

液体自动颗粒计数器的校准技术与发展

国防科技工业颗粒度一级计量站郝新友

摘要：液体自动颗粒计数器是液压污染控制技术领域的关键性设备，而校准则是该仪器测量准确的基础。本文论述了液体自动颗粒计数器校准技术的原理、方法、应用范围与主要特点，同时分析了校准技术在改善校准结果的准确度、校准在线应用仪器和多次通过在线颗粒计数系统方面的发展与应用。

关键词：液体自动颗粒计数器；校准方法；污染控制

1 引言

随着电子技术和污染检测技术的飞速发展，液体自动颗粒计数器在流体颗粒污染分析中获得了广泛应用，已成为当前液压污染控制技术领域不可或缺的关键性设备。然而，该仪器在使用过程中，由于电子电路的漂移、老化，光学元件的位移、磨损等，其电气参数与光学参数是处于不断变化之中的。因此，为了保证测量结果准确可靠，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。如果在校准周期内对与计数有关的部件进行了维修或调整，或对测量结果有怀疑时，应随时进行校准。定期校准是液体自动颗粒计数器测量准确的基础。

2 液体自动颗粒计数器的传统校准方法

理论上，液体自动颗粒计数器的校准方法主要有两种：一种是单分散标准颗粒校准方法，另一种是多分散标准颗粒校准方法。

2.1 单分散标准颗粒校准方法

顾名思义，这种方法是采用近单分散的标准颗粒对液体自动颗粒计数器进行的校准。标准颗粒的形状比较规则，绝大多数为球体，其颗粒尺寸分布均匀单一，相对比较窄，一般呈围绕某一个尺寸点的正态分布，如图 1 所示。由于不是严格的单一尺寸，因此称为近单分散球形颗粒。校准液体自动颗粒计数器时，一般采用聚苯乙烯或交联聚苯乙烯乳胶球、玻璃微珠、二氧化硅球等。由于玻璃微珠和二氧化硅球的悬浮性较差，因此绝大多数采用的是折光系数约为 1.59 的聚苯乙烯或交联聚苯乙烯乳胶球，其颗粒尺寸分布的标准偏差要求小于 5%。目前国内外均有多种尺寸规格的乳胶球标准物质。为了改善乳胶颗粒的弥散性并防止颗粒的聚合结块，尺寸小于 200 μm 的乳胶球一般分装在去离子水中，而大于 200 μm 的乳胶球则采用干粉形式供应。

这种校准技术采用的具体方法为半计数法 (half count)。其校准原理基于两点：一是，液体自动颗粒计数器测量的是颗粒通过传感区时引起的光强度的变化，即颗粒的投影面积，与乳胶球的颗粒尺寸定义一致；二是标准乳胶球的颗粒尺寸分布为正态分布，其粒径为颗粒尺寸的平均值，即以平均粒径为界，两边的颗粒数量各占 50%。因此，校准时，采用两个颗粒尺寸通道，第一通道设置在小于乳胶球平均粒径的 1.5—2 倍处，通过调整液体自动颗粒计数器第二通道的阈值，使第二通道检测的颗粒数量为第一通道颗粒数量的 50%，此时第二通道设置的阈值，即对应所用乳胶球的平均粒径。

半计数法在具体应用时，还必须基于一种假设，即第一通道不受小颗粒或噪声的干扰，同时乳胶球颗粒悬浮液分散均匀，无结块与凝聚现象。但在工程应用中，特别是在校准小颗粒尺寸时，很难排除上述影响，因此误差较大。为了改善半计数法的校准缺点，出现了一种新的校准方法：移动窗口差分半计数法 (moving window differential half

count)。其校准原理如图 1 所示，采用三个颗粒计数通道，计数模式为差分计数，第二通道的阈值 \bar{v}_s 设置在所用乳胶球的平均粒径 d_s 处，初次设置时，可采用上次的校准结果或近似传感器的校准结果。第一通道的阈值 v_l 设置为 $(1-0.2)^2 \bar{v}_s$ ，对应的颗粒尺寸为 d_l ，第三通道的阈值 v_u 设置为 $(1+0.2)^2 \bar{v}_s$ ，对应的颗粒尺寸为 d_u 。校准过程中，若 \bar{v}_s 设置正确，如图 1(a) 所示，则第一通道的颗粒数量必然等于第二通道的颗粒数量（偏差在 $\pm 3\%$ 以内）；若 \bar{v}_s 设置过低，如图 1(b) 所示，则第一通道的颗粒数量必然低于第二通道的颗粒数量；若 \bar{v}_s 设置过高，如图 1(c) 所示，则第一通道的颗粒数量必然高于第二通道的颗粒数量。由图 1 可见，这种方法仅对乳胶球颗粒尺寸分布范围内的颗粒计数，排除了过低或过高信号的干扰，因此校准结果的准确度明显优于半计数法。

