



中华人民共和国国家标准

GB/T 18854—2015
代替 GB/T 18854—2002

液压传动 液体自动颗粒计数器的校准

Hydraulic fluid power—Calibration of automatic particle counters for liquids

(ISO 11171:2010, MOD)

2015-12-31 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
引言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 材料和设备	2
5 自动颗粒计数器校准流程	3
6 尺寸校准程序	5
7 数据表示	9
8 标注说明	9
附录 A (规范性附录) APC 初始检查程序	11
附录 B (规范性附录) 重合误差测定程序	14
附录 C (规范性附录) 流量极限测定程序	17
附录 D (规范性附录) 分辨力测定程序	20
附录 E (规范性附录) 颗粒计数准确度校验程序	24
附录 F (规范性附录) 瓶装二级校准悬浮液样制备和校验程序	26
附录 G (资料性附录) 计算实例	29
附录 H (资料性附录) 校准液样颗粒尺寸分布校验程序	33

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 18854—2002《液压传动 液体自动颗粒计数器的校准》。与 GB/T 18854—2002 相比,主要技术变化如下:

- 增加了自动颗粒计数器的定义(见 3.1)。
- 修改工作流速为工作流量(见 3.6,2002 年版 3.5)。
- 修改一次校准为一级校准(见 3.9,2002 年版 3.8)。
- 修改二次校准为二级校准(见 3.10,2002 年版 3.9)。
- 修改了校准流程,不再强制要求按规定的先后顺序校准(见 5.1,2002 年版 5.1)。
- 增加了注释,对如何发现自动颗粒计数器校准中的变化提供指导(见 5.1)。
- 增加了颗粒计数要求。为便于在颗粒通道设置时有效统计数据,要求应至少计数 5 000 个颗粒数(见 6.3)。
- 修改了重合误差数据处理方法。重合误差测定不再要求制备并分析 0% 的试样,而是修改为要求重合误差测定的回归方程直接通过坐标原点(见 B.4 与 B.7,2002 年版的 B.4、B.7)。
- 修改了流量极限测定要求。将仪器区分为固定流量和可调整流量瓶取样器。对于固定流量的仪器,只要求进行能够持续提供恒定流量在 3% 以内的测试验证。对于可调整流量的仪器,本标准不仅要求进行能够持续提供恒定流量在 3% 以内的测试验证,还要求测定其工作流量和流量极限(见附录 C,2002 年版附录 C)。
- 修改了可接受的分辨力限值,将自动颗粒计数器可接受的分辨力限值从 10% 增加到 15%(见 D.12,2002 年版 D.12)。
- 修改了校验粉末的要求。要求使用 NIST RM 8632 粉末校验计数准确度,不再允许使用 ISO UFTD (见 E.3,2002 年版 E.3)。
- 增加了如何建立校准曲线的实例(见附录 G)。
- 增加了附录,对校准液样颗粒尺寸分布的校验提供指导(见附录 H)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 11171:2010《液压传动 液体自动颗粒计数器的校准》(英文版)。

本标准与 ISO 11171:2010 的技术性差异及其原因如下:

- 关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:
 - 用 GB/T 17446 代替了 ISO 5598(见第 3 章);
 - 用 GB/T 17484 代替了 ISO 3722(见 4.9);
 - 用 GB/T 18853 代替了 ISO 16889(见 4.2,F.2);
 - 用 GB/T 28957.1 代替了 ISO 12103-1(见 4.6);
 - 用 GB/T 29024.3 代替了 ISO 21501-3(见 6.8);
 - 增加了 JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程(见 4.9)。

本标准做了下列编辑性修改:

- 修改表 1 的脚注 a 为表内叙述,并增加“注”。
- 修改了含有百分比公式的表达方式,以规范表达。
- 修改了流程图开始和结束的表达方式,以规范表达。

GB/T 18854—2015

——删除了 ISO 11171:2010 中的“附录 G”和“文献目录”，因为此两项内容对本标准的使用关系不大，且增加了标准的篇幅。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国液压气动标准化技术委员会(SAC/TC 3)归口。

本标准负责起草单位：国防科技工业颗粒度一级计量站。

本标准参加起草单位：成都以太航空保障工程技术有限责任公司、九江七所精密机电科技有限公司、北京化工大学。

本标准主要起草人：郝新友、张素芳、李建明、耿聪、高振萍、陈建萍、李方俊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 18854—2002。

引 言

在液压系统中,功率是借助于密闭回路中的受压液体来传递和控制的。该液体既是润滑剂又是功率传递介质。可靠的系统工作性能,需要对液体中的污染物加以控制。为了定量、定性地测定液体中的颗粒污染物,需要准确地取样并精确测定污染物的尺寸分布和浓度。液体自动颗粒计数器是一种合适的且广泛使用的设备,可用来测定污染颗粒的尺寸分布和浓度。仪器的准确度通过校准来保证。

本标准规定了一个推荐的标准校准程序,用于确定颗粒尺寸和计数准确度。一级颗粒尺寸校准使用 NIST SRM 2806 悬浮液进行校准,这种悬浮液的颗粒尺寸分布已经通过了 NIST(美国国家标准技术研究院)定值。可溯源到 NIST 的二级校准方法使用 ISO MTD 悬浮液进行校准,但是该悬浮液需采用一台经一级校准方法校准过的液体自动颗粒计数器进行分析。浓度极限要通过使用一系列的浓缩悬浮液的稀释液进行测定。

应用本标准还可以确定仪器的工作和性能极限。

液压传动 液体自动颗粒计数器的校准

1 范围

本标准规定了液体自动颗粒计数器的校准方法和程序,包括:

- a) 对于可分析瓶装液样的液体自动颗粒计数器进行一级颗粒尺寸校准,测定计数性能和传感器分辨力;
- b) 使用经一级校准的液体自动颗粒计数器验证的悬浮液进行二级颗粒尺寸校准;
- c) 确定合格的工作范围和性能极限;
- d) 使用 RM 8632 校验颗粒传感器的性能;
- e) 测定重合误差极限和流量极限。

2 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅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 17446 流体传动系统及元件 词汇(GB/T 17446—2012,ISO 5598:2008,IDT)

GB/T 17484 液压油液取样容器 净化方法的鉴定和控制(GB/T 17484—1998,idt ISO 3722:1976)

GB/T 18853 液压传动过滤器 评定滤芯过滤性能的多次通过方法(GB/T 18853—2015,ISO 16889:2008,MOD)

GB/T 28957.1 道路车辆 用于滤清器评定的试验粉尘 第 1 部分:氧化硅试验粉尘(GB/T 28957.1—2012,ISO 12103-1:1997,MOD)

GB/T 29024.3 粒度分析 单颗粒的光学测量方法 第 3 部分:液体颗粒计数器光阻法(GB/T 29024.3—2012,ISO 21501-3:2007,IDT)

JJG 196—2006 常用玻璃量器

3 术语和定义

GB/T 17446 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

自动颗粒计数器 automatic particle counter;APC

能够对悬浮在流体中的某一尺寸范围的单个颗粒自动计数并测量尺寸的仪器。

注:自动颗粒计数器至少由颗粒传感器、按可控流量传送特定体积液样到传感器的装置、信号处理器、将传感器输出的单个颗粒的尺寸转换为颗粒尺寸分布的分析器和输出液样颗粒尺寸分布结果的装置组成。典型的颗粒尺寸测量原理有散射原理和遮光原理。

3.2

阈值噪声水平 threshold noise level

传感区无流体流动,且由电噪声产生的脉冲计数频率不超过 60 个/min 时,自动颗粒计数器的最低设定电压值。

GB/T 18854—2015

3.3

传感区 sensing volume

液流通过的并且光学系统由此收集光信号的传感器的光照区。

3.4

分辨力 resolution

自动颗粒计数器区分尺寸相近的不同颗粒的测量能力。

3.5

重合误差极限 coincidence error limit

当传感器的传感区同时出现多个颗粒,且计数误差小于 5%时,自动颗粒计数器能够计数的 NIST RM 8632 的最高颗粒数量浓度。

3.6

工作流量 working flow rate

尺寸校准时液样分析采用的通过传感器的流量。

3.7

颗粒尺寸 particle size

使用扫描电子显微镜确定的、或使用校准过的液体自动颗粒计数器确定的颗粒投影面积的等效圆直径。

注 1: 所用的自动颗粒计数器是按照本标准校准过的,除非另有说明。

注 2: NIST 使用了扫描电子显微镜测量其标准物质颗粒投影面积的等效圆直径。

3.8

颗粒尺寸分布 particle size distribution

按颗粒尺寸函数表示的颗粒数量浓度。

3.9

一级校准 primary calibration

使用 NIST SRM 2806 进行的尺寸校准。

注 1: 校准程序详见第 6 章。

注 2: NIST SRM 2806 详见 4.4。

3.10

二级校准 secondary calibration

使用校准悬浮液进行的尺寸校准。

注 1: 校准程序详见第 6 章。

注 2: 校准悬浮液按附录 F 配制。

4 材料和设备

4.1 聚苯乙烯乳胶球,近似单分散,悬浮于水溶液中。按附录 D 测定分辨力时,应采用的标称直径为 10 μm;按第 6 章尺寸校准时,如果需要校准的颗粒尺寸大于或等于 50 μm,则应采用其他大于 50 μm 的标称直径。在特定情况下,也可以使用其他尺寸的聚苯乙烯乳胶球,但不管采用哪种尺寸,其尺寸的变异系数都应小于 5%。供应商应提供每批聚苯乙烯乳胶球的分析证书,并指明其颗粒尺寸是采用可溯源到国家或国际标准的技术测量的。

聚苯乙烯乳胶球悬浮液一旦被打开,应在 3 个月内使用,除非其尺寸分布和悬浮液的清洁度被证实没有改变。

注 1: 聚苯乙烯乳胶球的尺寸分布和清洁度可使用 D.13 叙述的方法校验。

注 2: 在水悬浮液中的聚苯乙烯乳胶球具有一定的保质期,它的贮存期限随温度和悬浮液中微生物污染等因素的变化而变化。

4.2 清洁稀释液,由 GB/T 18853 使用的试验液和抗静电添加剂组成,室温下其电导率应为 $(2\,500 \pm 1\,000)$ pS/m,且其所含的颗粒数量浓度应少于校准中所测最小颗粒尺寸颗粒数量浓度的 0.5%。

4.3 清洁气溶胶 OT 稀释液,用于按附录 D 测定传感器的分辨力(4.2 中规定的清洁稀释液适用于本标准其他各部分)。其浓缩液的制备方法是,在每升清洁稀释液中加入 120 g 气溶胶 OT,然后加热至 60 °C 并搅拌,直至气溶胶 OT 全部溶解。将已准备好的气溶胶 OT 浓缩液用清洁稀释液稀释,直至最终气溶胶 OT 的浓度为 12 g/L。清洁气溶胶 OT 稀释液的清洁度应与 4.2 规定的稀释液清洁度相同。

警告:为安全操作和使用,应遵循材料安全数据表(可从气溶胶 OT 的供应商处获得)中所述的预防措施。

气溶胶 OT(二辛基磺酸钠盐)是一种蜡状吸水性固体。如果在使用前出现潮湿或吸收了水分,则应在 150 °C 温度下将其至少干燥 18 h。

4.4 NIST 一级校准悬浮液样(SRM 2806x),其中字母 x 是 NIST 用于标识其一级校准悬浮液样的批号。一级校准应使用 SRM 2806。

注: ISO/TR 16144 详述了 SRM 2806 标准物质的制备程序。

4.5 NIST 标准粉末(RM 8631),用于二级校准(见 6.1),使用前应在 110 °C ~ 150 °C 温度下至少干燥 18 h。

4.6 ISO 中级试验粉末(MTD),与 GB/T 28957.1 一致,使用前应在 110 °C ~ 150 °C 温度下至少干燥 18 h。

4.7 NIST 标准粉末(RM 8632),用于测定体积测量变异系数(附录 A)、重合误差极限(附录 B)、流量极限(附录 C)以及检验颗粒计数的准确度(附录 E),使用前应在 110 °C ~ 150 °C 温度下至少干燥 18 h。

注:在 4.4、4.5、4.6 和 4.7 中规定的标准物质均基于现行文件,当新批次生产时可能有变化。建议本标准的使用者确保采用最新批次的标准物质。

4.8 液体自动颗粒计数器,具有瓶取样器。

4.9 清洁取样容器(带有密封盖,例如,合适的瓶盖)和玻璃量器(优于 JJG 196—2006 规定的 B 级)。其中,取样容器、密封盖以及玻璃量器中的颗粒数量,均应小于所测液样颗粒数量(大于规定的最小颗粒尺寸)的 0.5%。其整体清洁度应满足 GB/T 17484 的规定。

4.10 机械振荡器,适用于所分散的悬浮液,例如,涂料振荡器或实验室振荡器。

4.11 超声波清洗器,其底部面积的功率密度为 $3\,000\text{ W/m}^2 \sim 10\,000\text{ W/m}^2$ 。

4.12 线性绘图纸或计算机绘图软件。

4.13 双对数绘图纸或计算机绘图软件。

4.14 分析天平或电子天平,其性能应满足最低指标:

- a) 读数精度:0.05 mg;
- b) 准确度(与真实质量的一致性): $\pm 0.05\text{ mg}$;
- c) 精度(重复性):0.05 mg;
- d) 带有前门或侧门以及顶盖,可消除气流的影响。

5 自动颗粒计数器校准流程

5.1 图 1 和表 1 分别给出了自动颗粒计数器的校准流程和校准程序。当接收新自动颗粒计数器时,或者在对自动颗粒计数器或传感器进行检修或调整之后,应按本条款的程序执行(见表 1)。如果出现下列情况则按第 6 章执行:自动颗粒计数器和传感器既未检修也未重新调整;最近一次尺寸校准后,其工作性能未出现可检测到的变化;附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 已事先完成并经确认。图 1 和

表 1 规定的程序和附录的流程仅为推荐的程序,只要完成所有需要的校准,操作者也可以按不同的顺序执行。

注 1: 自动颗粒计数器在交付前,附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 既可以由独立的实验室完成,也可以由供应商完成。

注 2: 对自动颗粒计数器的检修或调整指的是会对其尺寸测量和计数准确度产生影响的维护和检修工作。

自动颗粒计数器工作性能的变化可以通过不同的方法检测,包括但不限于下列几种方法:

