

JJG1061-2010

《液体颗粒计数器》检定规程解读

刘俊杰 张文阁 胡向军 郝新友

一、概述

液体颗粒计数器是测量悬浮于液体中固体颗粒粒径和数量浓度的仪器,广泛应用于医疗、制药、机械、电力等行业的颗粒污染控制及检测。液体颗粒计数器可以快速、有效地检测液体中的固体颗粒数量浓度,了解其清洁度、污染度状况,从而有效保证产品质量、设备正常运行等。而《液体颗粒计数器》检定规程的制定对于开展仪器检定、校准,为保证仪器检测结果的准确可靠提供了可靠的技术依据和保障。

中国计量科学研究院承担了JJG1061—2010《液体颗粒计数器》检定规程的制定工作。该规程于2010年9月6日由国家质检总局发布,并于2010年12月6日正式实施,为使读者能更好地理解规程内容并进一步正确执行规程中的方法,本文将重点对规程中的仪器分类方法、检定方法的选择及制定作具体说明和介绍。

二、仪器分类及规程检定范围

目前,液体颗粒计数器种类繁多,按照仪器原理可分为光阻法、电阻法和光散射法,其中光散射法的粒径测量范围较小(通常为 $0.1\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$)。按照仪器测量用途可分为测量水介质和测量油介质两大类,主要应用领域为制药和油液污染度监测。按仪器测量方式可分为固定粒径挡、可调粒径挡和不设粒径挡三类,固定粒径挡是指仪器的粒径测量区域固定而无法调节,可调粒径挡是指仪器的粒径测量区域可以调节,用户可根据仪器的阈值—粒径曲线随意调节仪器的测量粒径挡,而不设粒径挡则是指仪器在其全量程范围内不设粒径测量区域。

JJG1061—2010只对电阻法和光阻法液体颗粒计数器进行技术规定,且在JJG1061—2010制定过程中,针对不同原理、不同测量领域、不同测量方式仪器的自身计量特性,结合相关领域需求,确定了仪器的技术指标及检定方法。

三、规程检定项目、方法及相关说明

JJG1061—2010中主要对取样体积相对误差、粒径测量、粒径挡设定的相对误差、粒径测量重复性、粒径测量分辨力、颗粒计数相对误差、颗粒计数重复性等主要性能的检定方法和各项指标的要求、检定结果的判定等作了统一的规定。

1. 取样体积相对误差

取样体积相对误差是影响仪器测量结果的主要因素之一,对于大多数的仪器,其取样体积是可以调节的,即用户可以根据需要设定。目前,取样体积的检定主要有重量法和体积法两种,在JJG1061—2010中选用了准确性高、操作性强的重量法。另外,为保证检定结果的准确可靠,在JJG1061—2010附录A中列出了所用清洁液体的密度表及密度测量方法。

此外,由于电阻法类仪器存在一定量的预走体积 V_0 (即样品流经系统并到达体积测量传感器前的样品体积),仪器的样品取样体积无法用该方法校准和检定。因此,在JJG1061—2010中规定电阻法类仪器免作此项检定。

2. 粒径测量或粒径挡设定

不设粒径挡类仪器可直接测得样品的平均粒径、中位粒径等。因此对于该类仪器,检定方法原理及过程相对简单。在JJG1061—2010中将仪器的粒度测量结果与标准物质的标准值比较,从而得到仪器粒径测量的相对误差。

固定粒径挡类和可调粒径挡类仪器,可分为测量水介质和测量油介质两类。JJG1061—2010中要求对测量水介质类仪器进行粒径挡设定相对误差的检定。检定方法原理是以粒度标准物质的粒径分布为基础的,即由仪器测量得到标准物质的累积百分比 α ,再从标准物质证书中查表得到 α 对应的粒径值 D_α ,最后将 D_α 与仪器待检粒径挡 D_d 相比较,得到粒径挡设定相对误差。该方法具有较好的科学和理论依据,准确性高,且与传统的移动窗半计数法和波高分析法相比,具有以下优点:(1)适用范围广,满足固定粒径挡类和可调粒径挡类仪器的检定需求。而移动窗半计数法则不适合固定粒径挡类仪

器。(2)符合我国液体颗粒计数器脱状,且操作简单方便,作为计量检定方法具有很好的可操作性。波高分析法中需将波高分析仪与仪器的信号输出端相连接,但多数液体颗粒计数器并没有该输出端口。

对于测量油介质类仪器,理论上也应该对此项目进行检定,但是由于国际上对此类仪器的使用需求及国内外相关标准物质的局限性,无法实现该项目的检定。因此,JJG1061—2010规定测量油介质类仪器免作此项检定。但是,为了尽可能判定粒径挡设定对最终颗粒计数测量的影响。在“颗粒计数相对误差”项目及检定方法中作了特殊要求和说明。

3. 粒径测量重复性

只有不设定粒径挡类仪器具有粒径测量功能,因此,粒径测量重复性是衡量该类仪器计量性能的重要指标之一,而对于固定粒径挡类和可调粒径挡类仪器,由于所设定粒径挡或粒径通道数有限,不能准确测量样品的平均粒径。因此,在JJG1061—2010中只对不设定粒径挡类仪器进行该项目的检定。

4. 粒径测量分辨力

液体颗粒计数器的粒径测量分辨力(以下简称“分辨力”)是指仪器区分不同粒径颗粒的能力。电阻法类仪器是国际公认的分辨力很高的一种粒度测量仪器。通过对国内外电阻法仪器分辨力的检定/校准发现,电阻法类仪器的分辨力很高。且差别不大;而光阻法类仪器的分辨力参差不齐。因此,在JJG1061—2010中规定电阻法类仪器可以免作分辨力检定,而光阻法仪器则必须作此项检定。

