

如何科学评价激光粒度仪

一、 用科学的方法去评价激光粒度仪十分重要。国际标准 ISO13320-1（第一部分：通用法则）是仪器评估的科学的参照。

二、 评价激光粒度分析系统时最广泛使用的参数

Repeatability 重现性

Accuracy 精确性

Resolution & Sensitivity 解析度与灵敏度

〈1〉 重现性两个方面的影响因素：

- 仪器本身的重现性-----在同一台仪器上做同一个样品分析的变异性
- 仪器间的重现性-----同一个样品在不同仪器上分析的变异性

〈2〉 何样的重现性才是令人满意的呢？ ISO 13320-1 发布了以下的数值作为重现性满意度的评价：

- 对于平均粒径（mean size）大于 10 μ m 的样品.

Median Size (x_{50})中位径应有一个小于 3%的变异系数。这也能适用在分布中任何选定的中心值。分布两边的值，例如 x_{10} 与 x_{90} 其变异系数应不超过 5%。

- 对于平均粒径（ mean size） 小于 10 μm 的样品.

对于小于 10 μm 范围的样品， 以上的值应加倍。

〈3〉 关键的影响重现性的因素:

- 高度稳定不会飘移的光源
- 光源校直
- 样品处理系统
- 高度精确的光学系统
- 高度精确的检测器排列

当对于任何的光学系统的要求而言，会对其校直有具体的要求。因而，拥有一些确保校直的简易而具有可重复性的方法就显得非常重要。

在 Beckman Coulter LS™ series 仪器上，使用的是十字线的方式校直。该标线片是一块带有钻孔的金属片，但当一个“理想颗粒”的角色。由“理想颗粒”形成的散射用于使激光校直到检测器列阵上。 整个过程完全自动，无需操作员调节，这是确保重现性的至关重要的校直方法。

该校直程序对大颗粒而言是相当重要的，这是因为在低的角度上带有特征的、离散的和能良好判断的大颗粒的散射与光路是有关联的(详情请参阅：解析度与灵敏度)。 离开了“角度校直”的过程将不可能精确重现粒度的分布。

〈4〉 ISO 标准，14 页第 6.7 节中，给出以下定义及列出了有关激光衍射分析中影响分辨率与灵敏性的重要因素。

6.7 节：分辨率、灵敏性

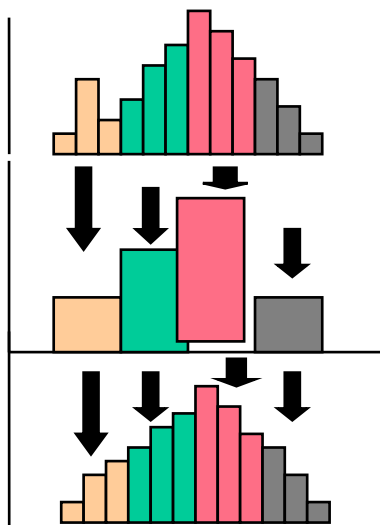
颗粒粒度分布的分辨率，例如：不同粒度的分辨能力、某一粒度少量颗粒的灵敏性受限于以下因素：

- * 检测器的数目、位置与形状;
- * 其讯噪比;
- * 所测量散射图形的细节;
- * 不同的颗粒粒度在散射图中的异同;
- * 颗粒实际的粒度范围;
- * 足够的光学模式;
- * 重叠法中的平滑作用.

性能差异主要因素

- 探测器数量与排布方式
- 激光种类与对焦方式
- 小颗粒检测方法
- 亚微米颗粒测量技术
- 样品台--进样系统的进样好坏与操作区别

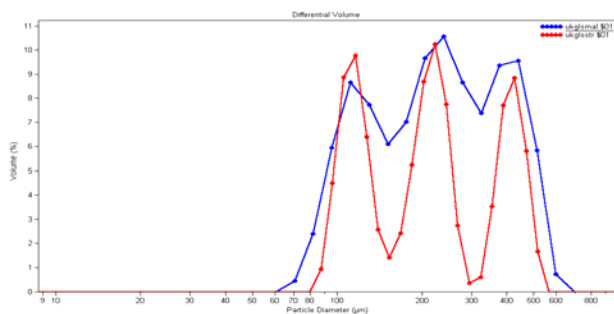
实测通道、虚拟通道及对粒度报告的影响



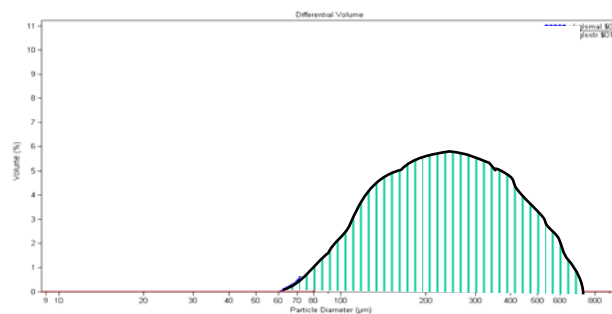
检测器多的粒度仪，实测通道多，各通道粒度窄，不用通过合成多个虚拟通道来提高解析度，结果接近实际。

