

ARBEIDSFORSKNINGSINSTITUTTENE  
BIBLIOTEKET  
Gydaz vei 8  
Postboks 8149 Oslo Dep. Oslo 1.

PARTIKKELSTØRRELSERANALYSE

MED

COULTER COUNTER TA II MED POPULASJONSENHET

HÅNDBOK  
HD 805

WIJNAND EDUARD  
TEKNISK AVDELING  
YRKESHYGIENISK INSTITUTT.

	Side
1. Innledning	3
2. Måleprinsipp	4
3. Bruksområde	6
4. Apperatur	8
4.1. Glassoppsatsen	8
4.2. Hovedtellerenheten	11
4.2.1. Funksjoner på forsiden	11
4.2.2. Funksjoner på høyre siden	18
4.3. Populasjonsenheten	21
5. Valg av elektrolytt	23
5.1. Løsemidler	23
5.2. Salter	23
5.3. Tilsetningsstoffer	24
5.4. Valg av elektrolytt	25
6. Filtrering av elektrolytt	26
6.1. Tilbereding av elektrolytt	27
7. Prøvepreparering	
7.1. Pulverprøver	
7.2. Filterprøver	
8. Partikkeltelling	28
8.1. Innsetting av et aperaturrør	28
8.2. Telling med et aperaturrør	30

	Side
8.2.1. Telling med manometeret	30
8.2.2. Manuell telling	34
8.3. Telling med to operaturrør	36
8.3.1. Metoden med overlappingskanal	36
8.3.2. Metoden med terskelkanal	38
8.4. Kvantitativ analyse	
8.5. Partikkeltelling med lavest mulig nedre partikkelgrense	
9. Kalibrering	40
9.1. Innstilling av apertur tilpasningen	40
9.2. Kalibrering	42
9.3. Aperturskjema	46
10. Beregning av resultater	48
10.1. Resultater av ettrørsanalyse	48
10.2. Ekstrapolering av partikkelfordelingen	49
10.3. Resultater av torørsanalyse	51
10.4. Presentasjon av resultater	53
10.4.1. Differansiell fordeling	53
10.4.2. Kumulativ fordeling	53
12. Gjennomføring av partikkelanalyser	
11. Presisjon og nøyaktighet	

1. Innledning

Ved hjelp av en Coulter Counter kan partikkelstørrelsesfordelingen av de fleste partikulære prøver bestemmes.

Prøvene dispergeres i en elektrolytt og partikkelfordelingen bestemmes med Coulter Counter.

For analyse av forskjellige prøver må en ofte bruke forskjellige elektrolytter for å oppnå tilfredsstillende dispergering. Coulter Counter klassifiserer partiklene etter volum. Både volumfordelingen og antallfordelingen kan bestemmes.

## 2. Måleprinsipp

Ved analyse strømmes elektrolytten med de dispergerte partiklene gjennom en liten rund åpning (apertur). To platinaelektroder opprettholder en konstant strømstyrke gjennom aperturen ved hjelp av den elektroniske enheten, se fig. 1.

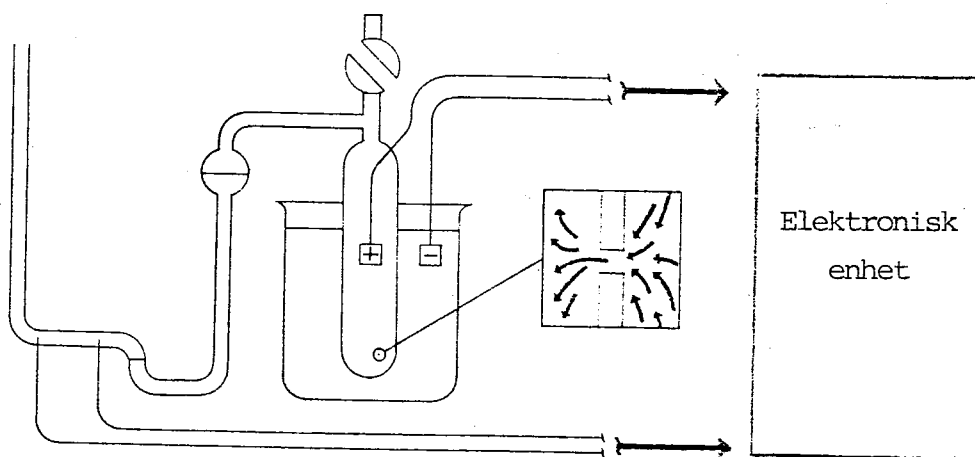


Fig. 1: Skisse av Coulter prinsippet.