光阻法类仪器的种类多、应用范围广,很难采用一种方法对我国现有光阻法类仪器的分辨力进行有效的判定。因此,在JJG1061—2010中,结合我国现有液体颗粒计数器的现状和行业领域需求,对测量水介质和油介质的仪器分辨力的检定进行了分别规定。

对于测量水介质类仪器,采用了《中国药典》中的方法,并对其进行了优化和改进(具体方法参见JJG1061—2010之7.3.6.1)。改进后的方法具有以下优点:

(1)方法更加合理、严谨。通过对仪器双边(即大于和小于 $10\mu\text{m}$ 处)分辨力的检定,能够全面评价仪器分辨力。

(2)具有可靠的理论基础,与其他方法具有可比性。例如,根据《美国药典》中的分辨力检定方法,若所测标准物质的 $D_{50}=10\mu\text{m}$ 粒径分布标准偏差为 $5\%(\sigma_p=0.5)$,那么根据公式 $R=$

$\frac{\sqrt{\sigma^2-\sigma_p^2}}{x_p} \times 100\%$,当 $\sigma \leq 1.12$ 时,仪器分辨力 $R \leq 10\%$,则可判定仪器分辨力合格。而JJG1061—2010中的检定方法是以正态分布函数为理论基础的,在该方法中, $\frac{\Delta N}{N_i}$ 的含义为:粒径 \geq

$10\mu\text{m}$ 的颗粒中,粒径介于 $(10\sim 12)\mu\text{m}$ 范围内颗粒所占百分数。因此,按照正态分布的定义,若标准粒子的 $D_{50}=10\mu\text{m}$,粒径分

布标准偏差 $\sigma_p \leq 1.12$,查表得到 $\frac{\Delta N}{N_i} \geq 92.5\% \approx 90\%$ 。可以看到,这两种方法的检定结果具有较好的一致性和可比性。

(3)对仪器分辨力进行了分级(A级: $R \geq 190\%$;B级: $68\% \leq R < 90\%$)。这样不仅可有效评价仪器的分辨力性能,还可满足不同行业的需求。

对于测量油介质类仪器,采用与我国国家标准GB18854—2002中相一致的方法,并对其操作步骤进行了简化,具体方法可参见JJG1061—2010之7.3.6.2。

5. 颗粒计数相对误差

颗粒计数相对误差也被称为计数效率。而对颗粒计数相对误差的检定,国际通用的方法就是将仪器测量值与标准物质标准值进行比较并计算得到,对于测量水介质和油介质类仪器需选用不同的标准物质,分别为水中颗粒计数标准物质(单分散颗粒)和油中颗粒标准物质(多分散颗粒,如AC或MTD)。

测量水介质类仪器的检定方法,在ISO21501—3:2007《粒径分布测量—液体颗粒计数器》和《中国药典(2005年版)》中都有介绍和规定。通过在科学实验的基础上对两种方法的比较,JJG1061—2010最终选用ISO21501—3中的方法,且规定只在仪器的常用测量范围 $(5\sim 25)\mu\text{m}$ 中选择一种标准物质进行检定。原因:(1)ISO21501—3中的方法科学合理、易于操作,能够有效避免仪器粒径挡设定给颗粒计数测量带来的不确定度;(2)影响颗粒计数相对误差的因素主要有仪器粒径挡设定相对误差、取样体积相对误差等,而在JJG1061—2010中已对上述计量性能进行了评价。因此,在进行颗粒计数相对误差评价时无需考虑上述因素的影响;(3)在仪器的不同测量区域、颗粒计数准确性并无太大变化。

对于测量油液介质类仪器,由于JJG1061—2010没有对仪器粒径挡设定准确性进行评价和考察,因此,在评价仪器颗粒计数相对误差时需要考虑到粒径挡设定对测量结果的影响。且在仪器不同测量区域内,粒径挡设定准确与否是颗粒计数测量误差的主要来源。因此JJG1061—2010规定:对于测量油液介质的仪器,选择油中颗粒标准物质,根据仪器测量范围,在 $(1\sim 50)\mu\text{m}$ 测量区域内设定 $(4\sim 5)$ 个粒径测量点 D_i 。对标准物质重复测量3次,分别记录 $\geq D_i$ 的颗粒数量浓度测量值 N_{di} 。这就充分考虑了在仪器不同测量区域内粒径挡设定对颗粒计数准确性的影响。

6. 颗粒计数重复性

颗粒计数测量是液体颗粒计数器的主要测量功能,因此,仪器计数重复性也是该类仪器的重要技术指标。在JJG1061—2010中选用最常用的标准差法评价仪器的重复性,具体过程可参见JJG1061—2010之7.3.8。

注:刘俊杰、郝新友、张文阁为JJG1061—2010的主要起草人。

作者单位:刘俊杰 张文阁 胡向军 中国计量科学研究院、郝新友 航空工业颗粒度计量测试站

上海罗湾实业有限公司

ShangHai LUWATECH Industrial Co.,Ltd

地址:上海浦东新区康桥东路333号9栋

TEL:13917337146 (微信) 021-58073569

E-mail:maorong.long@luowansy.com

<https://luwatech.1688.com>

<http://www.luowansy.com>

<http://www.luwatech.com.cn>

颗粒计数器专业供应商