- a) 使用先前采集的受控液样的颗粒数据和统计控制图,例如仪器的变动范围图(IMR);
- b) 对比先前的校准曲线;
- c) 将自动颗粒计数器返回供应商处进行检测或评估;
- d) 按 6.2 和 6.3 分析一级或二级校准悬浮液样,然后将颗粒浓度的检测结果与悬浮液样相应的颗粒尺寸分布进行对比。如果结果在表 C.2 规定的最大 D_Q 允许范围内,则自动颗粒计数器的颗粒计数和尺寸测量能力没有出现明显变化;否则,表明已出现明显变化,操作者应按表 1 规定的程序执行;
- e) 按 6.2 和 6.3 分析一级或二级校准悬浮液样,得出 d) 中所述的数据结果,再分析按附录 A 制备的 RM 8632 液样,然后将颗粒浓度的检测结果与表 A.1 规定的极限值进行对比。如果结果在表 A.1 规定的允许范围内,则自动颗粒计数器的颗粒计数和尺寸测量能力没有出现明显变化;否则,表明已出现明显变化,操作者应按表 1 规定的程序执行。

如果光源或光学装置的任一部分进行调整、检修或更换,则重复第 6 章和附录 A、附录 B、附录 D 和附录 E 的程序。

如果传感器或计数电路进行调整、检修或更换,则重复第 6 章和附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 的程序。

如果体积测量系统进行调整、检修或更换,则重复附录 A。

按正常程序清洗、安装电缆或外围设备,更换管线或连接件,以及完成自动颗粒计数器、传感器及体积测量系统不涉及拆卸的操作后,无需重复上述程序。

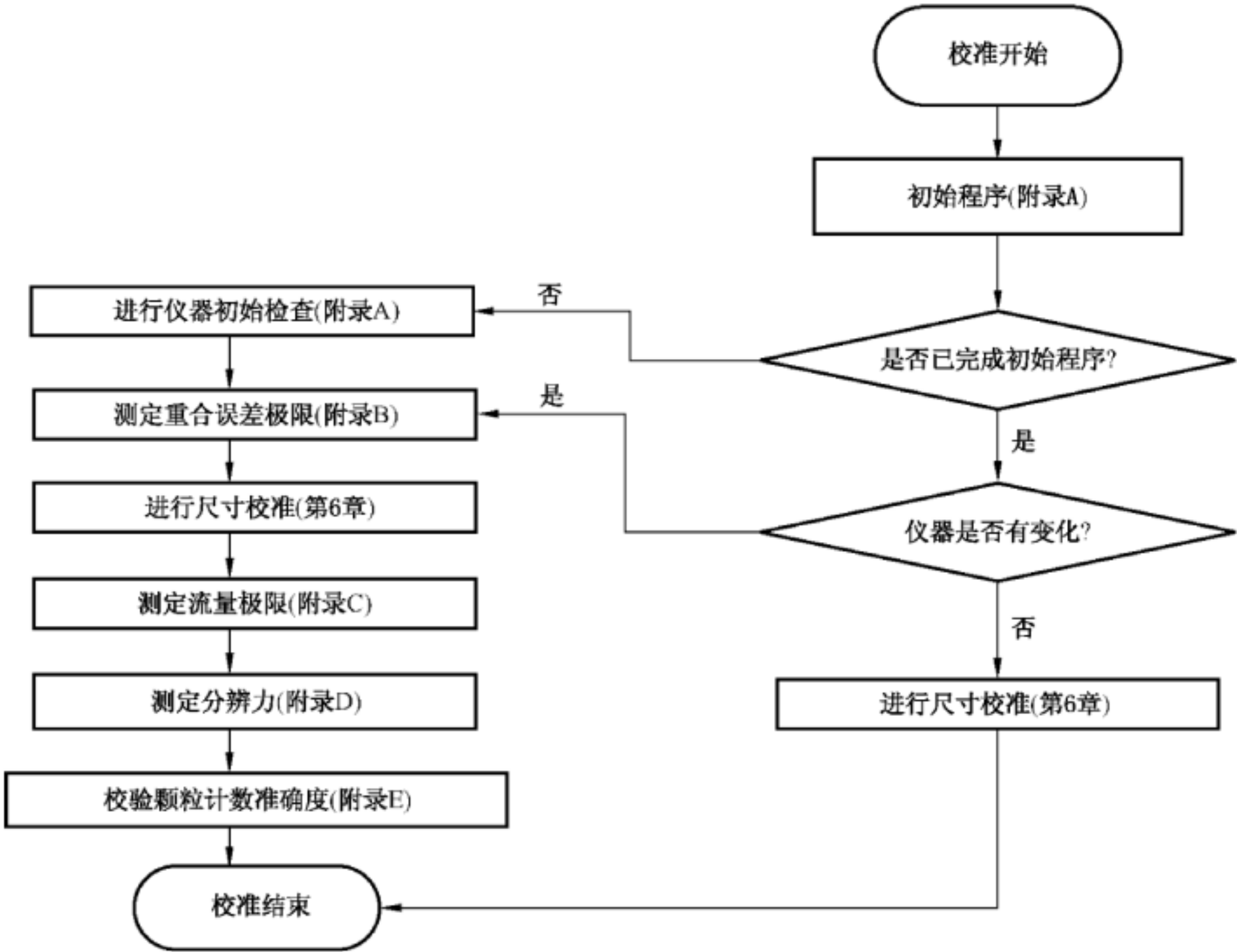


图 1 自动颗粒计数器校准流程图

表 1 自动颗粒计数器校准程序一览表

自动颗粒计数器状态	本标准相关的条款和附录					
	第 6 章 尺寸校准 程序	附录 A 仪器初始 检查	附录 B 重合误差 极限	附录 C 流量极限	附录 D 分辨力	附录 E 准确度
新仪器或现有的仪器未按本标准校准	+	+	+	+	+	+
最近的校准已超过 6 个月~12 个月	+	—	—	—	—	—
怀疑校准有较大的变化	+	—	—	—	—	—
光学装置(包括光源)经检修或调整	+	+	+	—	+	+
传感器或计数电路经检修或调整	+	+	+	+	+	+
体积测量元件(如流量计、量筒、水平检测仪等)经检修或调整	—	+	—	—	—	—
清洗传感器	不必要做					
安装电缆或外围设备	不必要做					
更换管线和连接件	不必要做					
操作不涉及对自动颗粒计数器、传感器、体积测量系统的拆卸	不必要做					
表中提到的检修或调整,仅指影响到自动颗粒计数器精确地测量尺寸和计数能力的维修和调整。为了验证自动颗粒计数器精确地测量尺寸和计数的能力,应按 6.2 和 6.3 分析一级或二级校准悬浮液样,然后将得到的颗粒浓度结果与相应液样的颗粒尺寸分布相比较,如果结果在表 C.2 规定的最大 D_Q 允许范围内,则表明仪器测量尺寸和计数能力未受显著影响;否则,应按表中的规定执行。 注:“+”为校准项目;“—”为非校准项目。						

- 5.2 按附录 A 完成仪器初始检查,包括体积准确度检查。
- 5.3 按附录 B 测定自动颗粒计数器的重合误差极限。
- 5.4 按第 6 章完成尺寸校准程序。
- 5.5 按附录 C 测定自动颗粒计数器的流量极限。
- 5.6 按附录 D 测定自动颗粒计数器的分辨力。
- 5.7 按附录 E 校验颗粒计数准确度。
- 5.8 为了符合本标准的要求,自动颗粒计数器应满足下列条件:

a) 按 5.4 完成校准;

b) 满足 5.2、5.6 和 5.7 规定的体积准确度、分辨力和传感器的性能要求;

c) 按 5.4 确定的校准曲线,并在 5.3 和 5.5 测定的重合误差极限和流量极限范围内工作。

6 尺寸校准程序

6.1 图 2 为尺寸校准流程图。当接收新自动颗粒计数器时,或者在对自动颗粒计数器或传感器进行检修或调整之后,每隔 3 个月~6 个月,应进行尺寸校准。一级校准时,应使用 NIST 校准悬浮液(见 4.4);二级校准时,应使用按附录 F 制备的校准悬浮液。

经过一段时间校准后,自动颗粒计数器和传感器的校准频率可逐渐减少,但相邻两次校准的时间间隔应不超过一年。

所有校准程序都应在同一流速下进行。自动颗粒计数器的流量极限按附录 C 测定。凡未在流量极限内检测的数据都应作废,然后再使用正确的流量重复相应的程序。

应使用与 5.2 相同的取样体积进行尺寸校准,否则,应使用新的取样体积重复 5.2,以避免体积测量的误差。

建议在进行 6.2 之前,先按 A.2 测定自动颗粒计数器的阈值噪声水平,如果阈值噪声水平的变化量较前次测定值超出 30%,则表明仪器的原校准状态发生了变化,此时应检修仪器。如果在进行 6.2 之前,未检查阈值噪声水平,则有可能意味着将时间浪费在校准一台出了问题的仪器上,且颗粒计数数据无效。

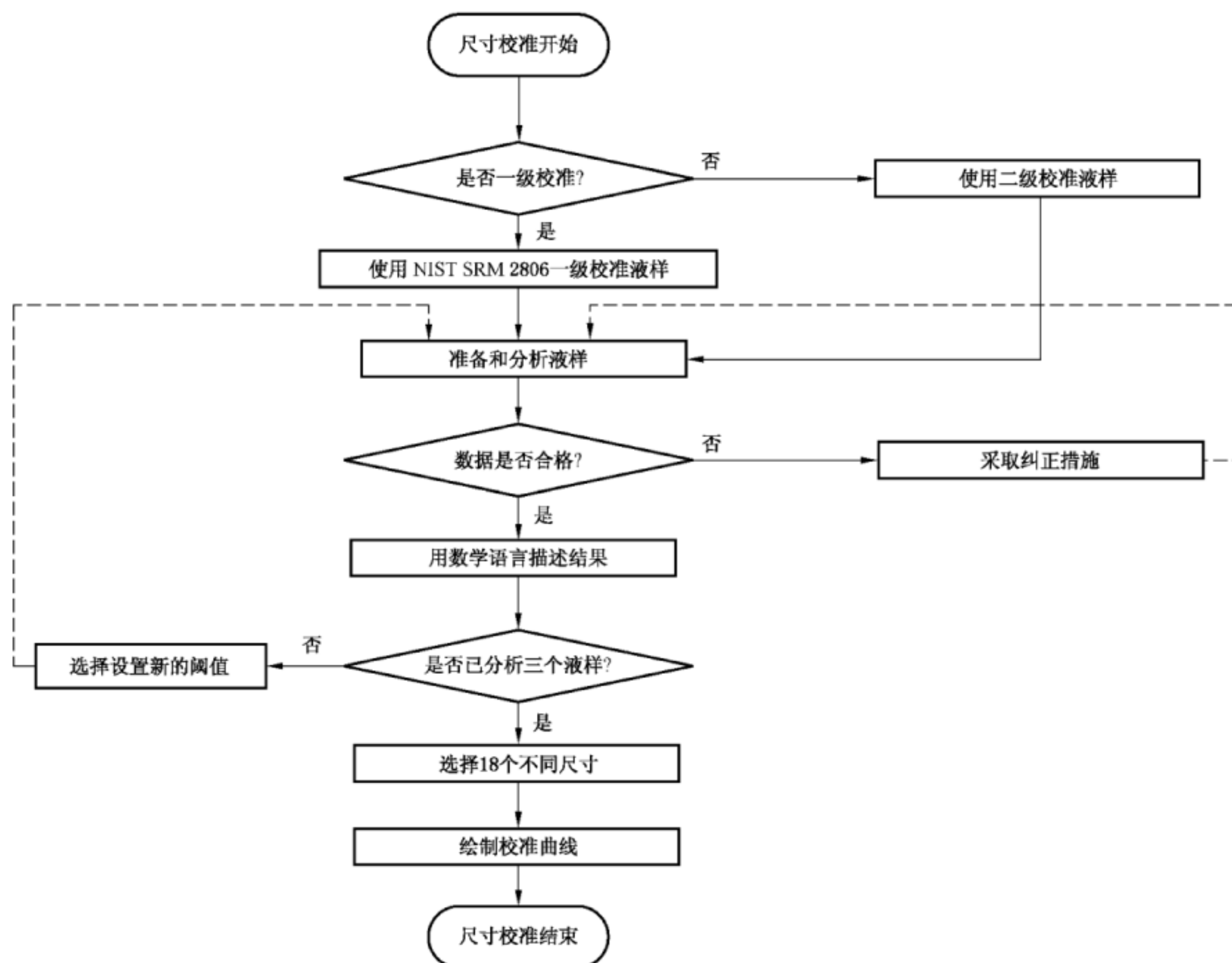


图 2 尺寸校准流程图

6.2 将自动颗粒计数器设置为累积计数模式,且至少采用 6 个不同的计数通道。阈值电压应设置如下:

- 最小阈值电压应至少是仪器阈值噪声水平的 1.5 倍,该值决定了仪器所能检测的最小颗粒尺寸;
- 最大阈值电压受制于仪器的工作电压范围(可与自动颗粒计数器的制造商联系,以确定此项)、校准液样的颗粒尺寸分布和取样体积;
- 中间阈值电压应涵盖所关注的尺寸范围。

按如下方法准备待分析用校准悬浮液样:首先用手使劲摇晃液样,然后超声处理至少 30 s,再将液样放在机械振荡器上摇晃至少 1 min,以使液样中的粉末充分分散。之后连续摇晃液样,直至分析为止。

6.2~6.8 所述的程序,是假定采用手动方式校准阈值设置数量较少的自动颗粒计数器的。此外,也可采用多通道分析仪(MCA)或校准软件按相同的程序完成校准。如果采用 MCA,应首先建立 MCA 测量电压与自动颗粒计数器阈值设定值之间的对应关系。通常,采用校准软件和 MCA 方法比手动方法更快、更准确。

6.3 在真空或超声状态下对液样除气,直至气泡上升至液面,然后将液样瓶缓慢翻转至少 5 次,期间应注意不使液样产生气泡。连续进行至少 5 次颗粒计数,每次取样体积至少为 10 mL,且在最小阈值设定通道上的颗粒数至少为 10 000 个。

按式(1)计算每个通道所测得的颗粒总数 N :

$$N = 5 \bar{X} V \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\bar{X}$ ——每个通道 5 次颗粒计数结果的平均值,单位为个每毫升(个/mL);

