

颗粒计数器计量校准的讨论

摘要：颗粒计数器校准油相颗粒标准物质保证颗粒度领域的量值溯源与传递。本文结合国内外颗粒计数器校准油相标准物质发展与应用，详细分析了我国颗粒计数器校准油相标准物质组成、分类、研制和应用，说明现有的种类与颗粒计数器校准领域目前的技术发展状况基本相适应，满足颗粒度领域的计量量值传递体系的服务需求，利于颗粒度领域的计量管理和量值统一。

关键词：颗粒计数器校准；油相标准物质；液体自动颗粒计数器

1 前言

颗粒计数器校准属于新兴的边缘计量学科，由于颗粒度测试技术不断与各种高新技术的融合，颗粒度测试技术已趋向成熟，已广泛应用于航空、航天、船舶、兵器、核工业、电力、冶金、化工、能源等行业。为了保证颗粒度测量仪器量值准确可靠，应按期计量进行量值溯源，众多国家普遍采用标准物质构成颗粒度的量值传递模式，其中油相颗粒标准物质应用最为广泛，我国基本采用油相颗粒标准物质实施颗粒度量值的传递。通过油相颗粒标准物质建立不间断的比较链与最高颗粒计数器校准标准建立起统一的量值关系，因此，颗粒计数器校准油相颗粒标准物质得到广泛的开发与应用。

2 颗粒计数器校准油相标准物质组成

颗粒计数器校准油相标准物质是一种以固体颗粒为材质、洁净油液为载体配制的标准颗粒悬浮液，它性能稳定，具有量值准确的定值和测量不确定度。国内外颗粒计数器校准油相标准物质的基本组成一样，由基础载液和标准粉尘组成，随着颗粒计数器校准发展，基本组成的成分也随之发生变化。

2.1 基础载液

国际上颗粒计数器校准油相标准物质的基础载液选择通常采用美国空军在 20 世纪 50 年代初期研制 MIL-H-5606 航空液压油，其基础油是精制的轻柴油馏分。由于其性能稳定，粘度适中，价格不高且易得，因此被国外大多数机构和国际标准化组织选作液压系统污染试验用标准流体，在颗粒计数器校准和污染控制领域获得广泛应用。我国的基础载液选择采用 GJB1177-1991《石油相航空液压油》规定的国产 YH 型航空液压油，与 MIL-H-5606 技术指标基本一致。

2.2 标准粉尘

标准粉尘按照颗粒形状不同，分为规则形和不规则形两种。规则形的标准粉尘通常由相同或近似相同粒径的颗粒组成，一般称为单分散球形颗粒，通常采用折光系数约为 1.59 的聚苯乙烯或交联聚苯乙烯单分散球形颗粒粉作为规则形颗粒标准粉尘，该粉尘通过化学方法采用气溶胶颗粒发生器制备而成，颗粒的圆直径为颗粒的尺寸，粒径范围为 $1\mu\text{m}$ — $150\mu\text{m}$ 。

不规则形标准粉尘通常采用收集某区域特定的自然粉尘，经过特殊工艺加工分级，由多种不同粒径的颗粒混合而成，其化学成分和粒径分布与实际颗粒度领域检测固体污染度杂质的主要的化学成分和粒径分布一致。通常将不规则形标准粉尘分为 ISO ACFTD（Air Cleaner Fine Test Dust）和 ISO MTD（Medium Test Dust）两种，分别以颗粒最长弦和颗粒投影等效圆面积的直径定义这两类标准粉尘颗粒尺寸。

ISO ACFTD 是空气滤清器精细试验粉尘的英文缩写，由美国通用汽车公司的 AC 火花塞分批生产。ISO ACFTD 通过收集美国亚利桑那州特定区域内的沙漠沙，经球磨后分级而成，粒径范围为 $1\mu\text{m}$ — $100\mu\text{m}$ ，采用罗勒分析器或激光衍射技术来测定每批的平均体积颗粒尺寸分布。目前，ISO ACFTD 粉尘已经停止生产，逐渐退出颗粒计数器校准领域。

ISO MTD 是 ISO 中级试验粉尘的英文缩写，由美国粉末技术公司进行生产。ISO MTD 也是通过收集美国亚利桑那州特定区域内的沙漠沙，只不过是采用干式喷磨法加工生产而成，其

平均体积颗粒尺寸分布是采用库尔特多尺寸分析器的电极区分技术进行测定的,为了与 ISO ACFTD 区别其粒径采用 μm (c) 表示,其中 (c) 是英文“certified”的缩写,是经过验证的意思,粒径范围为 $1\mu\text{m}$ — $50\mu\text{m}$ (c)。ISO MTD 已经在颗粒计数器校准领域中替代 ISO ACFTD。