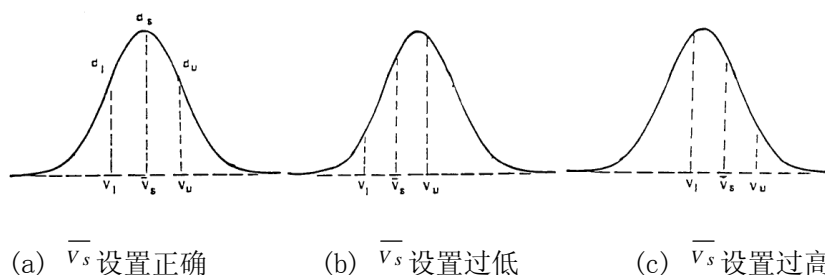


图 1 移动窗口差分半计数法校准原理

单分散标准颗粒校准方法是一种严格意义上的尺寸校准方法，校准结果精确，量值溯源性好，目前主要应用在测量水介质的医药、电子等行业中。对应的技术标准主要有：ISO21501-3（颗粒尺寸分布的测定-单颗粒光干涉法-第 3 部分：遮光型液体颗粒计数器）与 ASTM F658（采用近单分散球形颗粒材料确定液体颗粒计数器尺寸校准、分辨力和计数准确度的标准程序）。

液压污染控制行业曾希望采用半计数法解决多分散标准颗粒校准方法的量值溯源问题，因此在 1990 年由美国流体动力协会（NFPA）发布了一个新的标准 ANSI/（NFPA）T. 2. 9. 6. R1，采用悬浮在液压油中的单一尺寸乳胶球（LATEX）颗粒来校准液体自动颗粒计数器。但是在随后的应用中发现，该方法虽然在校准结果上具有良好的可溯源性与一致性，但是在实际用于污染检测时，不同实验室之间以及不同原理仪器之间的检测结果的可比性与一致性较差，由此得出结论，用于校准液体自动颗粒计数器的标准物质必须与实际污染物的光学特性相近。

2.2 多分散标准颗粒校准方法

这种方法是采用多分散不规则形标准颗粒进行的校准。标准颗粒的形状比较复杂，没有固定单一的外形和尺寸，其颗粒尺寸分布相对比较宽，最小颗粒与最大颗粒的尺寸一般相差数倍甚至数百倍，多呈级数分布，如图 2 所示。该方法目前常用的主要有 ACFTD 校准方法和 ISO MTD 校准方法。