V ——单次计数的取样体积,单位为毫升(mL)。

为保证每个通道的颗粒计数结果具有统计意义, N 值应大于或等于 5 000。

按式(2)计算每个通道所测得的最小颗粒计数 $X_{\min}$ 和最大颗粒计数 $X_{\max}$ 之间的差值百分比(D_Q)。

$$D_Q = \frac{X_{\max} - X_{\min}}{\bar{X}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X_{\max}$ ——每个通道所测得的最大颗粒计数,单位为个每毫升(个/mL);

$X_{\min}$ ——每个通道所测得的最小颗粒计数,单位为个每毫升(个/mL)。

将每个通道的阈值电压设定值、颗粒浓度的平均值 $\bar{X}$ 和 D_Q 值记录在表 2 中。

在表 C.2 中找出每个通道的 $\bar{X}$ 值所对应的最大允许差值百分比。如果 D_Q 值小于该最大允许值,则表明该通道的 $\bar{X}$ 值合格。如果至少 6 个通道的 $\bar{X}$ 值均合格,则继续进行 6.4;否则,按下述规定的方法检查不合格通道的结果。

按式(3)计算 D_0 值:

$$D_0 = \frac{X_{\max} - X_{\min}}{|X_0 - X_N|} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_0 ——测得的可疑的颗粒计数结果($X_{\max}$ 或 $X_{\min}$);

X_N ——测得的最接近 X_0 的颗粒计数结果。

如果某通道的 D_0 值小于 1.44,则舍弃相应可疑的数据点(X_0),然后使用剩下的 4 个数据点重新计算 $\bar{X}$,并将重新计算得到的 $\bar{X}$ 值用于校准。如果某通道的 D_0 值大于 1.44,则该通道的数据应舍弃。如果至少有 6 个通道的数据合格(使用 D_Q 和 D_0 判别),则继续进行 6.4;否则,应采取适当措施后,重复 6.1~6.3。

如果某通道的 N 值小于 5 000,则该通道的数据应舍弃。如果仅颗粒总数结果无法满足标准要求,则应改变相应颗粒尺寸的阈值设定值,或采用更大的取样体积重复 6.1~6.3,以得到足够多的颗粒计数。

一级和二级校准液样禁止收集后再次使用。

注:未满足颗粒计数质量标准的原因可能很多。包括:稀释液或玻璃容器受到污染、体积误差、计算误差、尺寸阈值的设定值过于接近仪器的阈值噪声水平、液样中存在气泡、液样计数过程中因压力变化或其他原因引起的流量变化、颗粒产生沉淀等。另外,如果采用过高的搅拌速度,颗粒有可能离心分离出来,甚至产生气泡。

6.4 利用合格的数据点(按 6.3 测定的),在双对数坐标图上标出颗粒浓度(每 1 mL 中大于特定尺寸的颗粒数)及与其对应的阈值设定值(mV)。然后使用合适的统计回归方法,确定颗粒浓度与阈值设定值之间的对应关系。

表 2 APC 尺寸校准工作表(见 6.3、6.8 和 A.9)

APC	_____		型号	_____		日期	_____	
			编号	_____		操作者	_____	
传感器类型	_____		型号	_____		校准液样	_____	
			编号	_____		批号	_____	
阈值噪声水平	_____		流量	_____ mL/min		浓度	_____	
初始校准液样_____ 校准液样标识号码_____								
阈值设定								
计数 1								
计数 2								
计数 3								
计数 4								
计数 5								
$\bar{X}/(\text{个/mL})$								
D_Q								
第二个校准液样_____ 校准液样标识号码_____								
阈值设定								
计数 1								
计数 2								
计数 3								
计数 4								
计数 5								
$\bar{X}/(\text{个/mL})$								
D_Q								
最终校准液样_____ 校准液样标识号码_____								
阈值设定								
计数 1								
计数 2								
计数 3								
计数 4								
计数 5								
$\bar{X}/(\text{个/mL})$								
D_Q								

6.5 利用校准液样的颗粒尺寸分布数据,确定至少 6 个不同颗粒尺寸的预定颗粒浓度,然后利用 6.4 所确定的数学关系,确定相应得出上述浓度的阈值设定值。不应将尺寸外推到颗粒尺寸分布数据的给定范围之外。如果确定的任一阈值设定值小于仪器阈值噪声水平的 1.5 倍,则应重新选择较大颗粒尺寸的颗粒浓度,以得出合格的阈值设定值。按确定的阈值设置自动颗粒计数器。

注:在本标准中,凡涉及的颗粒尺寸分布数据,均指 NIST 校准悬浮液的颗粒尺寸、浓度和标准偏差,或按附录 F 制备的二级校准悬浮液的颗粒尺寸、浓度和标准偏差。

6.6 至少采用 6 个不同的阈值电压设定值,重复 6.1~6.5,但应使用这两个校准液样的所有合格数据(按 6.3 测定的),来确定 6.4 和 6.5 中颗粒浓度与阈值设定值之间的对应关系。

6.7 至少使用 6 个不同的阈值电压设定值,再次重复 6.1~6.5,但应使用 3 个校准液样的所有合格数据(按 6.3 测定的),来确定颗粒浓度与阈值设定值之间最终的对应关系。

6.8 根据 6.7 中确定的颗粒浓度与阈值设定值之间的对应关系,从相应的颗粒尺寸分布数据中选择至少 18 个不同的颗粒尺寸,且选择的颗粒尺寸应在 6.3~6.7 中实际测得的尺寸范围内,将这 18 个尺寸以及对应的颗粒浓度和阈值设定值(用 6.7 中绘制的颗粒浓度和阈值设定值之间的关系图来确定)记录在表 3 中,同时绘出颗粒尺寸与对应阈值设定值之间的关系。然后采用合适的统计回归方法确定校准曲线并用于内插,不应将颗粒尺寸外推到校准中所用的尺寸范围以外。

有些应用场合可能需要校准大于 SRM 2806 给出的颗粒尺寸。为校准计数颗粒大于 $50\ \mu\text{m}(\text{c})$ 的自动颗粒计数器,可采用 GB/T 29024.3。但无论如何,在进行大尺寸颗粒计数时,操作者应注意,因为会有许多因素导致误差的发生,其中最常见的原因有:①在液样采集、处理和分析的整个过程中,大颗粒发生沉降;②在液压液样中,大颗粒的浓度一般较低,从而常常造成计数统计结果不准确。

GB/T 29024.3 是一种使用单分散聚苯乙烯乳胶球的颗粒尺寸校准方法,而本标准所述的校准方法却是一种使用多分散试验粉末的计数校准方法,两种方法都可以确定自动颗粒计数器阈值电压和颗粒尺寸之间的关系。颗粒尺寸大于 $50\ \mu\text{m}(\text{c})$ 时,之所以可用如 GB/T 29024.3 的颗粒尺寸校准方法,是因为本标准所用的 NIST 颗粒尺寸分布也是以颗粒的投影面积直径为基础的。对尺寸大于 $50\ \mu\text{m}(\text{c})$ 的颗粒,通过自动颗粒计数器检测到的信号并非主要取决于颗粒或流体的折射系数。

如果使用聚苯乙烯乳胶球悬浮液校准方法,则聚苯乙烯乳胶球的颗粒尺寸应能溯源到国家或国际标准,且变异系数小于 5%,同时应按附录 D 所述的方法将聚苯乙烯乳胶球悬浮在清洁稀释液中(如果颗粒为水悬浮液形式),或采用超声波处理方法直接将其混合分散在清洁稀释液中(如果颗粒为干粉形式)。

7 数据表示

7.1 以下列方式之一,报告使用按本标准校准过的自动颗粒计数器所测得的颗粒尺寸:

- 以“ μm ”或“微米”报告,同时声明:“本报告中提及的尺寸是使用按 GB/T 18854—2015 校准的自动颗粒计数器测得的”。
- 以“ $\mu\text{m}(\text{c})$ ”报告,其中“(c)”表示自动颗粒计数器已按 GB/T 18854—2015 校准过(可能时,在正文中注明)。

7.2 将完成的表 2、表 3、表 B.1、表 C.1 和表 F.1 归档,以便于检查。

8 标注说明

当完全遵照本标准时,可在试验报告、产品样本和销售文件中作如下声明:

“液体自动颗粒计数器的校准符合 GB/T 18854—2015《液压传动 液体自动颗粒计数器的校准》(ISO 11171:2010,MOD)”。

表 3 APC 校准一览表

APC	_____	型号	_____	日期	_____
		编号	_____	操作者	_____
传感器	_____	型号	_____	上次校准日期	_____
		编号	_____		
阈值噪声水平	_____	取样体积	_____ mL	流量	_____ mL/min
$C_{V,vol}$	_____ %			流量极限	_____ mL/min
重合误差极限	_____ 个/mL				
s_R	_____ $\mu\text{m}(c)$	R_R	_____ %		
s_L	_____ $\mu\text{m}(c)$	R_L	_____ %		
d	_____ $\mu\text{m}(c)$	R	_____ %		
尺寸校准					
校准液样		批号		浓度	
尺寸/ $\mu\text{m}(c)$		阈值电压/mV		测得的颗粒浓度	
颗粒计数准确度的校验					
尺寸/ $\mu\text{m}(c)$		预期的颗粒浓度(见表 A.1)		测得的颗粒浓度	
5					
10					

附录 A
(规范性附录)
APC 初始检查程序

A.1 图 A.1 为自动颗粒计数器初始检查流程图。当接收新自动颗粒计数器时,或者在对自动颗粒计数器或传感器进行检修或调整之后,应对自动颗粒计数器进行初始检查。

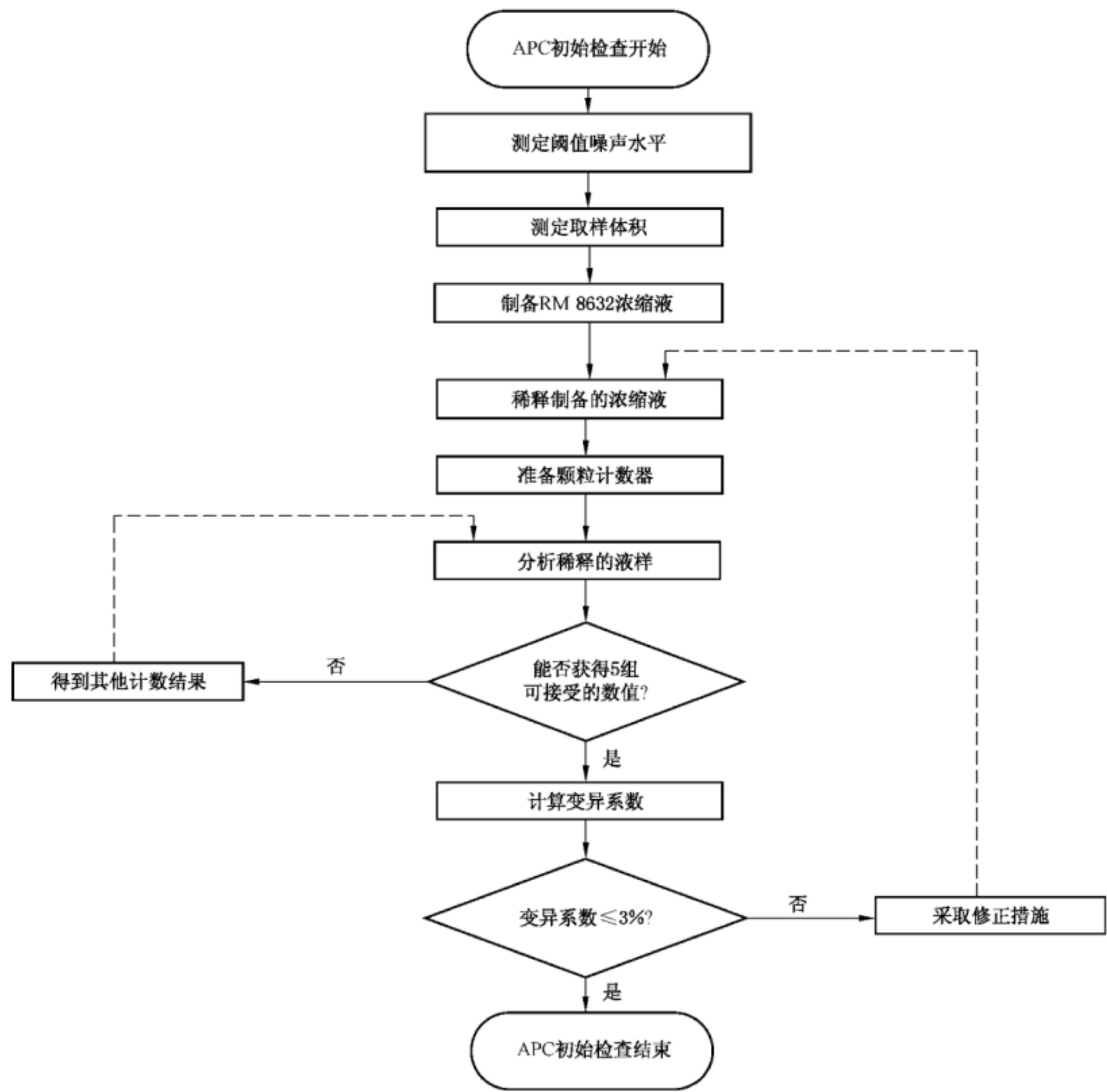


图 A.1 APC 初始检查流程图

A.2 在传感器中充满洁净稀释液(见 4.2),且在无液流的条件下,测定自动颗粒计数器的阈值噪声水平。确保阈值噪声水平在仪器的所有通道上不会有太大的差别;否则,应重新调整仪器。将自动颗粒计数器和传感器的型号、编号、日期及第一通道的阈值噪声水平记录在表 2、表 3、表 B.1、表 C.1 和表 F.1 中。

对于采用了脉冲高度分析电路(相对于比较电路)的仪器,仅需测定第一通道的阈值噪声水平。为了确定仪器所采用电路的类型(脉冲高度分析电路或比较电路),可与自动颗粒计数器的制造商联系。

注:自动颗粒计数器的制造商可对如何按 A.2 测定阈值噪声水平提供指导。

A.3 采用可溯源到国家或国际标准的方法,在颗粒计数时,测定计数的实际取样体积,并将其值记录在

表 3 中。在所有的后续工作中,应始终采用这个值计算颗粒浓度。

注: 为了确定测定取样体积的合适方法,可与自动颗粒计数器的制造商联系。

A.4 按如下所述制备浓度约为 100 mg/L 的 RM 8632 浓缩液:

- a) 准确称取所需的干燥的 RM 8632 的量(± 0.1 mg),放入一个洁净的取样瓶中;
- b) 将准确测量的洁净稀释液(± 1 mL)注入到取样瓶约 3/4 处。

按式(A.1)计算浓缩液的粉末质量浓度 γ_A (单位为 mg/L):

$$\gamma_A = \frac{1\,000\,m}{V_0} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m ——RM 8632 的质量,单位为毫克(mg);

V_0 ——洁净稀释液的体积,单位为毫升(mL)。

本附录中制备的 RM 8632 浓缩液也可用于测定自动颗粒计数器的重合误差极限(附录 B)、流量极限(附录 C)以及校验颗粒计数的准确度(附录 E)。所以,在确定浓缩液的粉末浓度时应特别仔细,确保浓缩液不被污染,否则,可能会导致合格的仪器被判为不合格。

A.5 用一个洁净的盖子盖上取样瓶,并用手用力摇晃 RM 8632 浓缩液,然后超声处理至少 30 s,再在机械振动台上振动至少 1 min,以使粉末充分分散。

A.6 计算制备浓度约为制造商推荐传感器浓度极限 25%的悬浮液所需浓缩液的量。对于特定质量浓度的颗粒数,可通过表 A.1 进行估算。将所需的浓缩液与洁净稀释液精确加入到一个洁净的取样容器中,然后用洁净的盖子将取样容器盖上,以得到准确体积的 RM 8632 悬浮液样。

表 A.1 检验传感器性能的颗粒尺寸分布表(见 A.6 和 B.4)

颗粒尺寸/ $\mu\text{m}(c)$	颗粒浓度(1 mg/L 的 RM 8632 液样,每 1 mL 中大于指定尺寸的颗粒数)	
	大于或等于	小于或等于
5	3 300	4 500
6	1 500	2 500
7	660	1 400
8	280	760
9	120	410
10	58	220
11	28	120
12	14	63
13	7.4	34
14	4.1	19
15	2.3	11

A.7 将自动颗粒计数器设置为累积计数模式,最小的阈值设置为仪器阈值噪声水平的 1.5 倍,然后使用洁净的稀释液将流量调整到工作流量,并将流量记录在表 2、表 3、表 B.1、表 C.1 和表 F.1 中。

所有的程序都应采用同一流量。自动颗粒计数器的流量极限按附录 C 测定。在超出这一范围的流量下所测得的任何数据,都应被废弃,然后再采用正确的流量重复相应的程序。

A.8 按 A.5 所述的方法分散颗粒,然后在真空或超声状态下对液样除气,直至气泡上升至液面。其后连续进行 5 次颗粒计数,且每次所测得的第一通道的颗粒数至少为 10 000 个。按式(A.2)计算体积测

量变异系数 $C_{V,vol}$ 。

$$C_{V,vol} = \frac{1}{\bar{X}} \sqrt{\frac{N_c \sum_{i=1}^{N_c} X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{N_c} X_i \right)^2}{N_c(N_c - 1)}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

N_c ——连续颗粒计数的次数(5)；

$\bar{X}$ ——5次所测颗粒数的平均值,单位为个每毫升(个/mL)；

X_i ——第 i 次所测得的颗粒数,单位为个每毫升(个/mL)。

A.9 按本标准要求,如果所检查的自动颗粒计数器合格, $C_{V,vol}$ 的值应小于或等于 3%。将 $C_{V,vol}$ 的值记录在表 3 中。

尽管 $C_{V,vol}$ 被认为是瓶取样器可重复输送特定流体体积能力的度量,但其同时还包括其他变动因素,如液样处理和自动颗粒计数器的计数准确度等。但是不管变动的因素如何,在校准之前, $C_{V,vol}$ 的值应小于或等于 3%。

附 录 B
(规范性附录)
重合误差测定程序

B.1 图 B.1 为重合误差测定流程图。当接收新自动颗粒计数器时,或者在对自动颗粒计数器或传感器进行检修或调整之后,应测定重合误差极限。

在给定颗粒数量浓度下的重合误差的大小,取决于传感区的物理尺寸和液样的颗粒尺寸分布,包括那些太小而难以计数的颗粒。本附录测定的重合误差极限应视为日常分析工作的基准。对于其他工作,应分析多重稀释的液样,以证实该液样的颗粒尺寸分布在颗粒数量浓度上与按本附录测定的浓度极限不会有显著差别。

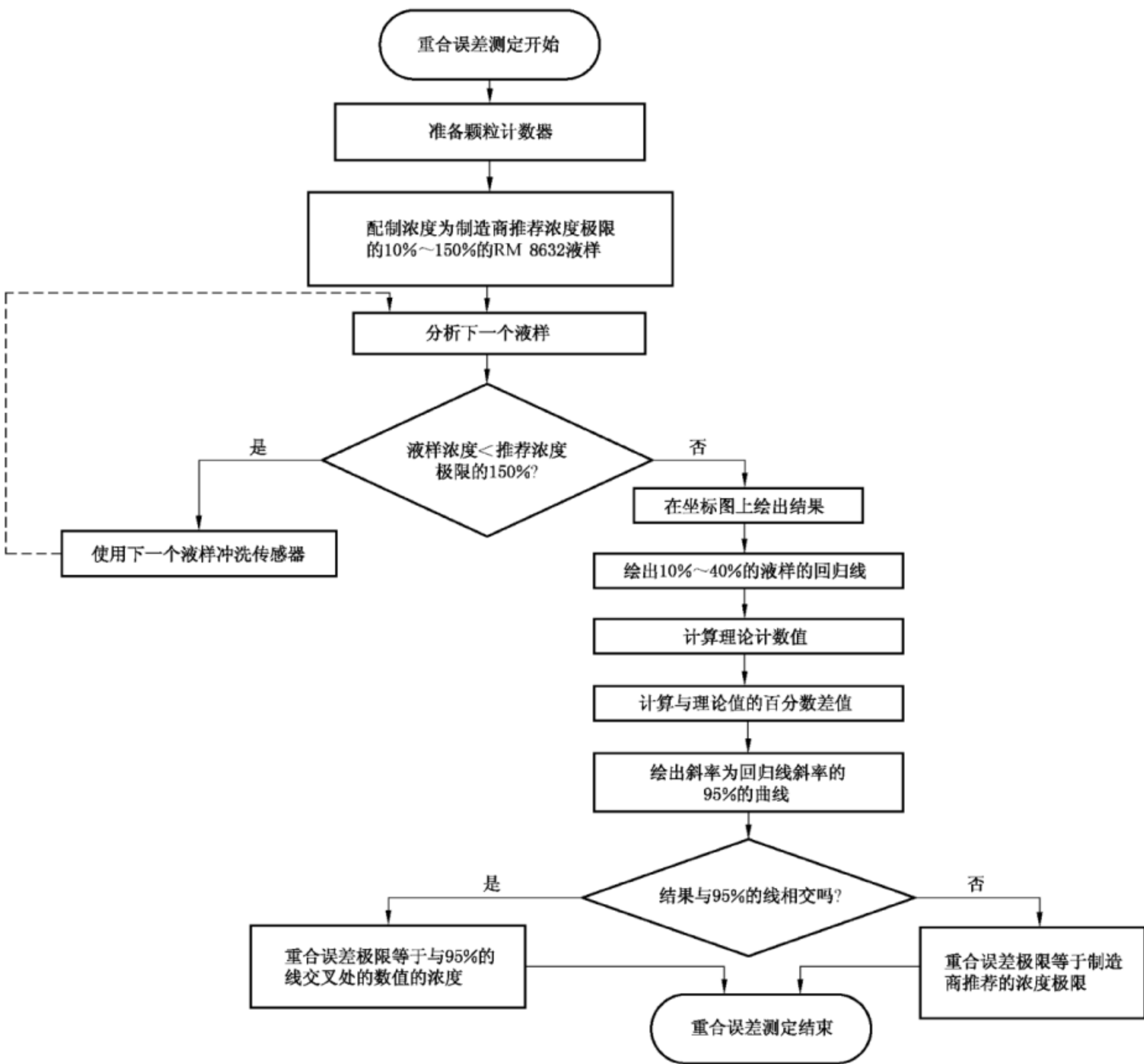


图 B.1 重合误差测定流程图

B.2 将自动颗粒计数器设置为累积计数模式,第一通道的阈值电压设置为 1.5 倍的阈值噪声水平或所需的最小颗粒尺寸对应的阈值(该阈值应高于 1.5 倍的阈值噪声水平),其余通道按依次递增设置。

B.3 使用洁净的稀释液将传感器的流量调整到工作流量(见 A.7),然后用至少 150 mL 的洁净稀释液冲洗传感器。

B.4 按制造商推荐的传感器颗粒数量浓度极限的 10%、20%、30%……150%,将 A.4 中配制的浓缩液加以稀释。为得到所需的颗粒数量浓度,可用表 A.1 来估算所需的 RM 8632 的质量。按式(B.1)计算每种稀释液所需的浓缩液的体积 V_1 (单位为 mL):

$$V_1 = \frac{X_M V_S L}{X_A} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

X_M ——制造商推荐的颗粒数量浓度极限,单位为个每毫升(个/mL);

V_S ——稀释后液样的体积,单位为毫升(mL);

L ——制造商推荐浓度极限的百分比;

X_A ——浓缩液的颗粒数量浓度,单位为个每毫升(个/mL)。

按 A.5 所述,分散 RM 8632 浓缩液。然后将所需的浓缩液(V_1)与含有抗静电添加剂的洁净稀释液(见 4.2)准确地加入取样容器中,从而得到正确的总体积。使用洁净的罩子盖上取样容器。

B.5 按 A.5 所述分散颗粒,并按照浓度递增的顺序依次分析稀释后的液样。计数前,应在真空或超声状态下对液样除气,直至气泡上升至液面,然后从除气装置中取出液样瓶,缓慢翻转至少 5 次,期间应注意不使液样产生气泡。连续进行 5 次颗粒计数,且每次取样体积至少为 10 mL。

在继续进行 B.6 之前,按 6.3 所述的准则判断所测得的颗粒数,如果 D_Q 合格,则将液样浓度(单位为 mg/L)、所测得的颗粒数量浓度和颗粒数量浓度的平均值 $\bar{X}$ 记录在表 B.1 中;如果 D_Q 过大,则可能是分析技术存在误差,应舍去所测数据,并采取相应的修正措施(见 6.3 的注)后重复 B.4 和 B.5。

B.6 使用下一个待测的液样冲洗传感器,冲洗的体积至少为 A.3 中所测取样体积的 3 倍。对于所有待测的液样,重复 B.5 和 B.6。

B.7 在线性坐标图上绘出颗粒数量浓度的平均值 $\bar{X}$ 与 RM 8632 质量浓度 γ 之间的对应关系,然后利用 10%~40%浓度液样的结果,并将截距设置为 0,采用最小二乘法确定线性回归方程。回归方程应通过坐标原点并具有式(B.2)的形式:

$$\bar{X} = a\gamma \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

a ——回归线斜率。

在坐标图上绘出回归线,其浓度范围为制造商推荐浓度极限的 10%~150%。这条回归线确定了颗粒数与质量浓度之间的理论关系。将由回归分析得到的斜率 a 和相关系数 r 记录在表 B.1 中。

B.8 使用 B.7 中得到的回归方程计算每种浓度对应的理论颗粒数 X_t ,并将每种浓度的 X_t 值记录在表 B.1 中适当的单元内。

B.9 按式(B.3)计算每种稀释液样的颗粒数量浓度的理论值 X_t 与平均值 $\bar{X}$ 之差的百分比(E):

$$E = \frac{\bar{X} - X_t}{X_t} \times 100\% \dots\dots\dots (B.3)$$

将每种浓度的 E 值记录在表 B.1 中。

B.10 传感器的重合误差极限通过在 B.7 中绘出的图上再绘出一条理论曲线来确定,这条理论线的斜率为回归线(见 B.7)斜率的 95%,截距相同。所测数据与这条 95%线交叉的最低浓度(单位为个/mL)即为传感器的重合误差极限。如果所测数据没有与这条 95%线交叉,则将制造商推荐的浓度极限作为传感器的重合误差极限,并在所有的后续工作中使用这个值。将传感器的重合误差极限(单位为个/mL)记录在表 3 和表 B.1 中。

表 B.1 重合误差数据表

颗粒计数器						型号						日期						编号					
操作者						传感器						型号						编号					
阈值噪声水平						流量						通道设置						流量极限					
浓度 (mg/L)																							
计数 1 (个/mL)																							
计数 2 (个/mL)																							
计数 3 (个/mL)																							
计数 4 (个/mL)																							
计数 5 (个/mL)																							
$\bar{X}$ (个/mL)																							
X_i (个/mL)																							
E																							
重合误差极限(个/mL)= _____ $X_i = a\gamma$ $a =$ _____ $r =$ _____																							

附录 C
(规范性附录)
流量极限测定程序

C.1 图 C.1 为流量极限测定流程图。当接收新自动颗粒计数器时,或者在对自动颗粒计数器或传感器进行检修或调整之后,应测定流量极限。

重要提示:在所有自动颗粒计数器校准和液样分析中,应遵循按本附录测定的流量极限。自动颗粒计数器校准对流量比较敏感。在高流量时,污染颗粒在传感区内出现的时间很短,以致来不及形成完整的电信号,而且连续颗粒之间的时间间隔也很短,电子装置难以将它们区分为单个颗粒。