3 颗粒计数器校准油相标准物质研制

颗粒计数器校准油相标准物质研制过程中,为了保证批与批之间的均匀性、一致性和稳定性,必须对标准物质的制备工艺、均匀性和稳定性评定要求、定值方法、不确定度评定方法、包装方式、检验规则等相关技术内容进行统一的规定和要求。按照 JJG 1006-1994 《一级标准物质技术规范》要求,颗粒计数器校准油相标准物质研制步骤基本有以下四个方面:首先,选择合理的制备程序、工艺,并防止外来污染及待定特性量的量值变化,采用满足颗粒计数器校准特殊要求无色透明平底瓶子分装包装储存,便于在校准过程中随时观察标准物质的用量与状态;然后按照随机数表由同批制备的样品中随机抽取样品,组成检查样本,进行均匀性检验;再则标准物质在规定的储存或使用条件下,定期进行稳定性检验;最后在均匀性检验和稳定性检验合格后进行定值并评定不确定度。其中标准物质定值方法是标准物质研制的关键技术,定值是对标准物质的赋值。在颗粒计数器校准油相标准物质定值方法研究中,国内外颗粒度领域基本采用相同原理的方法,采用绝对测量方法对颗粒计数器校准油相标准物质进行定值。一般通过膜分离技术,将单位体积的颗粒计数器校准油相标准物质中的固体颗粒收集在超细的微孔滤膜上,使用光学显微镜或扫描电子显微镜采集微孔滤膜上颗粒的特征图像,采用软件统计分析不同颗粒粒径的数量及大小,得出最终定值结果。

颗粒计数器校准油相标准物质应用汇总

校准项目	标准物质名称	材 质	粒径范围	验证仪器
尺寸校准	不规则形颗粒油相标准物质	ISO ACFTD	$1\mu\text{m}$ — $100\mu\text{m}$	PLD-0201 油液颗粒度分析仪 普洛帝服务中心
		ISO MTD	$4\mu\text{m}$ — $30\mu\text{m}$ (c)	
	规则形颗粒油相标准物质	单分散球形颗粒	$2\mu\text{m}$ — $100\mu\text{m}$	
分辨力	规则形颗粒油相标准物质	单分散球形颗粒	$2\mu\text{m}$ — $50\mu\text{m}$	

4 颗粒计数器校准油相标准物质应用

颗粒计数器校准油相标准物质可用于仪器校准、评价测量方法和给物质赋值等领域,目前主要应用于液体自动颗粒计数器计量。液体自动颗粒计数器在使用过程中,由于电子电路的漂移、老化,光学元件的位移、磨损等,电气参数与光学参数是处于不断变化之中的。因此,为了保证测试结果准确可靠,每隔六个月至一年,必须对其进行校准,最长周期不得超过一年。国内外根据液体自动颗粒计数器的主要性能参数,制定其计量项目一般为七个:尺寸校准、阈值噪声水平、取样体积误差、体积测量变动系数、重合误差极限、流速极限和分辨力,颗粒计数器校准油相标准物质主要应用于尺寸校准和分辨力这两个项目。

尺寸校准结果的准确与否,对液体自动颗粒计数器的测量结果起着决定性的影响,是整个液体自动颗粒计数器校准的核心,是每次校准必不可少的项目。分辨力决定了液体自动颗粒计数器相邻两通道所能检测颗粒尺寸的最小差值,对不同尺寸的颗粒,分辨力是不同的,颗粒尺寸越大,分辨力越好;颗粒尺寸越小,分辨力越差,分辨力测试是判别仪器的性能优劣的最佳参数。

分辨力采用单分散标准颗粒校准方法进行校准,尺寸校准的方法有两种:单分散标准颗粒校准方法和多分散标准颗粒校准方法。单分散标准颗粒校准方法是采用近单分散的标准颗粒应用半计数法或移动窗口半计数法进行校准的。多分散标准颗粒校准方法采用多分散不规则形标准颗粒应用颗粒计数比较法进行校准。

5 结论

颗粒计数器校准油相标准物质保证颗粒度测试仪器校准结果的准确性和一致性,使颗粒度量值正确传递,有利于颗粒度领域计量管理和量值统一,现有的种类与颗粒计数器校准领域目前的技术发展状况基本相适应,满足污染控制领域的计量量值传递体系的服务需求。然而,随着颗粒度测试领域持续发展的需要,新型不同种类的颗粒计数器校准油相标准物质颗粒研发与应用前景更加广阔。