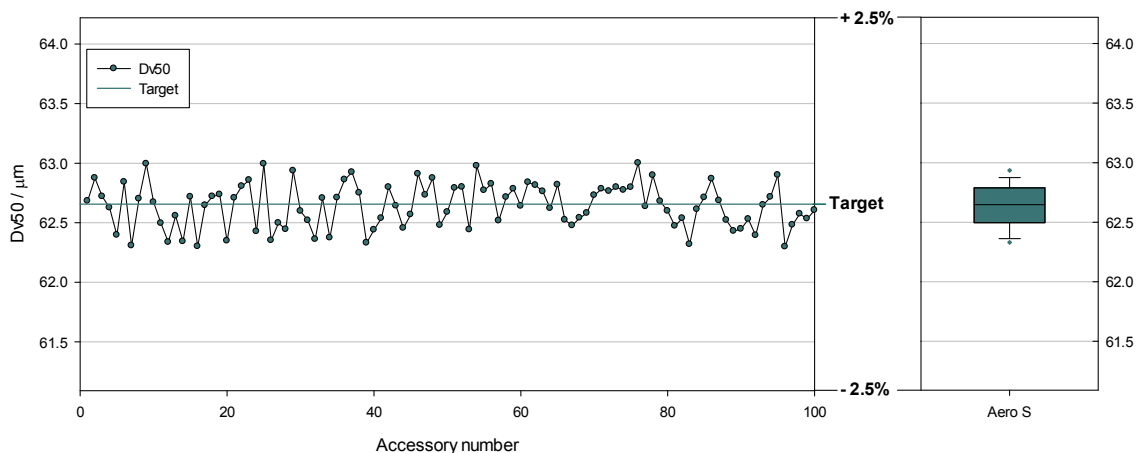
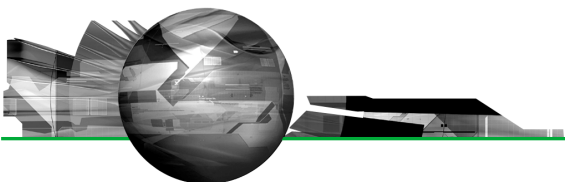


图 3: 使用 Aero S 所得的 100 个 QAS 测量值的散布图和箱形图

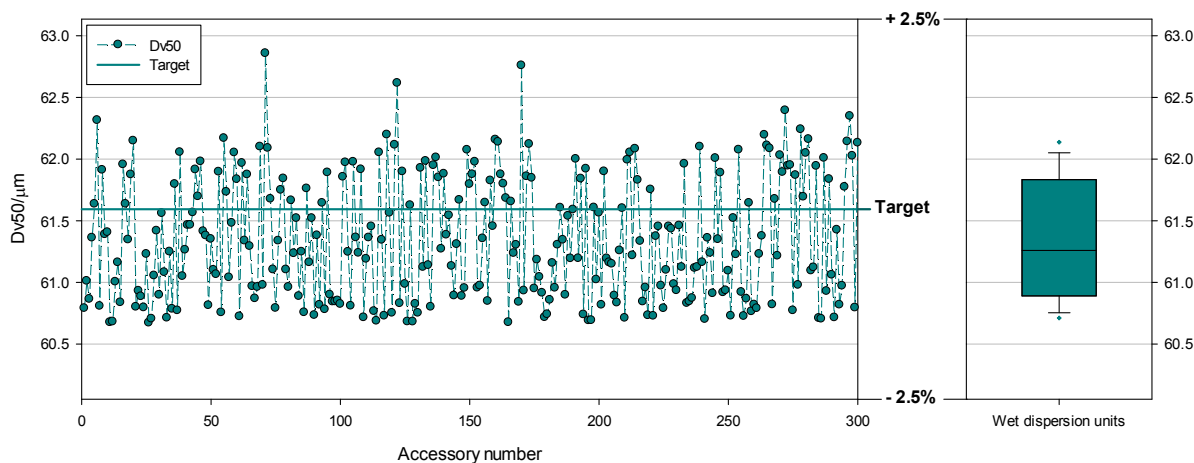


图 4: 300 个湿法分散装置测试的 Dv50 值

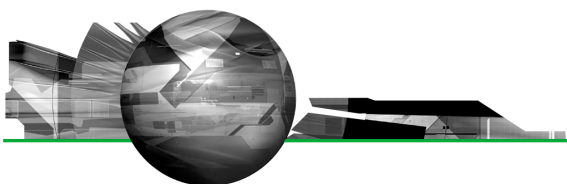
测试分散装置性能是通过检测 QAS 样品来进行的, 此时所有的分散装置均与同一个光学平台联用进行测量。分散装置的性能测试在仪器的生产过程中进行, 通过分析实验得出的大量数据就能评估分散装置的系统间重现性。

通过 100 个 Aero S 分散装置测量 QAS 样品来评估 Aero S 干法分散装置的系统间重现性。结果如图 3 所示, 所有测量结果的

Dv50 均处于样品粒度 $\pm 2.5\%$ 的区间内。这些 QAS 样品测量值的平均值和 RSD 值详见表 2。表 2 中所有 Aero S 分散装置测量的 RSD 值均小于 1%, 证明该系统间的重现性甚至优于 ISO 标准中对于激光衍射测量的重复性要求。

通过在每一种湿法分散装置 Hydro MV、Hydro LV 和 Hydro EV 上测量 100 个 QAS 样品, 测试了湿法分散装置的重现性。图

4 给出了所有 300 个 QAS 样品湿法测量值, 其统计数据如表 2 所示。结果显示从所有湿法装置得到的数据组合在一起时, 其相对标准偏差小于 1%, 表明系列分散装置具有极好的重现性, 单个分散装置的相对标准偏差甚至更低, 而分散装置之间这种重现性水平简化了不同场所和分散装置之间等效方法的建立过程。



结论

激光衍射仪器的重现性要求对光学平台和分散装置两者进行测试。通过在 100 个光学平台上测量了一系列胶乳标准材料，以便测试光学平台之间的重现

性。结果表明一百个测量值的相对标准偏差小于 1%。同时通过在一百个各类分散装置上测量 QAS 样品，测试了分散装置的重现性。结果表明每种分散装置的

100 个测量值和所有组合的湿分散装置的相对标准偏差均小于 1%。

参考文献

[1] ISO13320 (2009). Particle Size Analysis - Laser Diffraction Methods, Part 1: General Principles

[2] QAS measurement procedure

马尔文仪器有限公司

上海市田州路99号新安大厦13号楼101室

电话总机: +86 21 6113 3777, 传真: +86 21 6113 3778

销售咨询: +86 4006 306 902, +86 8008 206 902, info@malvern.com.cn

技术支持: +86 4008 206 902, Support.China@malvern.com.cn

更多信息, 请登录www.malvern.com.cn