Potensialforskjellen over aperturen er avhengig av ledningsevnen av elektrolytten og aperturens størrelse. Den er konstant når elektrolytten passerer aperturen. Paserer en partikkel aperturen fortrenger partikkelen elektrolytten tilsvarende sitt volum. Siden strømstyrken er konstant produseres en spenningspuls når en partikkel går gjennom aperturen. Puls høyden er proporsjonal med mengden fortrenget elektrolytt som er lik partikkelvolumet.

Ved analyse telles pulsene etter pulshøyde i 16 intervaller. Terskelen øker med en faktor = 2 i volum for hvert følgende intervall (faktor  $2^3$  i partikkeldiameter). Etter analyse kan antallfordelingen skrives ut differensiell og kumulativ.

Ved bestemmelse av volumfordelingen blir pulsene integrert i en analog krets. Volumfordelingen blir derfor nøyaktigere bestemt enn ved å regne om antallfordelingen.

Responseren er lineær innenfor 2 - 40% av apertur diameteren. Minste apertur er 30  $\mu\text{m}$  slik at den nedre partikkelgrense er 0,6  $\mu\text{m}$ . Den øvre grense for partikkelstørrelser som vi kan analysere er 160  $\mu\text{m}$  (med 400  $\mu\text{m}$  apertur).

### 3. Bruksområde

Coulter Counter kan brukes for bestemmelse av partikkelstørrelsesfordelingen av partikulære prøver.

For at en prøve kan analyseres må følgende betingelser være oppfylt:

- prøven må ikke kunne løses opp i elektrolytten
- prøven må være dispergert fullstendig  
(må ikke dispergere ytterligere under telling)
- prøven må ikke agglomerere under analyse

Det finnes nå ca. 20 forskjellige elektrolytter som er basert på vann eller organiske løsemidler, som f.eks. aceton, dimetyl-formamid, isobutylalkohol. Vanligvis finnes en egnet elektrolytt for partikkelstørrelsesanalyse av en prøve.

For mange uorganiske uløselige stoffer er trinatriumortofosfat i vann egnet. Blandingsstøv kan analyseres som oftest med denne elektrolytten.

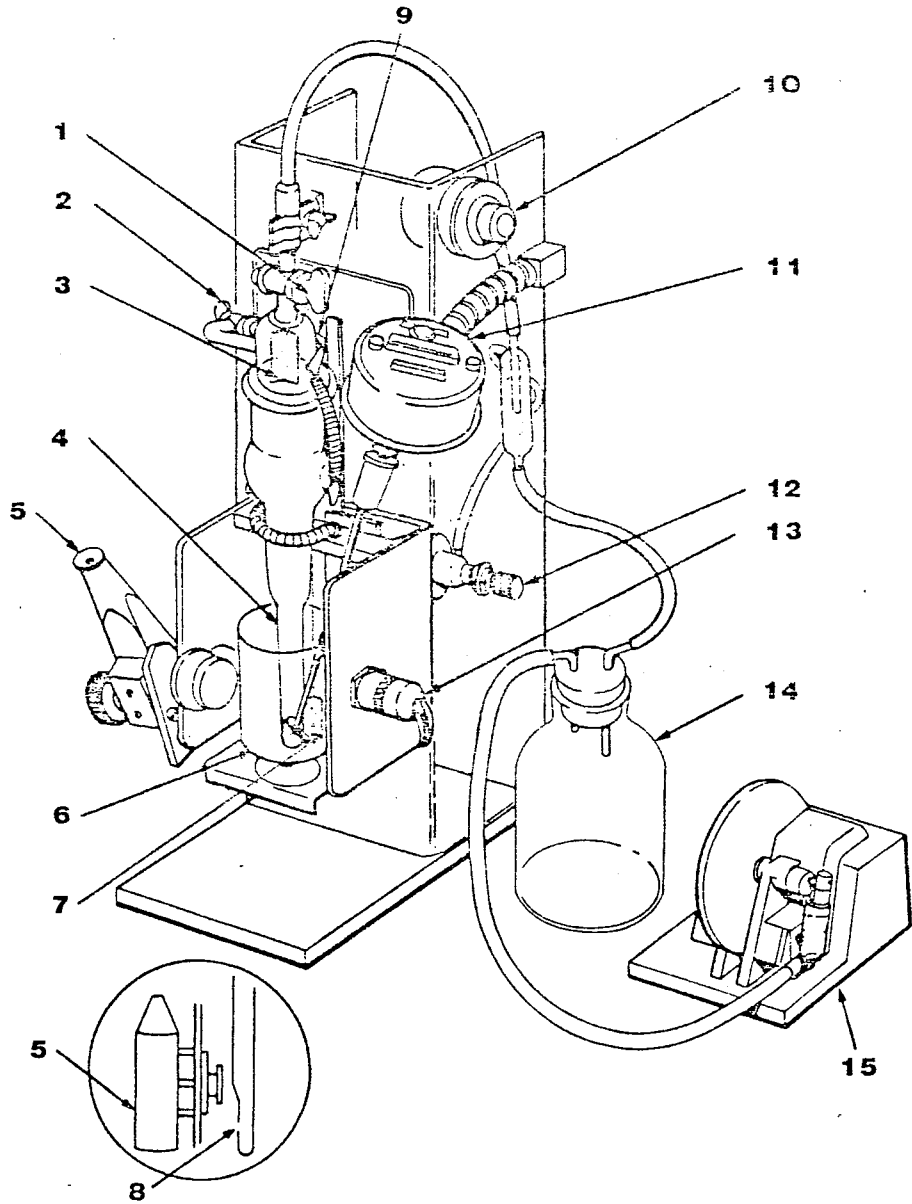
Stoffprøver kan analyseres direkte etter dispergering. Ved filterprøver må filteret fjernes først før analyse.