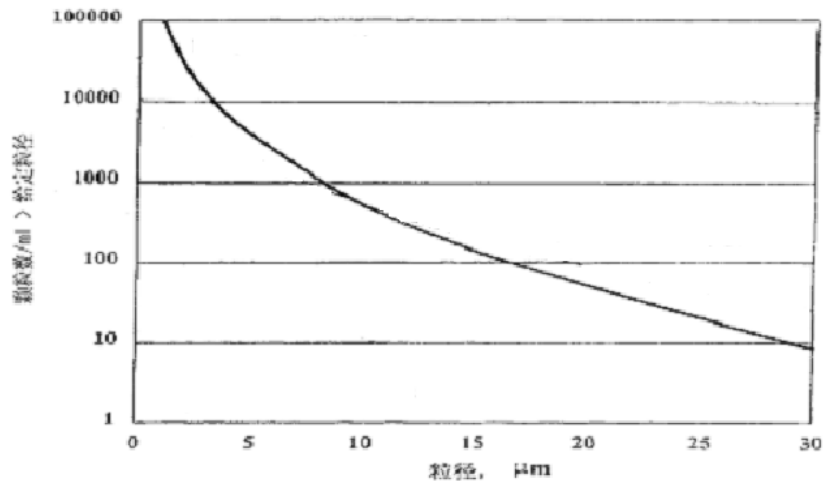


图2 多分散标准颗粒的颗粒尺寸分布

2.2.1 ACFTD 校准方法

ACFTD 是空气滤清器精细试验粉末(Air Cleaner Fine Test Dust)的英文缩写, 又称为 AC 细粉、SAE 细粉等, 由美国通用汽车公司的 AC 火花塞分部生产。通过收集美国亚利桑那州特定区域内的自然粉尘, 经球磨法加工后分级为 $0\sim 100\ \mu\text{m}$ 不规则形状的颗粒, 然后采用罗勒分析器(Roller analyzer) 和激光衍射法精确确定每批的平均容积颗粒尺寸分布。由于 ACFTD 具有不规则的形状和硅的自然特性, 具有相对一致的颗粒尺寸分布, 被公认为典型液压系统中具有代表性的污染物, 因此被国际标准化组织选作标准材料用于液体自动颗粒计数器的校准, 自上世纪七十年代一直应用至今。

采用该方法校准时, 首先将 ACFTD 悬浮在特定的液压油中, 配制成一定质量浓度的标准颗粒悬浮液, 一般为 5mg/L , 然后以校准悬浮液的颗粒尺寸分布作为标准, 调整液体自动颗粒计数器的阈值, 以使其测量结果同校准悬浮液的颗粒尺寸分布在一定的误差范围内, 从而达到对液体自动颗粒计数器的校准。这种校准方法虽然称为“尺寸校准”, 但是在严格意义上, 它并不是真正的“尺寸校准”, 而是一种“计数校准”。因为在这种情况下的颗粒尺寸, 仅仅是一种统计量, 而且它是以校准悬浮液的颗粒数量作为标准, 调整的也是液体自动颗粒计数器测量的颗粒数量, 从而间接地达到对颗粒尺寸的校准。

ACFTD 校准方法在测量油介质的液压污染控制行业获得广泛应用, 对应的标准主要是 ISO 4402 (液压传动-液体自动颗粒计数器的校准-采用 ACFTD 方法)。这种方法目前国外无标准物质, 仅有企业配制的标准样品, 国内发布有四种国家二级标准物质, 编号为 GBW(E) 120017—120020。

虽然该方法应用较广, 但由于发布的 ACFTD 的颗粒尺寸分布数据不准确, 量值缺乏溯源性, 批与批之间的一致性较差, 小颗粒含量过多, 校准时重合误差较大, 在国际上广受质疑, 同时鉴于 ACFTD 本身在 1993 年停止生产, 因此 ACFTD 校准方法将逐步被 ISO MTD 校准方法取代。

2.2.2 ISO MTD 校准方法

ISO MTD 是 ISO 中级试验粉末(ISO Medium Test Dust) 的英文缩写, 又称为 SAE5-80、PTI5-80 等, 由美国粉末技术公司生产。它也是美国亚利桑那州特定区域内的沙土, 因此物理化学特性与 ACFTD 完全相同。但是相对而言, ISO MTD 的生产采用了更为先进的

技术,采用库尔特电阻技术精确控制单批次的颗粒尺寸分布,批与批之间的变动性更小,颗粒尺寸分布更加准确,而且包含的小颗粒数量较少,更加易于在油中弥散,从而可以减小颗粒计数时的重合误差,同时其颗粒尺寸分布得到了 NIST 的保证,量值溯源准确,因此,采用 ISO MTD 校准方法的结果明显优于 ACFTD 校准方法。

在具体方法上,ISO MTD 与 ACFTD 校准方法基本一致,都是采用标准颗粒悬浮液,以颗粒的数量浓度作为标准,通过调整液体自动颗粒计数器的阈值,使二者的结果达到一致。所不同的仅有两点:一是二者采用标准颗粒悬浮液的浓度不同,ACFTD 为 5mg/L,而 ISO MTD 为 2.8mg/L;二是 ISO MTD 与 ACFTD 对颗粒的尺寸定义不同,ACFTD 采用的是颗粒的最长弦直径,而 ISO MTD 采用的是颗粒的等效投影直径。二者的区别如图 3 所示。