检测器少的粒度仪，实测通道少，各通道粒度宽，只能通过合成多个虚拟通道来提高解析度，但结果是：

粒度报告失真，趋近正态分布。



探测器多的激光粒度仪

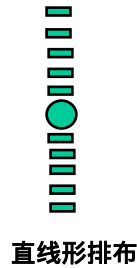


探测器少的激光粒度仪

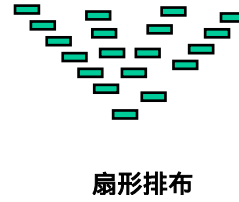
库尔特激光粒度仪132枚探测器

探测器排列方式

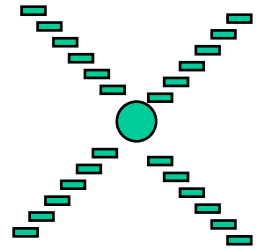
库尔特排列的优点：当激光对焦发生上下左右任何一个方向偏离时，将造成检测角度在一个方向偏大，另一个方向偏小，十字星排布方式使整体偏差抵消，



直线形排布



扇形排布



库尔特十字形排布

不至于出现其它排列方式造成所测数据整体偏大或偏小。

激光种类及对焦方式

一般粒度仪采取在同心圆上用三枚等距检测器辅助对焦方式，由于光源不均匀带来偏差可能性较大，库尔特采取 32 枚参与对焦，大大降低了误差可能性。例如：

- 对 500um 颗粒， θ 偏差 0.01° ，粒径漂移约 10%
- 750nm 固体激光器，工作寿命达 7 万小时。稳定损耗低、易维护。

小颗粒检测方法

透镜的作用：使粒径相同的颗粒产生的平行散射光聚焦于同一角度位置上的探测器，达到准确测量的目的。

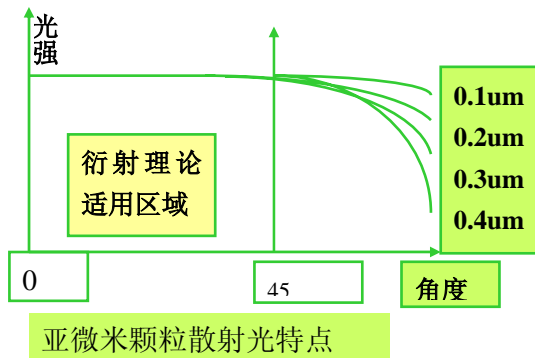
双透镜使信号采集保持一致性，降低系统了误差。

亚微米颗粒测量技术

激光粒度仪应用

- 衍射理论处理颗粒在小角度区域内的散射光，解析 $0.1\mu\text{m}$ 以上颗粒粒度。
- 颗粒在大角度区域散射光强度差异，解析 $0.1\mu\text{m}$ 以下颗粒粒度。

衍射理论在解析亚微米范围内（ $0.1\mu\text{m}$ 以下）颗粒粒度时受到限制，原因是：



➤ 在小角度范围（衍射理论适用区域）内，亚微米颗粒散射光强随角度变化的差异很小，即衍射光斑在此范围内分布基本相同。所以，衍射理论只能根据它们在这一范围的相同光强将全部亚微米颗粒作为一个粒度组份给出含量，无法将之细分。