Fordelingen som bestemmes er basert på volumet av partiklene. Ekvivalent diameter beregnes ut fra antakelsen at partiklene er kuleformet. Dette vil vanligvis ikke være tilfelle. Partiklene vil være mer uregelmessig formet og ha større overflate i forhold til vekten. Følgelig vil sedimenteringshastigheten i luft avta etter som partikkelformen avviker fra kuleformen. Dette må tas i betraktning

når vi sammenligner partikkelstørrelsesfordelingen med kriterier for respirabelt støv. Disse bygger som oftest på sedimenterings egenskaper, og blir oppgitt i Stokes diameter. For å kunne sammenligne bør en kjenne til formfaktoren, forholdet mellom Stokes diameter og ekvivalent diameter. Den er som oftest ukjent.



4. Apparatur



- |               |                             |                          |
|---------------|-----------------------------|--------------------------|
| 1. hane T     | 6. prøveglass               | 11. rørever              |
| 2. hane S     | 7. elektrode                | 12. vakuumpumperegulator |
| 3. elektrode  | 8. apertur                  | 13. lampe                |
| 4. aperturrør | 9. tilkobling for manometer | 14. overløpsflaske       |
| 5. mikroskop  | 10. hastighetsregulator     | 15. vakuumpumpe          |

Fig. 2. Glassoppsatsen

Prøven dispergeres i et prøveglass på 200 ml med rund bunn (6). Prøven røres vanligvis under analyse ved hjelp av røreverk (11) med innstillbar hastighet (10) (ved telling av partikler  $< 1 \mu$  stoppes røreverket p.g.a. støy). Prøveglasset settes i et firkantet kar fylt med vann (ikke inntegnet) for å lette mikroskop innstillingen. Suspensjonen suges gjennom en apertur (8) som er festet i et aperturrør (4) og samles opp i en overløpsflaske (14). Undertrykket opprettholdes med en vakumpumpe (15) og innstilles med en vakumregulator (12). Ved hjelp av et spesielt kvikksølvmanometer (se fig. 3) som er tilkoblet ved (9) er det mulig å suge et kjent volum gjennom aperaturen. Når hane T åpnes, skal kvikksølvet innstille seg ved A. (Er det ikke tilfelle, må undertrykket innstilles med vakumregulatoren).