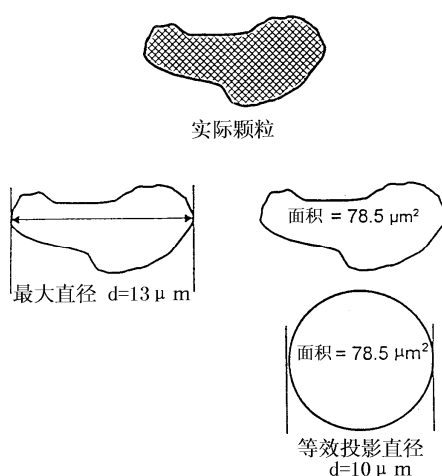


图 3 最长弦直径与等效投影直径的区别

由图 3 可见,对于同一个颗粒,采用最长弦直径表示时,其直径为 13 μm ,而采用等效投影直径表示时,其直径则为 10 μm ,二者明显不同。因此,采用 ISO MTD 与 ACFTD 校准方法得到的校准结果完全不同,但是,在二者之间,有一定的对应关系,如表 1 所示。

表 1 ISO MTD 与 ACFTD 校准结果的关系

ACFTD 尺寸转换为 ISO MTD 尺寸		ISO MTD 尺寸转换为 ACFTD 尺寸	
ACFTD 尺寸 μm	ISO MTD 尺寸 $\mu\text{m}(c)$	ISO MTD 尺寸 $\mu\text{m}(c)$	ACFTD 尺寸 μm
1	4.2	4	<1
2	4.6	5	2.7
3	5.1	6	4.3
5	6.4	7	5.9
7	7.7	8	7.4
10	9.8	9	8.9
15	13.6	10	10.2
20	17.5	15	16.9
25	21.2	20	23.4
30	24.9	25	30.1
40	31.7	30	37.3

ISO MTD 校准方法是目前国际标准化组织选定取代 ACFTD 校准的标准方法，也主要应用于测量油介质的液压污染控制行业，对应的标准主要是 ISO 11171（液压传动-液体自动颗粒计数器的校准），国内为 GB/T 18854。这种方法目前国外的标准物质主要是 NIST 生产的 SRM2806，国内发布有四种国家二级标准物质，编号为 GBW(E)120082—120085。

3 液体自动颗粒计数器校准技术的发展

近年来，液体自动颗粒计数器在在线检测和过滤产品性能检测方面，获得了快速发展，应用日益广泛，相应地，对该领域应用中的校准技术和校准结果的准确度，也提出了更高要求，取得了一定发展。

3.1 ISO 11171 尺寸校准方法

由前所述，单分散标准颗粒校准方法虽然是一种非常精确的尺寸校准技术，但由于所用标准颗粒的材质、形状和尺寸分布与液压系统实际污染物相去甚远，因此在液压污染控制行业应用有限。ACFTD 与 ISO MTD 校准方法虽然在液压污染控制行业获得广泛应用，但在采用该方法校准液体自动颗粒计数器时，由于受到颗粒传感器重合误差极限的限制，配制的标准颗粒悬浮液的浓度不能太高，因此校准悬浮液中大尺寸颗粒的含量相对较低，如表 2 所示，从而使得液体自动颗粒计数器测量结果中较大尺寸颗粒的数量较少，难以用数学统计规律来对测量数据进行分析，因此大尺寸校准结果的误差较大，不同实验室间的一致性较差。

表 2 ACFTD 与 ISO MTD 的理论颗粒数量

颗粒尺寸 μm	>2	>5	>10	>15	>25	>50	>100	备注
理论数量 个/10ml	69844	25834	7196	2762	663	64	4	ACFTD 5mg/L
颗粒尺寸 $\mu\text{m}(c)$	>4	>6	>10	>14	>21	>38	>70	备注
理论数量 个/10ml	65304	25661	5504	1826	454	34	2	ISO MTD 3mg/L

