

ICS 19.120
CCS A28



中国颗粒学会标准

T/CSP 15—2024/T/BSPT 8—2024

颗粒技术 实验室间比对指南 激光粒度分析仪粒度检测

Particulate technology—Guide for interlaboratory comparison—
Particle size detection using laser particle size analyzer

2024-11-18 发布

2024-11-25 实施

中国颗粒学会
北京粉体技术协会 发布

目 次

前言.....	III
引言.....	IV
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 计划实施.....	2
5 实验样品选择.....	2
6 检测项目和要求	2
7 数据处理及结果评价	3
8 检测结果报告单	3
附录 A（资料性）激光粒度仪粒度检测作业指导书	4
附录 B（资料性）激光粒度仪粒度检测实验室比对报告单	5
参考文献.....	6

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国颗粒学会、北京粉体技术协会联合提出并归口。

本文件起草单位：中国计量科学研究院、国家纳米科学中心、北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）、中国颗粒学会、北京粉体技术协会、北京海岸鸿蒙标准物质技术有限责任公司。

本文件主要起草人：刘俊杰、朱晓阳、高原、张文阁、常怀秋、高洁、窦晓亮、胡荣泽、周素红。
本文件为首次发布。

引 言

材料的尺寸、形状、表面特性等参数将显著影响其物理化学特性，因此需要对材料的粒度进行严格而准确的检测。激光粒度法是一种测量纳米及微米级颗粒度的方法，广泛应用于粉体材料的粒度分析中，也是粉体材料研究的一个重要方面。

激光粒度分析仪粒度检测的实验室间比对是实验室使用此类设备对纳米及微米颗粒进行粒度检测的活动，通过比较测量值与指定值的差异来判定参加实验室是否需要关注引起该差异的原因，因此选择合适的结果评价准则是非常重要的。

颗粒技术 实验室间比对指南 激光粒度分析仪粒度检测

1 范围

本文件描述了使用激光粒度仪进行粒度检测的实验室间比对的方法,包括比对方案设计、数据处理和结果评价。

本文件适用于激光粒度仪粒度测量的质量控制活动,测量审核和能力验证也可参考本文件。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 28043-2019 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法

GB/T 41949-2022 颗粒 激光粒度分析仪 技术要求

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

实验室间比对 interlaboratory comparison

两个或两个以上实验室在预定条件下对同一或相似的检测对象进行测量或检测的组织、实施和评价活动。

[来源: GB/T 28043-2019, 3.1]

3.2

指定值 assigned value

对能力验证样品的某个特性赋予的值。

[来源: GB/T 28043-2019, 3.3]

3.3

测量误差 measurement error

测量结果减去指定值。

[来源: GB/T 28043-2019, 3.5]

3.4

Z 值 z score

由能力验证的指定值和标准差计算的实验室偏倚的标准化度量。

[来源：GB/T 28043-2019，3.7]

3.5

粒度 particle size

在指定测量条件下用特定的测量方法确定的颗粒的线性尺寸。

注：不同的粒度分析方法基于对不同物理性质的测量。无论实际测量的哪种物理性质，粒度都能用线性尺寸表示。例如，等效球形直径。

[来源：GB/T 44223-2024，3.4]

4 计划实施

4.1 目的

考察实验室采用激光粒度仪对样品的粒度和粒度分布的测量水平和能力。此项实验室间比对有助于组织方了解当前国内测量水平及仪器现状，帮助实验室发现日常检测存在的问题，促进实验室间技术交流，推动实验室相关检测技术和管理水平等方面的提高。

4.2 编码

按照样品类别对正式报名的每个实验室均赋予一个唯一性无含义代码，在说明与实验室有关的检测结果、结果评价等时，均以代码表示。

5 实验样品选择

应确保实验样品有足够的均匀性和稳定性，实施方应使用适当标准对样品的均匀性和稳定性进行评估，确保其不会对实验室间比对造成不利影响。选择实验样品时可参考文件《CNAS-GL 03 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》。

表1 粒度检测项目及样品要求

检测项目	样品类型
平均粒径	单峰样品
峰值粒径	单峰样品
中值粒径D ₅₀	单峰样品
D ₁₀	单峰样品
D ₉₀	单峰样品
粒径分布	单峰样品
峰值粒径	双峰或多峰样品