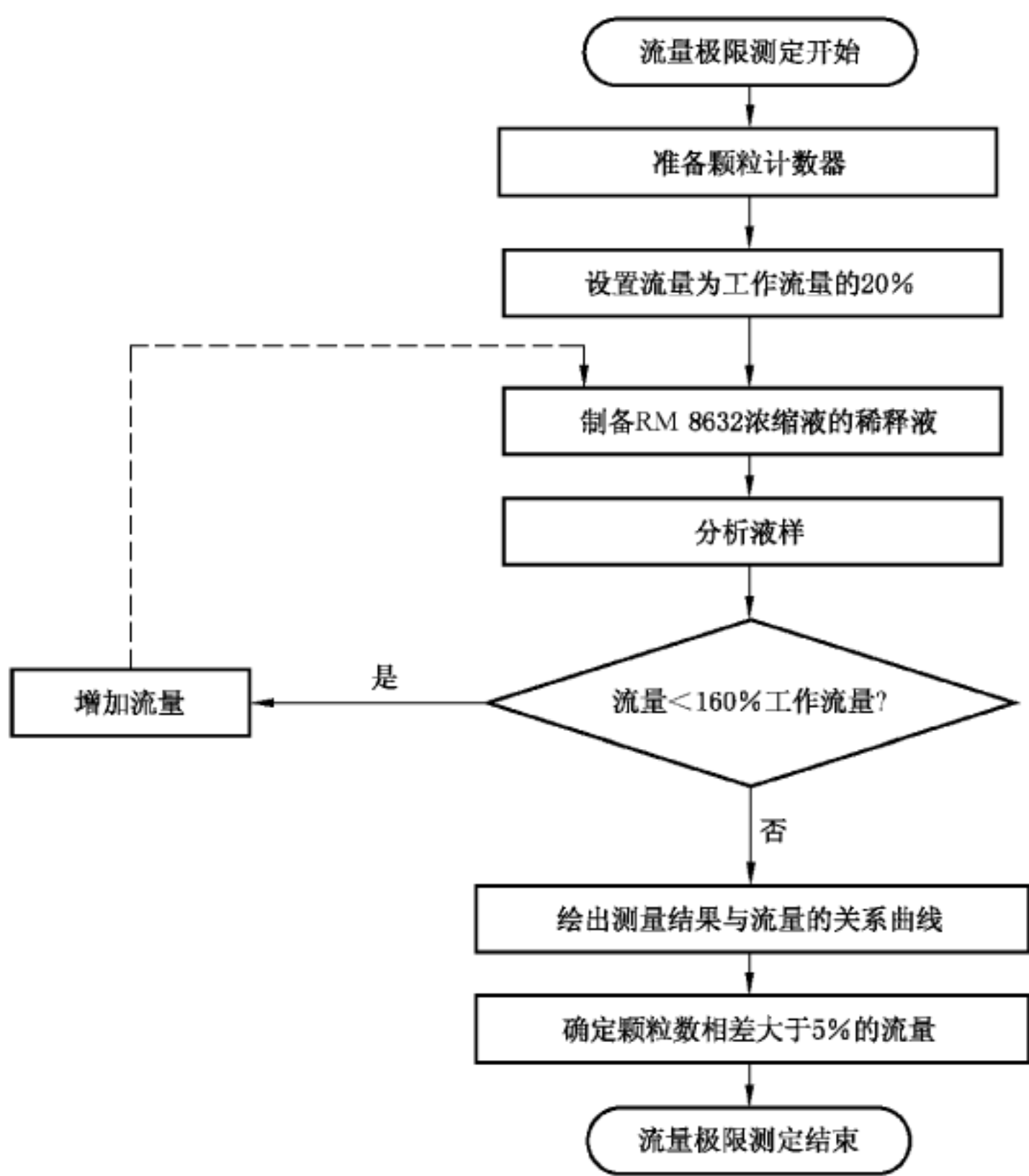


图 C.1 流量极限测定流程图

C.2 将日期、操作者、自动颗粒计数器和传感器的型号及编号记录在表 C.1 中。确定自动颗粒计数器瓶取样装置的流量可由操作者调整(可调流量型)或是设计为按固定流量输送液样(固定流量型)。

C.3 如果自动颗粒计数器为可调流量型,则按 C.4 执行;如果为固定流量型,则按 C.14 执行。

C.4 将自动颗粒计数器设置为累积计数模式,然后使用在 6.8 中得到的校准曲线,将第一通道设置为 5 μm(c) 或关注的最小颗粒尺寸,其他通道的数据在测定流量极限期间忽略不计,使流量变化序数 (n_{fr}) 递增量等于 1。

注:所有通道通常按递增的顺序设置,除非自动颗粒计数器的制造商另有规定。

C.5 按式(C.1)计算流量 q :

$$q = \frac{n_{fr} q_m}{5} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

n_{fr} ——流量变化序数；

q_m ——工作流量，单位为毫升每分钟(mL/min)。

使用洁净的稀释液将流量调整为约等于 q 。

表 C.1 流量极限数据表

APC	型号		日期					
	编号		操作者					
传感器	型号		编号					
阈值噪声水平	工作流量		mL/min	流量极限				
重合误差极限								
	颗粒数							
n_{fr}	1	2	3	4	5	6	7	8
流量								
计数 1								
计数 2								
计数 3								
计数 4								
计数 5								
$\bar{X}$								

- C.6 按 A.4~A.6 所述的程序制备 RM 8632 液样。
- C.7 用手用力摇晃液样，然后超声处理至少 30 s，再在机械振荡器上摇晃至少 1 min，以使粉末分散。
- C.8 在真空或超声状态下对液样除气，直至气泡上升至液面，然后将液样瓶缓慢翻转至少 5 次，期间应注意不使液样产生气泡。对 C.6 中制备的液样连续进行 5 次颗粒计数，每次取样体积至少为 10 mL。将每次与 n_{fr} 值对应的流量和所测得的 5 $\mu\text{m(c)}$ 或所关注最小颗粒尺寸的颗粒数记录在表 C.1 中。
- C.9 按 6.3 所述的准则判断颗粒计数结果，如果 D_Q 值小于或等于表 C.2 中相应的值，则继续执行 C.10；如果 D_Q 值大于表 C.2 中相应的值，则可能是分析技术存在误差，此时应舍弃所测数据，采取相应的修正措施后，重复执行 C.7~C.9(见 6.3 的注)。
- C.10 计算所测颗粒浓度的平均值($\bar{X}$ ，个/mL)，并记录在表 C.1 中。
- C.11 如果 n_{fr} 大于或等于 8，则继续执行 C.12；否则，将 n_{fr} 加 1，并重复执行 C.5~C.11。
- C.12 在线性坐标图上标出颗粒计数值随流量变化的各点，然后用光滑曲线连接。
- C.13 确定与工作流量所测颗粒数之间的差值大于 5% 时的上下限流量，即为自动颗粒计数器的流量极限，将其记录在表 3、表 B.1 和表 C.1 中。
- C.14 确定设定的流量应约等于工作流量。按 C.6~C.9 所述，制备并分析 5 个液样，将每个液样所测得的 5 $\mu\text{m(c)}$ 或所关注最小颗粒尺寸的颗粒数记录在表 C.1 中。
- C.15 计算 C.14 中所测 5 个液样的平均值、标准偏差和变异系数。如果 5 个液样的变异系数小于或等于 3%，则认为自动颗粒计数器满足本标准规定的流量规范；如果 5 个液样的变异系数大于 3%，则认为自动颗粒计数器不合格，需维修或更换。

理论上，自动颗粒计数器应始终在工作流量下使用，其所用的每一流量都应校准。自动颗粒计数器应始终工作在按本附录测定的流量极限范围内，如果用于尺寸校准的任何数据是使用流量极限之外的

流量测得的,则应在确立的流量极限内重新进行尺寸校准。

表 C.2 各次计数之间颗粒数的最大允许差值百分比

$\overline{X}$ (计数的平均值)		单液样最大允许 D_Q 值/% (见 6.3、B.5、C.9、D.4、D.8 和 F.5)	最大允许 C_v 值/%(见 F.5 和 E.9, N 为液样的数量)				
$\geq$	$<$		$N=3$	$N=6$	$N=10$	$N=20$	$N=40$
10 000		11.0	7.8	5.3	4.0	2.7	1.8
5 000	10 000	11.3	7.8	5.3	4.0	2.7	1.9
2 000	5 000	11.9	7.9	5.4	4.1	2.9	2.1
1 000	2 000	13.4	8.0	5.6	4.3	3.1	2.4
500	1 000	15.6	8.2	5.9	4.7	3.6	2.9
200	500	19.3	8.9	6.8	5.7	4.7	4.1
100	200	27.5	10.0	8.0	7.0	6.1	5.5

附录 D
(规范性附录)
分辨力测定程序

D.1 图 D.1 为分辨力测定流程图。当接收新自动颗粒计数器时,或者在对自动颗粒计数器或传感器进行检修或调整之后,应测定分辨力。

分辨力的测定应选用标称尺寸为 $10\ \mu\text{m}$ 的聚苯乙烯乳胶球悬浮液(见 4.1)。由于分辨力随着颗粒尺寸的变化而不同,当有高精度计数需求时,操作者可能会希望测试更小尺寸下的分辨力,可测分辨力的最小尺寸为 2.1 倍仪器的阈值噪声水平(见附录 A)。采用在第 6 章确定的校准曲线来确定 D.3 中所述的相应尺寸。操作者应该意识到,一些光学假象的存在会导致分辨力降低,此时应与自动颗粒计数器的制造商联系,以确定出现这种情况的原因以及应采取的相应措施。

注: 分辨力的测定可以采用手动方法,对于用微处理器控制的仪器,也可以用相应的软件来完成。另外,分辨力还可以使用 MCA 来测定,只要提供了 MCA 的测定电压与所确定的自动颗粒计数器设置阈值之间的关系,就可以采用这种方法。通常,采用 MCA 要比采用差分半计数方法更快、更准确地得到结果。

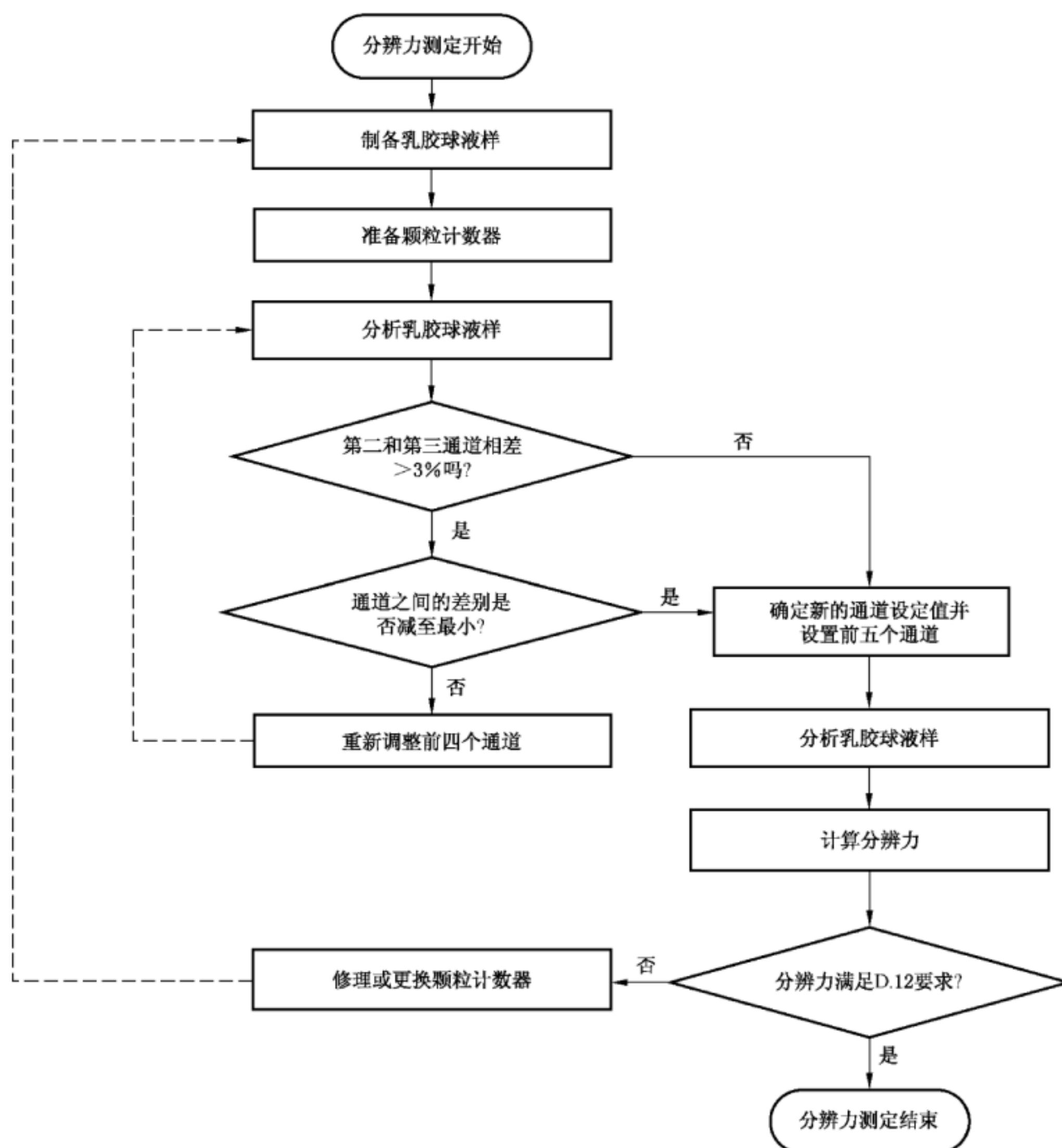


图 D.1 分辨力测定流程图

D.2 按下述方法制备一瓶聚苯乙烯乳胶球悬浮液液样：

- a) 为了得到约为传感器浓度极限 25% 的颗粒浓度，计算需要加入到清洁气溶胶 OT 稀释液（见 4.3）中的聚苯乙烯乳胶球浓缩液（见 4.1）的体积；
- b) 按式（D.1）估算制备聚苯乙烯乳胶球悬浮液所需的浓缩液的体积 V_0 （单位为 mL）：

$$V_0 = \frac{(V_s X_L \pi d_L^3)}{6 \times 10^{12} \times w_s} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

V_s ——聚苯乙烯乳胶球悬浮液的最终体积，单位为毫升（mL）；

X_L ——所需的颗粒浓度，单位为个每毫升（个/mL）；

d_L ——检测证书中注明的聚苯乙烯乳胶球的中值粒径（见 4.1），单位为微米（ μm ）；

w_s ——聚苯乙烯乳胶球浓缩液中固体颗粒的质量分数（此值一般由聚苯乙烯乳胶球制造商提供），%。

- c) 用手用力摇晃浓缩液，然后超声处理 30 s，再机械晃动至少 1 min，以使聚苯乙烯乳胶球悬浮起来；
- d) 在充入约 75% 清洁气溶胶 OT 稀释液（见 4.3）的取样容器中加入所需的聚苯乙烯乳胶球浓缩液 V_0 ，制得一瓶聚苯乙烯乳胶球悬浮液液样，然后再机械晃动至少 1 min，以使液样分散。