有鉴于此，为了改善大尺寸颗粒校准结果的准确度，国际上发展了一种综合单分散标准颗粒校准方法和 ISO MTD 校准方法优点的新校准方法，即 ISO 11171 规定的尺寸校准方法。该方法在校准小尺寸段时（一般 $30\mu\text{m}$ 以下），采用 ISO MTD “计数校准”方法，不同的是，在校准过程中采用 3 瓶标准颗粒悬浮液，反复修正校准结果，同时校准中不再调整液体自动颗粒计数器的阈值，而是以仪器的实际测量结果、标准颗粒悬浮液的标准颗粒尺寸分布和仪器设定的阈值，推算得到仪器阈值与颗粒尺寸的对应关系，即校准曲线。在校准大尺寸段时（ $30\mu\text{m}$ 以上），采用单分散标准颗粒“尺寸校准”方法，不同的是，校准过程中采用的单分散标准乳胶球，不是分散在去离子水或蒸馏水中，而是配制在与 ISO MTD 校准悬浮液相同的液压油中，然后采用半计数法，以乳胶球的中值尺寸作为标准进行校准。两种方法校准结束后，采用至少 18 个点绘制校准曲线，得到最终校准结果，如图 4 所示。该方法综合了半计数法和 ISO MTD 校准方法的优点，吸取了 ANSI/(NFPA) T. 2. 9. 6. R1 标准的教训，改善了大尺寸颗粒校准结果的准确度和一致性，因此是目前为止液压污染控制行业最科学的校准方法。

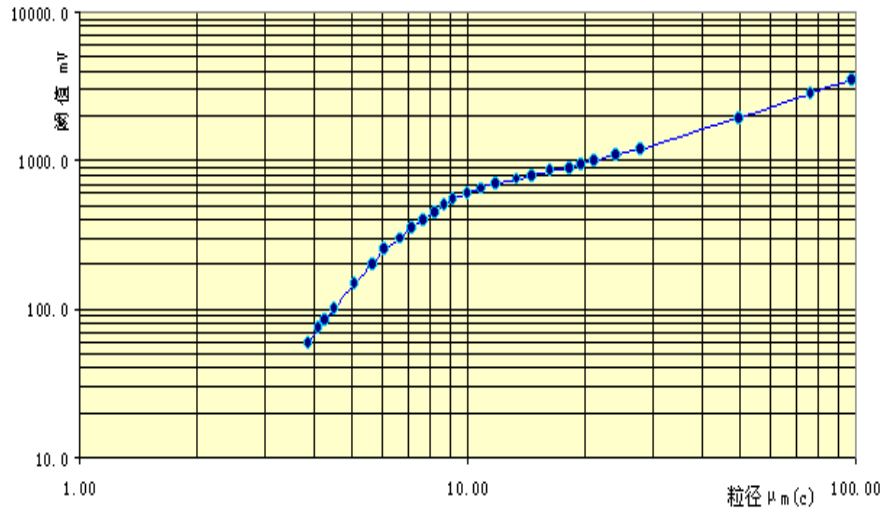


图4 ISO 11171 尺寸校准曲线

该方法之所以在大尺寸段采用单分散颗粒，是由于乳胶球颗粒的尺寸与 ISO MTD 的颗粒尺寸一样，也是以颗粒的等效投影直径来定义的，对于较大尺寸的颗粒，通过液体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。

该方法在实际应用时，须将乳胶球分散在液压油中，而一般情况下，乳胶颗粒是以水悬浮液形式供应的，而液压油中游离水的存在，将会影响液体自动颗粒计数器的测量结果，因此，在将其加入到液压油中之前，液压油中必须加入适量的气溶胶 OT (Aerosol OT)。气溶胶 OT 是一种蜡状的吸水性固体，可以良好地溶入液压油中，并可将乳胶颗粒的水溶液完全吸附，从而使得悬浮在水中的乳胶颗粒与液压油相容，不影响液体自动颗粒计数器的测量结果。