6 检测项目和要求

组织方在向每个参加实验室发送实验样品的同时,还应提供样品测量的详细检测作业指导书、检测结果报告单。实验室应根据作业指导书的要求进行检测,并要求在规定期限内上报检测结果。附录 A 和附录 B 分别给出了粒度检测作业指导书和检测结果报告单供参考。要求实验室使用激光粒度仪测量单峰样品的特定粒径(如平均粒径、峰值粒径、中值粒径 D_{50} 、 D_{10} 、 D_{90} 等)和粒径分布,对于双峰样品或多峰样品应记录每个峰的峰值粒径值,表 1 给出了粒度检测项目及样品要求,当有其他具体要求时,由供需双方协商。

7 数据处理及结果评价

7.1 数据处理

数据统计量有结果数、中位值、标准化四分位距、稳健变异系数、最小值、最大值和极差等,各统计量的意义及相关计算方法参见 CNAS GL02 《能力验证结果的统计处理和评价指南》。采用稳健统计的中位值作为指定值,标准化四分位距作为能力评定标准差。 Z 值按下式计算:

$$Z = \frac{x - X}{\sigma}$$

式中:

- x——实验室检测结果;
- X——指定值;
- σ ——能力评定标准差。

7.2 结果评价

- 对于样品检测结果,以 Z 值评价实验室,并将评价结果告知参加实验室。具体如下:
- $|Z| \leq 2$ 为满意结果;
 - $2 < |Z| < 3$ 为有问题结果;
 - $|Z| \geq 3$ 为不满意结果。

8 检测结果报告单

报告单应包括但不限于以下内容:

- a) 实验室名称及代码;
- b) 所用设备厂家及型号;
- c) 样品信息;
- d) 检测结果及表示;
- e) 分析方法;
- f) 测定中发现的异常现象;
- g) 对检测结果可能产生影响的其他因素。
- h) 本文件号

附录 A (资料性)

激光粒度仪粒度检测作业指导书

A.1 样品

样品编号、材质、粒径范围等信息应清晰明确。各实验室在收到样品时，应首先对样品是否完好进行确认，将确认信息尽快返回实施机构，并将收到的样品根据要求存放。

A.2 检测项目及要求

要求实验室按照 GB/T 19077 或其他等效的方法对样品粒度进行分析，并提供样品平均粒径（或峰值粒径、中值粒径 D_{50} 、 D_{10} 、 D_{90} ）、粒径分布等的测量值。

A.2.1 样品制备

样品应充分混合均匀，之后按照给定的方法进行样品前处理。

A.2.2 样品的检测要求

测试前仪器需至少预热 30min。实验室应根据作业指导书要求选用适当的测量介质、设定样品参数（如折射率等）和仪器参数（如转速、测量模型）等。对样品进行 10 次测量，记录平均粒径（或峰值粒径、中值粒径 D_{50} 、 D_{10} 、 D_{90} ）等测量结果及相关过程参量（如遮光度等）。

A.2.3 数据处理与结果评价

测量结果应为原始数据，以 μm 为单位表示，同时提供数字和图表两种结果表达，便于对最终结果进行统计。

A.3 结果反馈

将测量结果填写在粒度和粒度分布检测结果报告单中，并在规定日期前反馈至组织方。

A.4 告知

参加实验室间比对是实验室日常检测工作质量保证的有效方式。为保障该方式的有效性，实验室不得串通或伪造数据。

附录 B
(资料性)

激光粒度仪粒度检测实验室间比对结果报告单

实验室名称：_____ 实验室代码：_____

生产厂家及型号：_____ 报告日期：_____

样品编号	检测项目	10次测量结果/ μm		平均结果/ μm	扩展不确定度(U) ($k=2$)	所用分析方法	标准号	试验人员
	平均 粒径(或峰 值粒径、中 值粒径 D_{50} 、 D_{10} 、 D_{90})							
	平均 粒径(或峰 值粒径、中 值粒径 D_{50} 、 D_{10} 、 D_{90})							

试验过程中出现的问题或异常现象：_____

(不够请附页)

负责人(签字)：_____

公章：_____

参 考 文 献

- [1] GB/T19077-2016 粒度分析 激光衍射法
 - [2] GB/T 41949-2022 颗粒 激光粒度分析仪 技术要求
 - [3] GB/T 28043-2019 利用实验室间比对进行能力验证的统计方法
 - [4] CNAS-GL 02 能力验证结果的统计处理和评价指南
 - [5] CNAS-GL 03 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南
-