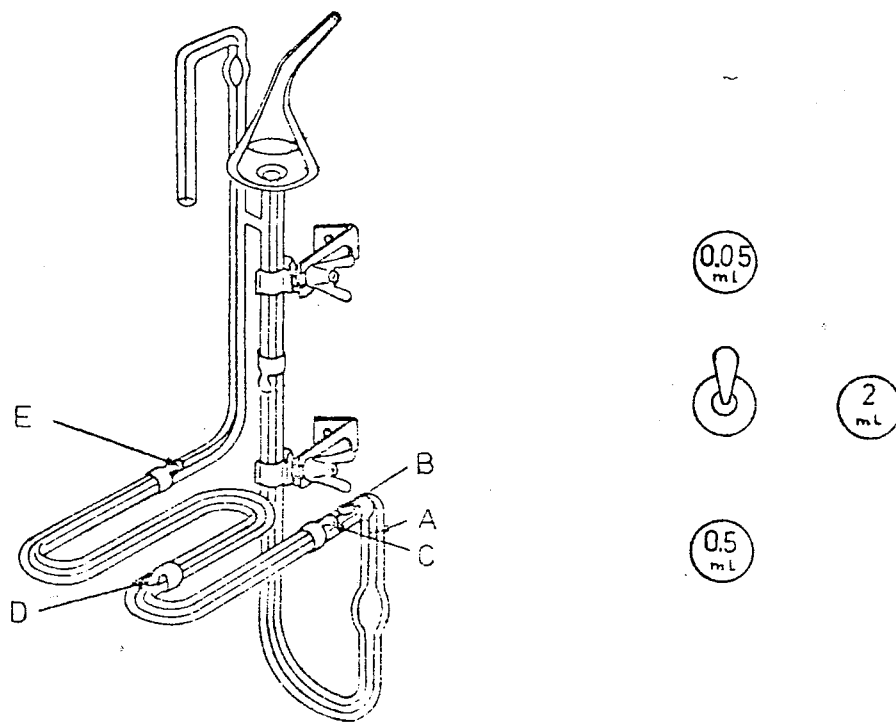
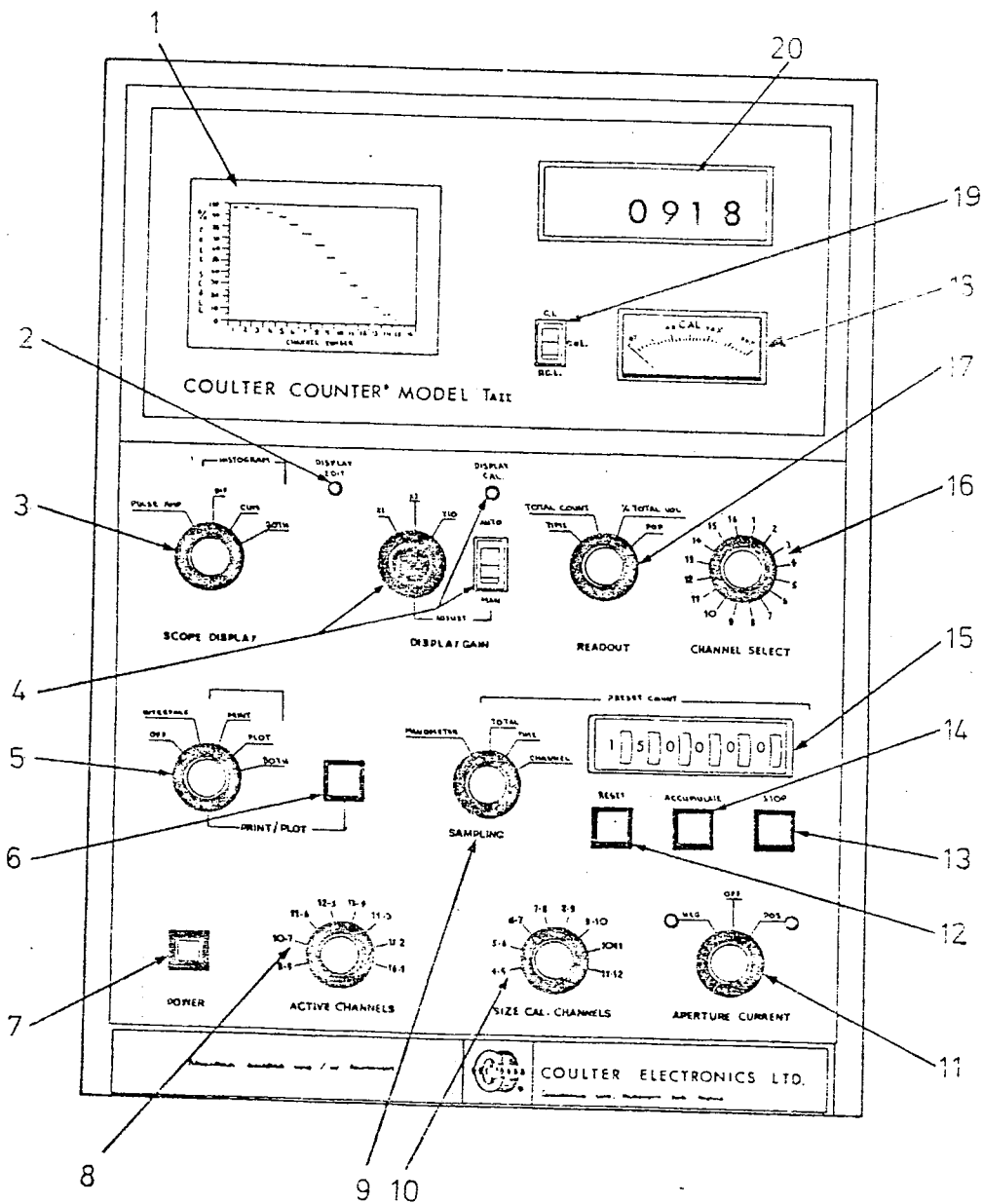


Fig. 3. Manometeret og volumvelgeren.