最终稀释后用于实际计数的聚苯乙烯乳胶球悬浮液，其外观应清澈透明。如果液样混浊，则说明稀释液不够，在继续下述步骤前应予以纠正。

D.3 将自动颗粒计数器设置为差分计数模式，使用校准曲线（见第 6 章）估算相应聚苯乙烯乳胶球尺寸对应的阈值，然后按下述方法设置：

- a) 将第一通道的阈值电压设置为仪器阈值噪声水平的 1.5 倍；
- b) 将第二通道的阈值电压设置为第三通道阈值电压的 0.72 倍；
- c) 将第三通道的阈值电压设置为相应聚苯乙烯乳胶球尺寸对应的阈值电压；
- d) 将第四通道的阈值电压设置为第三通道阈值电压的 1.32 倍。

校准时仅使用第二和第三通道的差分颗粒计数结果。

注 1： D.3、D.4 和 D.5 规定了一种用于确定聚苯乙烯乳胶球中值粒径对应阈值的移动窗口差分半计数方法。对于测定传感器的分辨力而言，该阈值是一个关键，如果这一数据不准，可使传感器分辨力明显偏低，从而使仪器难以满足传感器的性能要求。

注 2： 由于聚苯乙烯乳胶球与校准粉末（见 4.4）的光学特性不同，使用依据本标准校准的自动颗粒计数器得到的视在尺寸将不同于聚苯乙烯乳胶球制造商提供的尺寸，因此初选尺寸时，可选择大于聚苯乙烯乳胶球制造商所提供尺寸的 10%~50% 的尺寸作为初始估计值。

注 3： 为了更快确定半计数的设定阈值，在执行 D.3~D.5 时，可仅取一次计数值（代替 D.4 中规定的 5 次计数值），但第二通道至少要有 500 个颗粒数，然后根据需要调整通道的阈值并重复执行这一过程，直至达到 D.6 中所要求的半计数条件。之后再采用 D.4 所述的 5 次计数重复 D.3~D.6 的步骤。

D.4 机械晃动至少 1 min，以分散稀释后的聚苯乙烯乳胶球液样，然后在真空或超声状态下对液样除气，直至气泡上升至液面，再连续进行 5 次颗粒计数，每次计数体积至少为 10 mL，且第二通道的颗粒数至少为 2 500 个。按 6.3 所述的准则判断颗粒计数的数据，如果 D_Q 值小于表 C.2 中相应的值，则继续执行 D.5。否则，有可能是分析技术存在误差，此时应舍弃所测数据，采取相应的修正措施后（见 6.3 的注），重复执行 D.2~D.4。**D.5** 按式（D.2）计算第二通道与第三通道之间的偏差 D （%）：

$$D = \left(1 - \frac{N_2}{N_3}\right) \times 100\% \dots\dots\dots (D.2)$$

式中：

N_2 ——第二通道的颗粒平均数；

N_3 ——第三通道的颗粒平均数。

如果 D 的绝对值小于或等于 3%，则第 3 通道设定的阈值即为聚苯乙烯乳胶球尺寸对应的阈值，此时，继续执行 D.6。否则，如果 D 的值为负，则说明 D.3 中设定的阈值过大；如果 D 的值为正，则说明 D.3 中设定的阈值过小。此时，应重新调整第 2、第 3 和第 4 通道的设定阈值，重复执行 D.3～D.5。如果没有设定的阈值使 D 的绝对值小于 3%，则将使 D 的绝对值为最小的第 3 通道的设定阈值，作为聚苯乙烯乳胶球尺寸对应的阈值。

D.6 利用第 6 章中得到的校准曲线，得出第 3 通道设定阈值所对应的尺寸，然后确定该尺寸的 0.9 倍和 1.1 倍所对应的尺寸及设定阈值。

D.7 测定分辨力时仅使用差分计数结果。按下所述设置自动颗粒计数器的前 5 个通道：

- 设置通道 A(第 1 通道)的阈值电压为通道 C 阈值电压的 0.72 倍；
- 设置通道 B(第 2 通道)的阈值电压为通道 C 尺寸的 0.9 倍相应的阈值电压；
- 保持通道 C(第 3 通道)的阈值电压为聚苯乙烯乳胶球尺寸对应的阈值电压(D.5 中所测定)；
- 设置通道 D(第 4 通道)的阈值电压为通道 C 尺寸的 1.1 倍相应的阈值电压；
- 设置通道 E(第 5 通道)的阈值电压为通道 C 阈值电压的 1.32 倍。

D.8 机械晃动至少 1 min，以分散稀释后的聚苯乙烯乳胶球液样，然后在真空或超声状态下对液样除气，直至气泡上升至液面，再连续进行 5 次颗粒计数，每次计数体积至少为 10 mL，且第二通道的颗粒数至少为 2 500 个。按 6.3 所述的准则判断颗粒计数的数据，如果 D_Q 值小于表 C.2 中相应的值，则继续执行 D.9；否则，有可能是分析技术中存在误差，此时应舍弃所测数据，采取相应的修正措施后(见 6.3 的注)，重复 D.8。

D.9 计算每一通道的差分颗粒数的平均值。

D.10 按式(D.3)和式(D.4)计算自动颗粒计数器的视在标准偏差：

$$s_L = \frac{d}{6 \ln[1 + 2(N_B/N_A)]} \quad \dots\dots\dots (D.3)$$

$$s_R = \frac{d}{6 \ln[1 + 2(N_C/N_D)]} \quad \dots\dots\dots (D.4)$$

式中：

s_L ——视在左或负边标准偏差，单位为微米(μm)；

s_R ——视在右或正边标准偏差，单位为微米(μm)；

d ——聚苯乙烯乳胶球的视在颗粒尺寸，单位为微米(μm)。由第 6 章中得到的校准曲线与第 3 通道的设定阈值得出；

N_A ——通道 A 的平均颗粒数；

N_B ——通道 B 的平均颗粒数；

N_C ——通道 C 的平均颗粒数；

N_D ——通道 D 的平均颗粒数。

D.11 按式(D.5)和式(D.6)分别计算负边分辨力 R_L 和正边分辨力 R_R ：

$$R_L = \frac{\sqrt{s_L^2 - s_1^2}}{d} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (D.5)$$

$$R_R = \frac{\sqrt{s_R^2 - s_1^2}}{d} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (D.6)$$

式中：

s_1 ——制造商提供的聚苯乙烯乳胶球的尺寸标准偏差，单位为微米(μm)。

自动颗粒计数器的分辨力 R 即为 R_R 与 R_L 中的较大者。将 d 、 s_R 、 s_L 、 R_R 、 R_L 和 R 分别记录在表 3 中。

D.12 如果用标称尺寸为 $10\ \mu\text{m}$ 的聚苯乙烯乳胶球(见 4.1)得到的 $R < 15\%$, 且 R_R 与 R_L 偏差的绝对值小于或等于 5% , 则传感器的分辨力为合格; 如果 $R \geq 15\%$, 或者 R_R 与 R_L 偏差的绝对值大于 5% , 则仪器为不合格, 需要修理或更换。但另一方面, 也可能是制备或分析聚苯乙烯乳胶球液样的过程中存在误差, 或者是乳胶球本身不能满足 4.1 的要求, 此时, 应确定误差的原因并予以修正, 然后重新按本附录的规定测定分辨力。

注: 纠正分辨力差的一种方法是按自动颗粒计数器制造商规定的程序清洗系统。

D.13 如果自动颗粒计数器不能满足 D.12 中分辨力的要求, 则应使用一台 MCA 或者 APC 在累积计数模式下按下述程序检查聚苯乙烯乳胶球的尺寸分布:

- a) 确定 D.6 中所测定聚苯乙烯乳胶球尺寸的 0.85 倍和 1.15 倍所对应的尺寸范围, 然后将这一尺寸范围至少 10 等分, 并使用第 6 章中得到的校准曲线确定其相应的设定阈值, 再尽可能多地将这些阈值设定在通道上;
- b) 将 APC 设置为累积计数模式, 按 D.2 和 D.4 所述, 制备并分析聚苯乙烯乳胶球液样, 然后再在不同的阈值设置下重复分析液样, 直至在所有的尺寸上获得足够的颗粒数为止, 但重复分析液样时, 不能改变最小尺寸对应的通道;
- c) 将每次分析的结果进行处理, 表示为每一通道的颗粒数占该次分析中最小通道所测得的颗粒总数的百分比, 并将处理后的结果按尺寸递增的顺序填入表中。然后再将每一尺寸的累积结果减去下一个最大尺寸的累积结果, 计算得到每一尺寸的差分百分比;
- d) 绘出差分结果与尺寸之间的对应关系, 并用光滑曲线连接。

曲线应无第二个波峰且呈高斯分布(钟形曲线), 同时最小与最大尺寸的差分百分比趋近于 0。如果观测到上述结果而自动颗粒计数器仍无法满足 D.12 中分辨力的要求, 则说明仪器需要修理或维护, 要么在核实聚苯乙烯乳胶球的尺寸分布时就需要将尺寸范围更加细化。如果没有观测到上述结果, 则有可能是聚苯乙烯乳胶球或液样制备存在问题。但是不管引起仪器达不到要求的原因如何, 满足本标准的自动颗粒计数器都应该满足 D.12 中规定的分辨力要求。

附录 E
(规范性附录)
颗粒计数准确度校验程序

E.1 图 E.1 为颗粒计数准确度校验流程图。当接收新自动颗粒计数器时,或者在对自动颗粒计数器或传感器进行检修或调整之后,应校验传感器的性能。

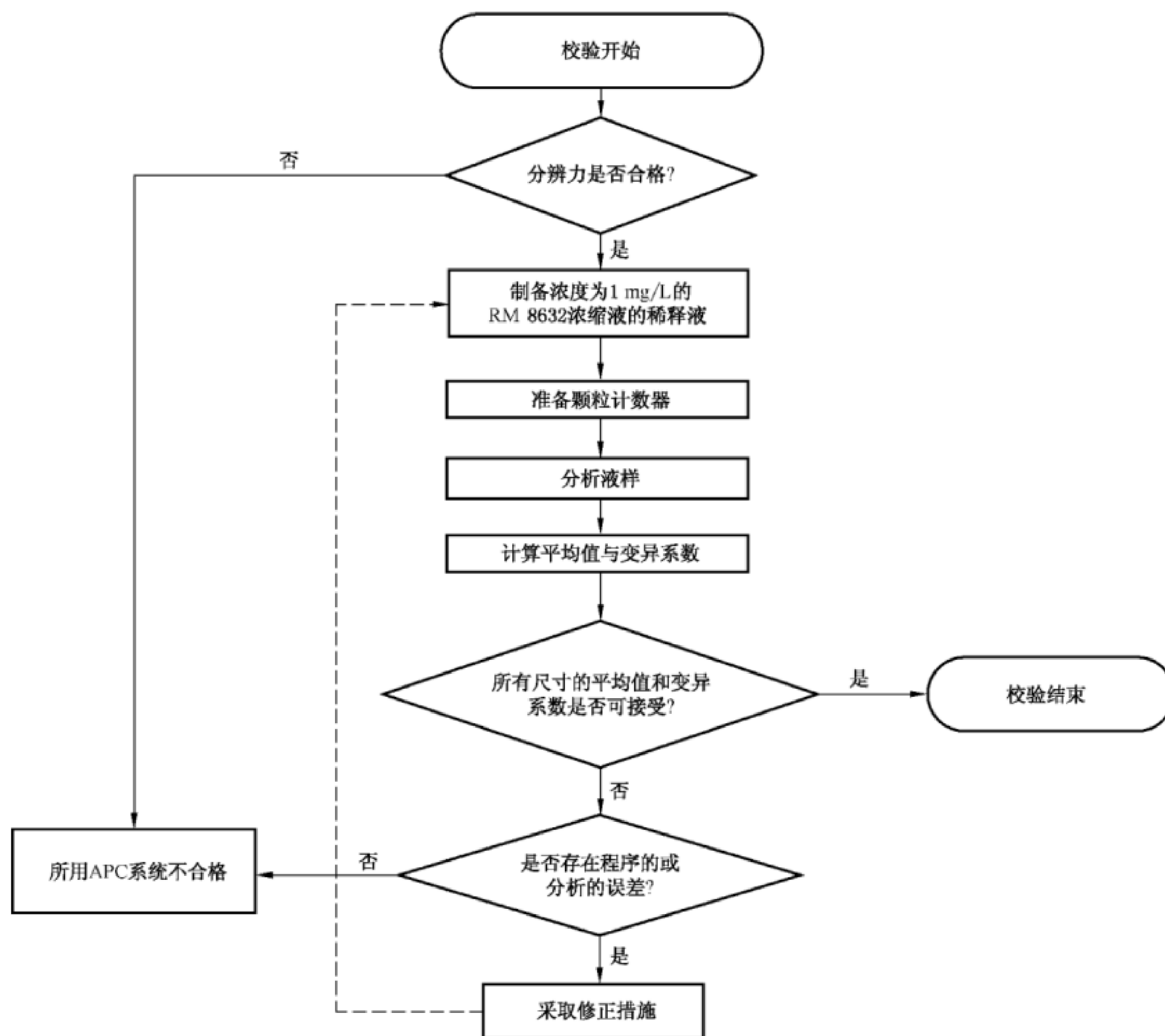


图 E.1 颗粒计数准确度校验流程图

E.2 如果按附录 D 测定的分辨力满足了 D.12 中所述的合格判据,则继续执行 E.3;否则,自动颗粒计数器系统为不合格,需要修理或者更换。

E.3 将 RM 8632(见 4.7)悬浮于洁净的稀释液中,配制三个浓度均为 1.00 mg/L 的相同液样。

重要提示:由于液样的分析结果要与表 A.1 中的给定值进行比较,所以,液样中粉末的浓度应准确,这一点非常重要。如果液样的配制或者计数不准确,将会使分析结果与表 A.1 中的给定值产生偏差,从而导致本来合格的传感器被判为不合格。3 个浓度为 1.00 mg/L 的 RM 8632 液样也可以采用 A.4 中制备的浓缩液进行配制,当采用这种方法时,要小心避免由称重、体积测量和沉淀引起的误差。另一方面,还可以考虑从具有资质的可靠的地方购买 1.00 mg/L 的 RM 8632 液样。

E.4 超声处理液样至少 30 s,然后在机械振荡器上摇晃至少 1 min,以使粉末分散。保持液样一直晃

动,直至被分析。

E.5 将自动颗粒计数器设置为累积计数模式,阈值电压设置为 5 μm(c)和 15 μm(c)[含 15 μm(c)]之间至少 6 种不同的尺寸,且阈值电压应大于 1.5 倍的仪器阈值噪声水平,同时包括 5 μm(c)、10 μm(c)和所需的最小尺寸。使用在第 6 章中得到的校准曲线确定这些尺寸对应的阈值电压。如果传感器对这些尺寸中的一个或多个不能计数,则在此范围内选择其他的尺寸。