3.2 在线液体颗粒计数器的校准方法

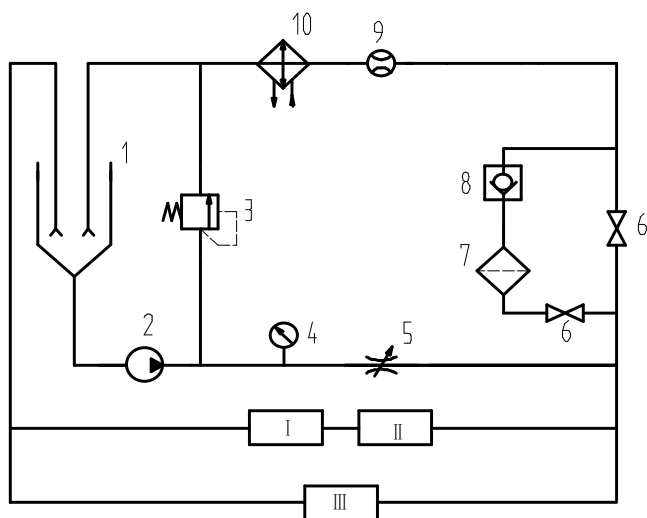
随着污染检测技术的发展，在线液体颗粒计数器由于成本低，效率高，既无二次污染，又避免了因取样对油液的无端损耗，测试快速准确，可随时对系统进行实时监控，因此在液压污染控制中获得了广泛应用。但是，由于该仪器主要是针对在线使用设计的，一般都集成有减压装置和取样流量控制部分，或者内部管路较长，取样量多，或者取样流量大，因此在采用传统的瓶装颗粒标准物质校准时，出现了困难，有些甚至根本无法采用瓶装的颗粒标准物质进行校准，因此必须采用新的校准方法。

新的校准方法必须考虑在线液体颗粒计数器的特点。一方面，在线液体颗粒计数器主要是在线使用的，其内部一般都装有减压装置，而且只有在系统压力大于 0.7MPa 时才能完全开启，因此校准方法必须能够提供至少 1MPa 的工作压力；另一方面，在线液体颗粒计数器一般取样流量大，取样量多，因此校准方法必须能够提供足够多的校准用颗粒悬浮液，且具有一定的工作流量，一般应大于 10L/min；其三，应有足够的校准时间，因此校准方法应在一定的时间内，一般应大于 30min，保持校准悬浮液的颗粒尺寸分布均匀稳定；其四，校准方法应具有良好的量值溯源性，以保证校准结果的准确可靠。

按照上述原则，可以设计一个简单的液压系统，模拟在线液体颗粒计数器的实际工作状态，采用与标准液体颗粒计数器比对的方法，实现对在线液体颗粒计数器的校准。

设计的液压系统如图 5 所示，主要由三部分组成，分别是净化系统、校准悬浮液制备系统和校准系统。截止阀 (6)、过滤器 (7)、单向阀 (8) 及相关回路构成了净化系统，负责在标准固体颗粒加入系统前，将系统中的本底固体颗粒清除干净。油箱 (1)、泵 (2)、节流阀 (5)、冷却器 (10) 等构成了校准悬浮液制备系统，以保证足够的压力和取样流量，同时使添加到系统中的标准固体颗粒悬浮均匀，在校准时间内提供均匀、

稳定、充足的校准用颗粒悬浮液。标准液体颗粒计数器（I）、微流量取样器（II）、被校准在线液体颗粒计数器（III）及相关回路构成了校准系统，以完成对在线液体颗粒计数器的校准。



1. 油箱 2. 泵 3. 溢流阀 4. 压力表 5. 节流阀 6. 截止阀
7. 过滤器 8. 单向阀 9. 流量计 10. 冷却器 II. 微流量取样器
I. 标准液体颗粒计数器 III. 被校在线液体颗粒计数器

图5 在线液体颗粒计数器的校准原理图

标准液体颗粒计数器可采用测量精度高、功能全、易校准的遮光原理的台式液体颗粒计数器，并采用激光传感器。一般情况下，台式液体颗粒计数器无减压装置，不适用于在线使用，因此，在线使用时，应单独采用微流量取样器，以精确控制其取样流量和取样体积。为保证校准结果准确，具有良好的可比性和量值溯源性，标准液体颗粒计数器在使用前，应定期采用标准物质进行校准。同时，为了保证系统中颗粒悬浮液的均匀稳定，设计的液压系统应尽量简单，具有合理的结构，管路短，无死角，采用的液压元件既耐污染度高，又不能改变加入系统的固体颗粒的尺寸分布。

校准时，首先把系统内油液的总体积调整到预定值，开启净化系统进行净化，直到系统的初始污染度满足要求为止；然后将处理好的标准固体颗粒浓缩液按照需要量加入到油箱内，启动悬浮液制备系统，直至标准固体颗粒悬浮均匀；之后将系统压力调整到1MPa左右，以完全打开被校仪器的减压阀；最后启动微流量取样器，抑制系统压力和流量波动对标准液体颗粒计数器的影响，再启动标准仪器和被校仪器同时测量，通过与标准仪器测量结果相比对的方法，调整被校仪器的阈值，使其测量结果与标准仪器的测量结果相一致，在一定的误差范围内，完成对在线液体颗粒计数器的校准。