➤ 但在大角度区域，它们差异逐渐明显。因此，细分亚微米颗粒粒度，要在大的角度上分析，而在此角度范围衍射理论已不适用。

ISO13320标准规定激光衍射技术分辨颗粒的下限为 $0.1\mu\text{m}$

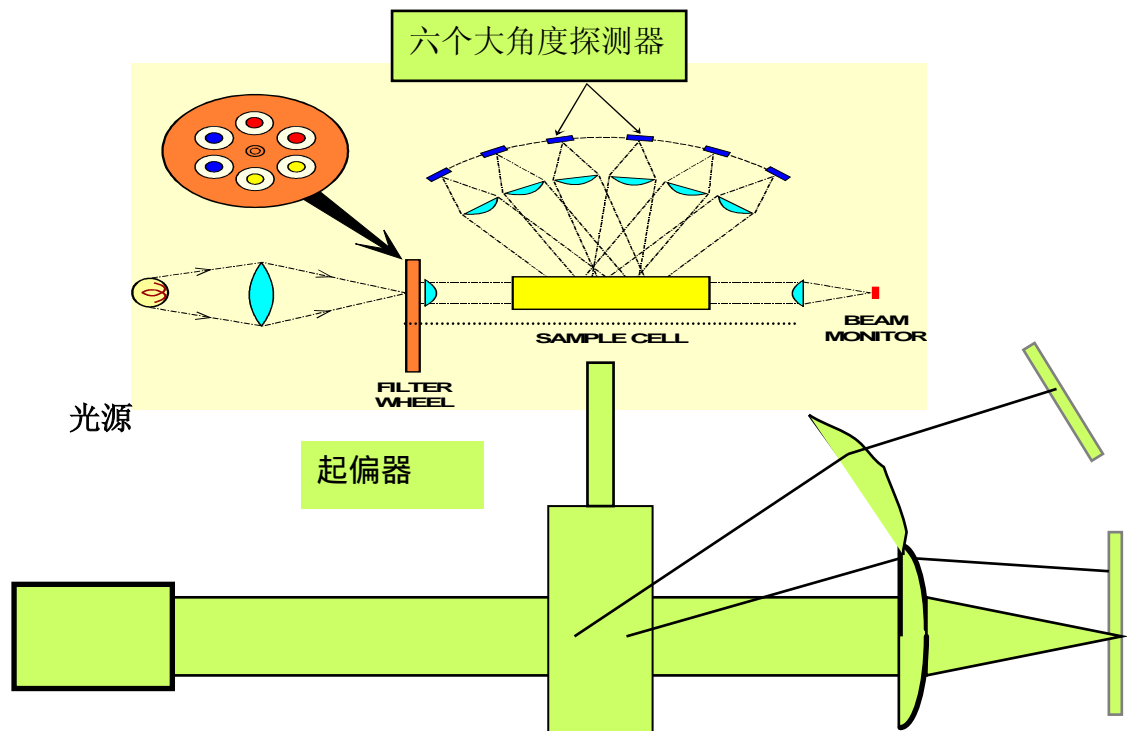
一般的大角度散射分析技术

➤ 采用单波长，配合大角度探测器的分析技术

需要改进的问题

- 在大角度进行检测虽可获得亚微米颗粒的更多信号，
- 但由于采用单色光，其信号差异较小，分辨率低。

库尔特多波长偏振光强度差分析法



起偏器可产生三种波长的、分别为水平、垂直方向的共六种偏振光。

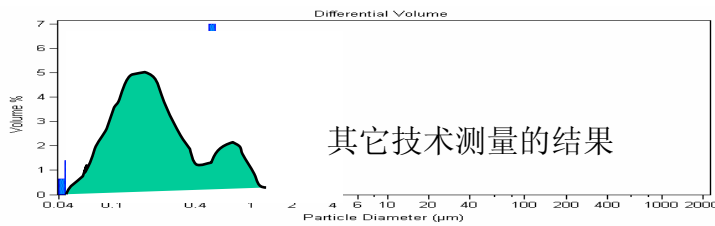
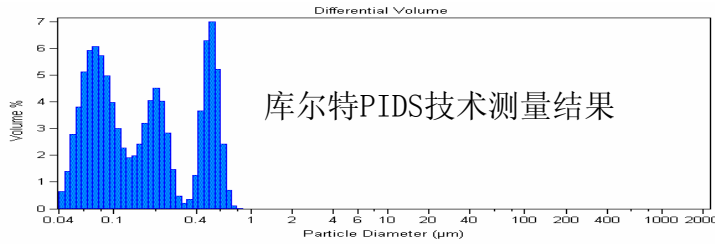
理论依据

--为何采用多波长？

--为何采用偏振光强度差？

- 粒径大小在入射光波长10%~60%范围内的颗粒，对入射光产生较强散射光，因此采用多种波长的光逐段进行分析，可有效去除其它颗粒的干扰光。
- 颗粒越小，其对水平和垂直两种方向的偏振光散射光强度差异越大，反之亦然，所以偏振光强度差信号使分辨率获得提高。
- 因此，6个角度检测器所获信号的纯度和信息量都大大提高。

偏振光技术与其它技术对比



对Duke公司
三组份亚微米标
准颗粒混合样品
分析结果。
83nm

LS系列激光粒度分析仪

仪器特点：

- 一次性分析范围宽 粒度测量范围：0.04 ~ 2,000 μm。
- 速度快、重现性好 分析时间：5-90秒，重复性优于0.5% 准确性优于99.5%。
- 操作简单，全自动程度高。
- 分辨率优，解析度高。
- 软件界面友好，中英文显示，能提供各种粒度统计数据。
- 可靠性高，维护保养简单方便。
- 多种样品台 湿法样品台3种，干法1种。
- 分析样品范围广 各类粉体颗粒，悬浊液中颗粒物，乳化液 中乳珠。

技术特点：

- 全程米氏理论及弗兰候夫理论，符合ISO13320标准。
- 双镜头专利技术：主光路同时设置二个镜头。保证全量程测量一次完成。并使小颗粒测量消除相同颗粒平行光误差。
- 多波长极化光强差分散射 (PIDS) 专利技术和6枚检测器18个数据点完成0.4μm以下颗粒测量，数据真实可靠。接收水平和垂直衍射光的光强差。以保证小颗粒的检测获得真正的测量值。
- 750nm固体激光器，工作寿命达7万小时以上，不工作时无损耗。
- 132枚检测器在前向四个象限交叉排布和背向布排。最大检测角150度，信息完整。
- 132枚检测器均有独立的放大器，并行输出检测信号，信息完整，优于串行扫描方式。

- 116个通道，与检测器成对数关系，每一个数据均为真正测量值，完整精细，解析度高。
- 光纤连接固体激光发生器与激光投射镜头，更换激光器不会影响仪器性能。
- 32枚检测器参与光路对焦和全程米氏理论保证了颗粒粒度测量的准确性和真实性。
- 仪器验收：可进行三峰样品的测试验收。