E.6 将流量调整至工作流量。

E.7 在真空或超声状态下对液样除气,直至气泡上升至液面,然后将液样瓶缓慢翻转至少 5 次,期间应注意不使液样产生气泡。连续进行 5 次颗粒计数,每次计数体积至少为 10 mL,且在最小阈值设定通道上的颗粒数至少为 10 000 个。如果数据满足 6.3 中规定的合格判据,则继续执行 E.8,否则,则有可能是分析技术中存在误差,此时应舍弃所测数据,采取相应的修正措施后(见 6.3 的注),重复 E.3~E.7。

E.8 重复 E.4~E.7,直至 3 个液样分析完毕。

E.9 对于每个颗粒尺寸,计算颗粒浓度的平均值 $\overline{X}$,并按式(E.1)计算 3 个液样的变异系数 $C_v(\%)$:

$$C_v = \frac{1}{\overline{X}} \sqrt{\frac{N \sum_{i=1}^N \overline{X}_i^2 - \left(\sum_{i=1}^N \overline{X}_i \right)^2}{N(N-1)}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:
 $\overline{X}_i$ ——液样 i 特定尺寸的平均颗粒浓度;
 N ——液样总数(仅限本附录)。

如果每一尺寸的 C_v 均小于表 C.2 中相应的值,则将每一尺寸的平均值与表 A.1 中相应的给定极限值进行比较,如果所有 6 个尺寸的平均值 $\overline{X}$ 都在表 A.1 中给定的范围内,则传感器的性能校验合格。将每个尺寸的预期颗粒浓度和平均颗粒浓度记录在表 3 中。

如果任一尺寸的 C_v 大于表 C.2 中相应的值,则有可能是液样制备或分析技术中存在误差,此时,应舍弃所测数据,采取相应修正措施后,重复 E.3~E.9。

对于大于或等于 5 μm(c)的颗粒尺寸,如果 $\overline{X}$ 超出了表 A.1 给定的极限范围,则自动颗粒计数器不合格,需要修理或更换。但另一方面,也可能是校准中用于制备或分析校验液样的程序中存在误差,此时,应确定误差原因并修正后,重复附录 E。

附录 F
(规范性附录)

瓶装二级校准悬浮液样制备和校验程序

F.1 图 F.1 为二级校准悬浮液样的制备和校验流程图。出于经济或其他原因,当希望使用二级校准悬浮液样来代替 NIST 校准悬浮液样时,应按本附录规定的方法制备二级校准悬浮液样。例如,如果有多台自动颗粒计数器需要校准时,使用二级校准悬浮液样可能更切合实际。

为了制备二级校准悬浮液样,需要一台用 NIST 一级校准悬浮液样依据第 5 章和第 6 章校准过的自动颗粒计数器作为标准仪器,而使用二级校准悬浮液样校准过的自动颗粒计数器不能作为标准仪器。按本附录制备的瓶装二级校准悬浮液样,可代替 NIST 一级校准悬浮液样用于尺寸校准。

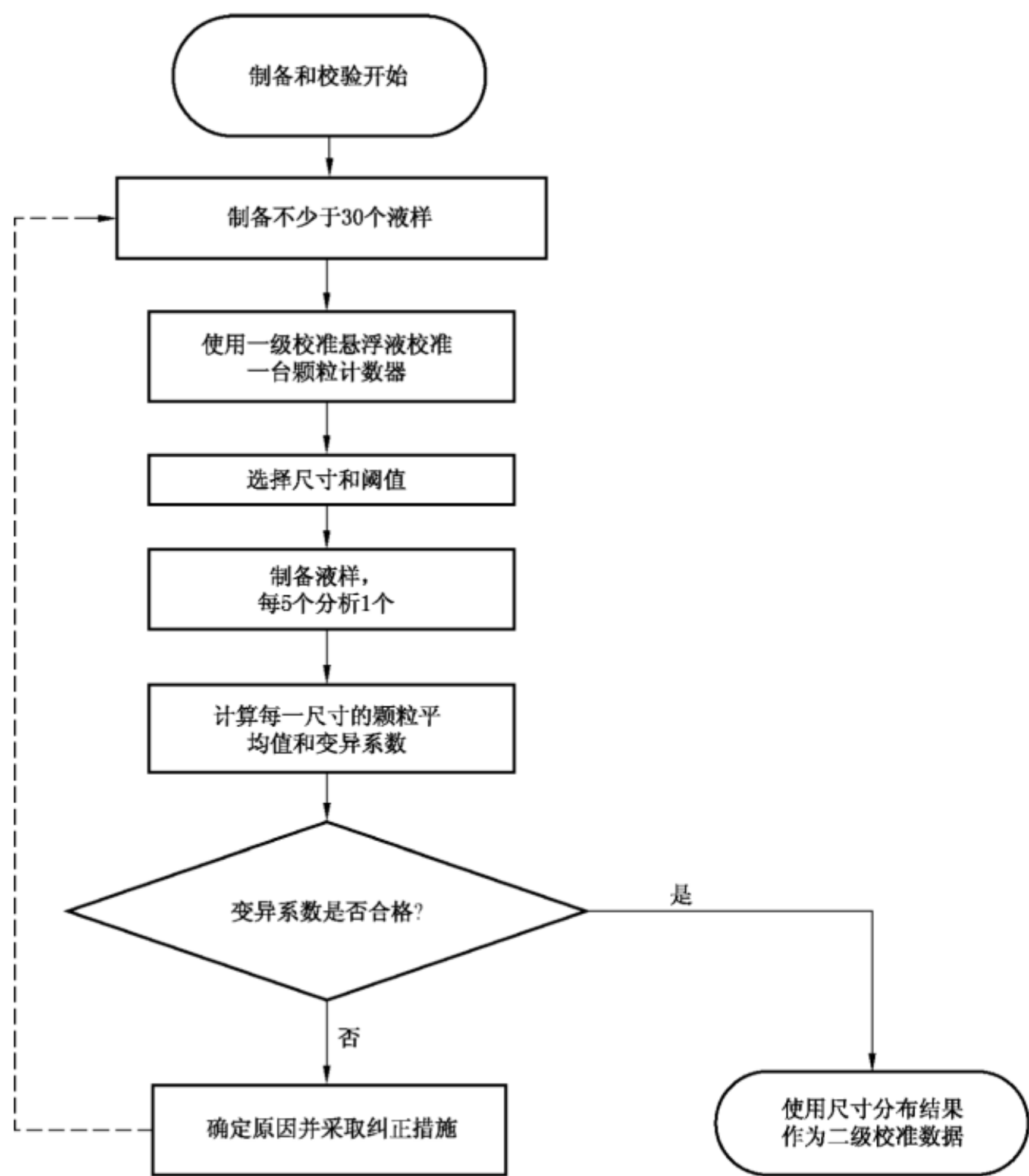


图 F.1 二级校准悬浮液样的制备和校验流程图

F.2 用经过验证的多次通过试验系统(符合 GB/T 18853)、或能混合至少 8 L 悬浮液的类似系统制备最少 30 瓶二级校准悬浮液样。制备时应使用 ISO MTD(见 4.6),并用洁净稀释液(见 4.2)作为载体。粉末的浓度应使颗粒浓度不超过传感器重合误差极限的 75%。将依据本方法制备的悬浮液样收集并贮存在洁净的、用盖子密封的容器中(见 4.9)。

由于试验粉末批与批之间可能存在变动性,推荐使用 NIST RM 8631。

注:二级校准悬浮液样的贮藏期限与 NIST 一级校准悬浮液样的有效期一样。

F.3 使用 NIST 一级校准悬浮液样(见 4.4),依据第 5 章和第 6 章校准一台自动颗粒计数器。

用于校验瓶装二级校准悬浮液样的自动颗粒计数器,应满足本标准规定的所有性能要求。如果有多台仪器可供选择,应就重合误差特性、阈值噪声水平、分辨力等因素考虑,选用性能最好的仪器。

F.4 按 6.2 所述的准则,选择颗粒尺寸和相应的阈值电压。

F.5 按 6.2 和 6.3 所述,分析 F.2 中制备的液样,每 5 瓶液样分析一瓶。

按 6.3 所述的准则,判断每个液样的颗粒计数数据。如果 D_Q 小于表 C.2 中相应的值,则认为此液样的数据合格;否则,有可能是分析技术存在误差,此时应舍弃该数据,采取相应的措施(见 6.3 的注)后,分析紧跟着的下一瓶液样。

对于每一设定的阈值,按式(E.1)计算颗粒平均值、标准偏差和变异系数。如果每一设定阈值的 C_v 均小于表 C.2 中相应的给定值,则颗粒平均值、标准偏差和相应的颗粒尺寸就代表了该批二级校准悬浮液样的颗粒尺寸分布,并可用于其他自动颗粒计数器的二级校准。将所需数据填入表 F.1 中;否则,应重新评定液样的制备程序,采取相应措施后重复 F.2~F.5。

一级和二级校准液样不能收集和重复使用。

表 F.1 二级校准悬浮液样数据确认表

APC		型号		日期	
		编号		操作者	
传感器		型号		批号	
		编号		浓度	
阈值噪声水平		流量		mL/min	
尺寸/ $\mu\text{m}(\text{c})$					
阈值设定					
指定液样瓶的平均颗粒浓度/(个/mL)					
液样瓶 1					
液样瓶 6					
液样瓶 11					
液样瓶 16					
液样瓶 21					
液样瓶 26					
液样瓶 31					
液样瓶 36					
液样瓶 41					
液样瓶 46					
液样瓶 51					
液样瓶 56					
液样瓶 61					
液样瓶 66					
液样瓶 71					
液样瓶 76					
液样瓶 81					
液样瓶 86					
液样瓶 91					
液样瓶 96					
液样瓶 101					
$\bar{X}/(\text{个/mL})$					
标准偏差					
C_v					

附录 G

(资料性附录)

计算实例

G.1 例 1:数据质量准则的计算

G.1.1 按 6.3 所述,分析校准液样后,得到 5 组颗粒数,在第 1 通道,计数值分别为 35 710、35 283、35 345、35 389 和 43 522。采用 6.3 中给出的数据质量准则,判定所得结果在校准中是否可以作为合格数据。

G.1.2 找出 $X_{\max}$, $X_{\min}$ 和 $\bar{X}$ 。此时, $X_{\max}=43\,522$, $X_{\min}=35\,283$, 则:

$$\bar{X} = \frac{35\,710 + 35\,283 + 35\,345 + 35\,389 + 43\,522}{5} = 37\,050$$

G.1.3 计算 D_Q 。

$$D_Q = \frac{X_{\max} - X_{\min}}{\bar{X}} \times 100\% = \frac{43\,522 - 35\,283}{37\,050} \times 100\% = 22.24\%$$

G.1.4 将 D_Q 与所允许的最大差值百分比(见表 C.2)进行比较。由于 $\bar{X}=37\,050$, 因此所允许的最大差值百分比应从平均值 $\bar{X}>10\,000$ 的行与 6.3 列中选取。由此,所允许的最大 D_Q 值为 11.0%, 而 D_Q 的计算值大于此值, 因而判定数据不合格, 需作为可疑数据进一步检验。

G.1.5 检验可疑数据。观察原始数据, 前 4 个数(35 710、35 283、35 345、35 389)相互之间比较接近, 而最后一个数(43 522)却相差较大, 由此将最后一个数作为可疑数据, 故 $X_0=43\,522$, 而与可疑数据最接近的数为 35 710, 因而 $X_N=35\,710$ 。

G.1.6 计算 D_0 。

$$D_0 = \frac{X_{\max} - X_{\min}}{|X_0 - X_N|} = \frac{43\,522 - 35\,283}{43\,522 - 35\,710} = 1.05$$

G.1.7 确定可疑数据能否从数据组中剔除。由于计算出的 $D_0 < 1.44$, 故可将可疑数据剔除。

G.1.8 使用剩余的 4 个数重新计算 D_Q , 此时, $X_{\max}=35\,710$, $X_{\min}=35\,283$ 。

$$\bar{X} = \frac{35\,710 + 35\,283 + 35\,345 + 35\,389}{4} = 35\,432$$

$$D_Q = \frac{X_{\max} - X_{\min}}{\bar{X}} \times 100\% = \frac{35\,710 - 35\,283}{35\,432} \times 100\% = 1.20\%$$

G.1.9 将 D_Q 与所允许的最大差值百分比(见表 C.2)进行比较。由于 $\bar{X}=35\,432$, 因此所允许的最大差值百分比应从平均值 $\bar{X}>10\,000$ 的行与 6.3 列中选取。由此,所允许的最大 D_Q 值为 11.0%, 而 D_Q 的计算值小于此值, 因而当前数据合格, 可使用新的平均值 $\bar{X}$ 继续进行校准程序。

G.2 例 2:校准曲线的绘制

G.2.1 程序见 6.8。使用 6.3 中分析校准液样得到的数据, 确定颗粒浓度和阈值设定之间的关系。如图 G.1 的 b) 所示, 仅使用合格的数据点, 按 6.4 所述的方法, 在双对数坐标图上标出颗粒浓度及与其相对应的阈值设定值, 然后使用合适的数学方法将各数据点光滑连接, 得到一条光滑曲线(图 G.1 中 1)。

G.2.2 选择校准用的颗粒尺寸。为便于说明, 本例中采用 $10\,\mu\text{m(c)}$ 。

G.2.3 确定所选的颗粒尺寸相对应的颗粒浓度。图 G.1 的 a) 显示了本例中所用的 SRM 2806 一级校

准液样的颗粒浓度与颗粒尺寸之间的对应关系。垂直方向线(图 G.1 中 2)显示,对于 $10\ \mu\text{m(c)}$ 点, NIST 的检测证书报告的大于 $10\ \mu\text{m(c)}$ 的颗粒浓度为 $5\ 137\ \text{个/mL}$ 。

G.2.4 确定颗粒浓度相对应的阈值设定值。参见连接两个图的水平线(图 G.1 中 3),可以看出,颗粒浓度 $5\ 137\ \text{个/mL}$ 对应的阈值设定值为 $339\ \text{mV}$ (图 G.1 中 4)。