3.3 多次通过试验在线颗粒计数系统的校准方法

随着在线颗粒污染检测技术的发展和日益成熟，目前过滤产品的多次通过性能试验均要求采用在线颗粒计数系统。这一系统的主要应用特点有两个：一是在被试产品的上下游同时安装颗粒传感器或液体自动颗粒计数器，然后通过在被试产品的上游不断加入特定浓度的颗粒污染物，连续循环通过被试产品，在试验过程中连续在上下游同时检测颗粒污染度，直至被试产品的压降达到极限压差，因此系统中有两只传感器；二是试验以过滤比（ β 值）为关注的核心，在系统中没有加装被试产品时，其过滤比应为1，即对上下游两只传感器的一致性要求较高，甚至要高于对两只传感器单独测量准确度的要求。有鉴于上述特点，若分开单独校准两台仪器，则由于校准误差的存在，可能两台仪器的误差正好相反，会人为造成被试产品过滤比的增大或减小，因此，传统的校准方法

不是最佳的选择。

对于上述情况,可以借鉴在线液体自动颗粒计数器的校准方法,首先把上游的颗粒传感器拆下,采用瓶装的油中颗粒标准物质按照 ACFTD 或 ISO MTD 校准方法进行离线校准,保证上游颗粒传感器的测量准确和量值溯源性。从液体自动颗粒计数器的校准原理来看,限于当前的标准和技术,采用瓶装的油中颗粒标准物质进行离线校准是目前结果最准确、量值溯源性最好的校准方法。离线校准后,把上游颗粒传感器重新装回,将被试产品采用直管段短路连接,关闭净化系统,然后在试验系统内配制一定精确质量浓度的固体颗粒悬浮液,让试验系统循环,以上游颗粒传感器的测量结果为标准,调整下游颗粒传感器的阈值,以使其测量结果与上游颗粒传感器的测量结果相同,在一定的误差范围内,保证上下游颗粒尺寸分布测量结果的一致性。

该方法是一种真正意义上的“在线校准”。校准前,应首先保证多次通过试验系统设计合理,加入系统中标准固体颗粒的尺寸分布与标准值的误差应在一定的范围内,同时试验系统不改变内部的颗粒尺寸分布,至少在 1 小时内,颗粒尺寸分布的变化应在一定范围内。另外,对于在颗粒计数系统中安装有稀释系统的多次通过试验系统,对稀释是否准确,也必须检查。检查时,可将被试产品采用直管段短接,在试验系统内制备一定精确质量浓度的固体颗粒悬浮液,让试验系统循环,然后按一定的稀释比进行稀释,检查颗粒计数结果,乘以稀释因子后与标准颗粒尺寸分布值进行对比,应在一定误差范围内。

该方法对应的标准主要是 ISO 11943 (液压传动-液体在线自动颗粒计数系统的校准和验证方法),国内为 GB/T 21540。

4 结束语

准确永远是人类测量活动的追求目标,而校准是液体自动颗粒计数器测量准确的基础和前提。在液压污染控制技术领域,ISO MTD 取代 ACFTD 校准技术的脚步不会停止,而且随着液体自动颗粒计数器应用领域的不断扩展,其校准技术也将会随着其应用领域的延伸不断发展。

参考文献

- [1] ISO21501-3, Determination of particle size distribution-Single particle light interaction methods-Part 3: Light extinction liquid-borne particle counter [S].
- [2] ASTM F658, Standard practices for defining size calibration, resolution, and counting accuracy of a liquid-borne particle counter using near-monodisperse spherical particulate material [S].
- [3] ISO 4402, Hydraulic fluid power-Calibration of liquid automatic particle-count instrument- Method using air cleaner fine test dust contaminant [S].
- [4] ISO 11171, Hydraulic fluid power-Calibration of liquid automatic particle counters [S].
- [5] ISO/TR 16386, Impact of changes in ISO fluid power particle
- [6] 郝新友. 在线液体颗粒计数器校准方法研究[J]. 机床与液压, 2008(10): 85-87.
- [7] ISO11943, Hydraulic fluid power-On-line automatic particle-counting systems for liquids-Methods of calibration and validation [S].