G.2.5 确定阈值设定值相对应之前所选的颗粒尺寸。在 G.2.3 和 G.2.4 中,根据校准液样的检测证书,已确定颗粒浓度 $5\ 137\ \text{个/mL}$ 对应的颗粒尺寸为 $10\ \mu\text{m(c)}$,阈值设定值为 $339\ \text{mV}$,因此,阈值设定值 $339\ \text{mV}$ 对应的颗粒尺寸为 $10\ \mu\text{m(c)}$ (图 G.1 中 5)。

G.2.6 重复 G.2.2~G.2.5,确定其他颗粒尺寸。使用该方法确定的颗粒尺寸和对应的阈值设定值,绘制校准曲线(图 G.1 中 6)。

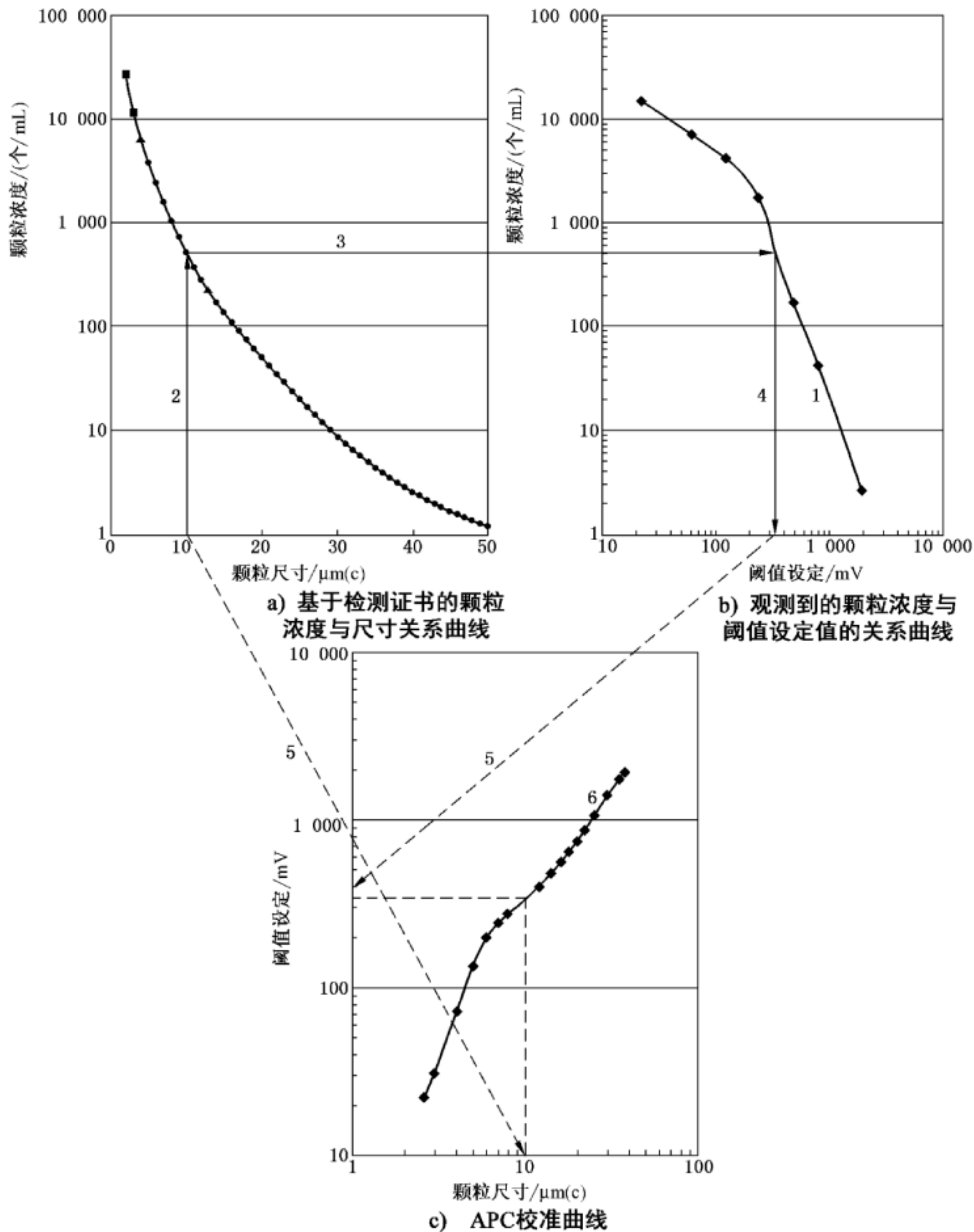


图 G.1 采用颗粒尺寸和阈值设定值绘制校准曲线示意图

G.3 例 3:重合误差程序的回归方程

G.3.1 程序见 B.7。按附录 B 所述,在 1.5 倍的阈值噪声水平下完成重合误差程序,其部分结果如表 G.1 所示。

表 G.1 例 3 的数据

制造商推荐的浓度极限/%	粉末浓度 $\gamma/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	实测浓度 $\bar{n}/[\text{个} \cdot (\text{mL})^{-1}]$
0	0	6.6
10	0.12	1 654
20	0.25	3 347
30	0.28	3 857
40	0.40	5 235
50	0.48	6 286

G.3.2 因为仅有 0 到 40%的数据能够用于回归,故可用于确定理论浓度和实测浓度理论关系的数据点数为 5 个($N=5$,即 0、10%、20%、30%与 40%的数据)。

计算 $\sum \bar{X}$ 、 $\sum \gamma$ 、 $\sum \gamma \bar{X}$ 、 $\sum \gamma^2$ 和 $\sum \bar{X}^2$ 。

$$\sum \bar{X} = 6.6 + 1\,654 + 3\,347 + 3\,857 + 5\,235 = 14\,099.6$$

$$\sum \gamma = 0 + 0.12 + 0.25 + 0.28 + 0.40 = 1.05$$

$$\sum \gamma \bar{X} = (0 \times 6.6) + (0.12 \times 1\,654) + (0.25 \times 3\,347) + (0.28 \times 3\,857) + (0.40 \times 5\,235) = 4\,209$$

$$\sum \gamma^2 = (0.00)^2 + (0.12)^2 + (0.25)^2 + (0.28)^2 + (0.40)^2 = 0.315\,3$$

$$\sum \bar{X}^2 = (6.6)^2 + (1\,654)^2 + (3\,347)^2 + (3\,857)^2 + (5\,235)^2 = 56\,219\,843$$

G.3.3 计算回归方程的 a 和 r 。

$$a = \frac{N(\sum \gamma \bar{X}) - (\sum \gamma \cdot \sum \bar{X})}{N \sum \gamma^2 - (\sum \gamma)^2} = \frac{(5 \times 4\,209) - (1.05 \times 14\,099.6)}{(5 \times 0.315\,3) - (1.05)^2} = 13\,167$$

$$\begin{aligned} r &= \frac{N \sum \gamma \bar{X} - (\sum \gamma \cdot \sum \bar{X})}{\sqrt{[N \sum \gamma^2 - (\sum \gamma)^2][N \sum \bar{X}^2 - (\sum \bar{X})^2]}} \\ &= \frac{(5 \times 4\,209) - (1.05 \times 14\,099.6)}{\sqrt{[(5 \times 0.315\,3) - 1.05^2][(5 \times 56\,219\,843) - 14\,099.6^2]}} = 0.999 \end{aligned}$$

G.3.4 使用回归方程计算 50%(0.48 mg/L)的理论浓度 X_t 。

$$X_t = a \times \gamma = 13\,167 \times 0.48 = 6\,320.16$$

G.4 例 4:半计数设置的确定

G.4.1 程序见 D.5。将自动颗粒计数器设置为差分计数模式,按 D.3 所述调整前四个通道的阈值,直至得出表 G.2 的结果。仪器的阈值噪声水平为 3.0 mV。

表 G.2 例 4 的数据

通道	说明	阈值设定/mV	差分颗粒数/ N_i
1	1.5 倍阈值噪声水平	$1.5 \times 3.0 = 4.5$	953
2	第 3 通道设置值的 0.72 倍	$0.72 \times 57.8 = 41.6$	29 592
3	聚苯乙烯乳胶球的中值尺寸	57.8	30 250
4	第 3 通道设置值的 1.32 倍	$1.32 \times 57.8 = 76.3$	1 774

G.4.2 计算 D 。

$$D = \left(1 - \frac{N_2}{N_3}\right) \times 100\% = \left(1 - \frac{29\,592}{30\,250}\right) \times 100\% = 2.18\%$$

G.4.3 由于 D 的绝对值小于 3%，满足半计数条件，因而第 3 通道的阈值设置即为相应的聚苯乙烯乳胶球的尺寸。

G.5 例 5:分辨力的确定

G.5.1 程序见 D.11 和 D.12。例 4 中，利用 6.8 中确定的校准曲线得出了半计数的设置值，从而得到其对应的颗粒尺寸为 $13.12\ \mu\text{m}(\text{c})$ ($d = 13.12\ \mu\text{m}$)。按 D.7 所述，重新调整前五个通道的阈值，所得结果如表 G.3 所示。

表 G.3 例 5 的数据

通道	说明	设置值/mV	尺寸/ $\mu\text{m}(\text{c})$	差分颗粒数/ N_i
A	通道 C 的 0.72 倍	$0.72 \times 57.8 = 41.6$	10.91	304
B	乳胶球尺寸的 0.9 倍	48.1	$0.9 \times 13.12 = 11.81$	29 946
C	半计数设置值	57.8	13.12	23 879
D	乳胶球尺寸的 1.1 倍	68.4	$1.1 \times 13.12 = 14.42$	4 713
E	通道 C 的 1.32 倍	$1.32 \times 57.8 = 76.3$	15.30	1 774

G.5.2 计算 s_R 和 s_L ，单位为 $\mu\text{m}(\text{c})$ 。由结果知： $d = 13.12\ \mu\text{m}(\text{c})$ 、 $N_A = 304$ 、 $N_B = 29\,946$ 、 $N_C = 23\,879$ 、 $N_D = 4\,713$ 。

$$s_R = \frac{d}{6 \ln[1 + 2(N_C/N_D)]} = \frac{13.12}{6 \ln[1 + 2 \times (23\,879/4\,713)]} = 0.91$$

$$s_L = \frac{d}{6 \ln[1 + 2(N_B/N_A)]} = \frac{13.12}{6 \ln[1 + 2 \times (29\,926/304)]} = 0.41$$

G.5.3 计算 R_L 和 R_R 。供应商提供的聚苯乙烯乳胶球的尺寸标准偏差 s_1 为 $0.039\ \mu\text{m}$ 。

$$R_L = \frac{\sqrt{s_L^2 - s_1^2}}{d} \times 100\% = \frac{\sqrt{0.41^2 - 0.039^2}}{13.12} \times 100\% = 3.11\%$$

$$R_R = \frac{\sqrt{s_R^2 - s_1^2}}{d} \times 100\% = \frac{\sqrt{0.91^2 - 0.039^2}}{13.12} \times 100\% = 6.93\%$$

G.5.4 比较 R_L 与 R_R ，确定分辨力 R 。本例中， $R_R > R_L$ ，因此 $R = R_R$ ，即自动颗粒计数器的分辨力为 6.93%，在附录 D 规定的性能要求范围之内。

附录 H
(资料性附录)

校准液样颗粒尺寸分布校验程序

H.1 背景

为了正确地校准自动颗粒计数器,第 6 章要求使用有效的一级或二级校准液样,同时为了校验颗粒计数的准确度,附录 E 需要使用 NIST RM 8632 液样。不管是一级校准液样、二级校准液样,还是 NIST RM 8632 液样,关键是液样的颗粒尺寸分布能够代表规定的污染物。尽管液样制备采用的是规定的污染物,但是由于制备方法、超期变质、污染或其他原因的影响,液样的颗粒尺寸分布也可能改变。本附录提供了一种指导方法,用于校验本标准所用液样的颗粒尺寸分布。

H.2 程序

- H.2.1 使用 NIST 一级校准悬浮液样(见 4.4),按第 5 章和第 6 章校准一台自动颗粒计数器。
- H.2.2 按 6.2 所述,选择颗粒尺寸和相应的阈值电压设置值。
- H.2.3 按 6.2 和 6.3 所述,分析所校验的液样。
- H.2.4 按式(H.1)计算每一个颗粒尺寸的平均颗粒浓度与标准液样的平均颗粒浓度的比值 R_d 。

$$R_d = \frac{X_{d,S}}{X_{d,R}} \dots\dots\dots (H.1)$$

式中:
 $X_{d,S}$ ——颗粒尺寸 d 对应的被校液样的平均颗粒浓度;
 $X_{d,R}$ ——同一颗粒尺寸对应的标准液样的平均颗粒浓度。

一级校准和二级校准液样的 $X_{d,R}$ 应采用 NIST SRM 2806 标准物质证书中的值,ISO UFTD 液样的 $X_{d,R}$ 可通过表 A.1 给出的每一尺寸的浓度范围计算平均值得到。

H.2.5 绘出颗粒尺寸 d 与每一尺寸对应 R_d 的函数关系,并将数据点连接起来。如果结果近似为水平线,则表明所校验液样的颗粒尺寸分布与标准悬浮液样相近;如果结果为非水平线或一个或多个尺寸处与水平线出现明显的偏离,则表明所校验的液样无法代替标准悬浮液样,且不能使用。

H.2.6 按式(H.2)计算每一个颗粒尺寸的平均颗粒浓度与同一液样 10 $\mu\text{m(c)}$ 的平均颗粒浓度的比值 T_d 。

$$T_d = \frac{X_{d,S}}{X_{10,S}} \dots\dots\dots (H.2)$$

式中:
 $X_{d,S}$ ——颗粒尺寸 d 对应的被校液样的平均颗粒浓度;
 $X_{10,S}$ ——同一液样 10 $\mu\text{m(c)}$ 的平均颗粒浓度。

- H.2.7 按 H.2.6 所述处理标准液样。
- H.2.8 绘出所校验液样和标准液样的颗粒尺寸 d 与每一尺寸对应 T_d 的函数关系,并将数据点连接起来。如果两条线具有一致的结果,则表明所校验液样的颗粒尺寸分布与标准悬浮液样相近;否则,则表明所校验液样无法代替标准悬浮液样,且不能使用。
- H.2.9 如果所校验的液样满足 H.2.5 和 H.2.8 的合格判据,则表明该液样可用于本标准;否则,该液样应予替换,或纠正潜在的问题后重新制备。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
液压传动 液体自动颗粒计数器的校准
GB/T 18854—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gbl68.cn

服务热线: 400-168-0010

2016年4月第一版

*

书号: 155066 · 1-54180

版权专有 侵权必究



GB/T 18854—2015