- |                                     |                                     |                      |
|-------------------------------------|-------------------------------------|----------------------|
| 1. visuell avlesning                | 7. hovedbryter                      | 13. stoppknapp       |
| 2. kontrollampe for data-korreksjon | 8. velger for operasjonelle kanaler | 14. telcknapp        |
| 3. skjermbildevelger                | 9. prøvetakingsvelger               | 15. antallbegrenser  |
| 4. datamultiplikator kontroll       | 10. kalibreringskanalvelger         | 16. kanalvelger      |
| 5. trykk/tegn velger                | 11. apertustromvelger               | 17. avlesningsvelger |
| 6. trykk/tegn knapp                 | 12. C-stillingsknapp                | 18. meter            |
|                                     |                                     | 19. metervelger      |

Fig. 4. Hovedtellerenhetens forside

Når hane T stenges (det utvendige undertrykket kobles ut) vil manometeret komme i balanse igjen. kvikksølvet passerer først kontakt B og telling starter. Så passeres kontaktene C, D og E som stopper tellingen etter henholdsvis 0,05 ml, 0,5 ml eller 2,0 ml. Dette er avhengig av volumvelgerens posisjon.

Aperturen belyses med en lampe (13) slik at den kan kontrolleres med et mikroskop (5). Den ene elektroden (7) er plassert i prøveglasset, den andre i skipet hvor aperturrøret kobles til (3).

#### 4.2. Hovedtellerenheten. (Main unit).

##### 4.2.1. Funksjoner på forsiden. (Se fig. 4).

Hovedbryter (7), power switch.

Dette er en trykk-knapp som lyser grønn når apparatet er slått på. Samtidig lyser den numeriske avlesningen og lampen i glassoppsatsen, og vakumpumpen virker.

Trykk-tegn velger og bryter (5,6), print/plot rotary switch and pushbutton.

velgeren har følgende funksjoner:

- OFF - alle funksjoner er utkoblet.
- INTERFACE - telleresultatene overføres til en dataterminal. Ikke tilkoblet.
- PRINT - telleresultatene innstilt med avlesningsvelgeren skrives med skriveren i populasjonsenheten.
- PLOT - telleresultater tegnes med en X - Y-skriver. Ikke tilkoblet.
- BOTH - telleresultatene skrives og tegnes samtidig.

Med bryteren startes den valgte funksjonen.  
Bryterknappen lyser mens funksjonen er i gang.

Velger for operasjonelle kanaler (8), active channel switch.

Med kanalvelgeren kan en eller flere av de lavere kanalene utkobles. Ved hver stilling står det to tall: det første angir hvor mange kanaler som er i funksjon, det andre den laveste kanalen som er i funksjon. F.eks. 14 - 3 betyr 14 kanaler i funksjon med kanal 3 som laveste kanal.

Den visuelle avlesning (1), Visual Display viser telleresultatene under og etter telling. Hva som vises er avhengig av skjermbildeelvelgerens og avlesningsvelgerens posisjon.

Den numeriske avlesning (20), Numeric Readout viser telleresultatene under og etter telling. Hva som vises er avhengig av skjermbildeelvelgerens og avlesningsvelgerens posisjon.

Datamultiplikator kontroll (4), display gain control.

Multiplisering av resultatene (volumfordelingen) kontrolleres med følgende kontrollfunksjoner:

- MAN/AUTO bryteren (MAN/AUTO switch) har to stillinger:

I AUTO posisjon justeres volumfordelingen automatisk til 100% i den laveste kanalen forutsatt at måleren innstilt på P.C.L. viser 5% eller mer, men ikke over 25%.

I MAN posisjon justeres volumfordelingen ved hjelp av resultatforsterker velger og potensiometer.

- Med Data multiplikatorvelger, Display Multiplier Control, (D.M.C.), kan multiplikatoren grovjusteres : x1, x3 og x10.
- Data multiplikatorpotensiometer, Display Gain Potensiometer (D.G.P.) er plassert i midten av datamultiplikatorvelgeren. Med potensiometeret kan resultatet multipliseres nøyaktig til en ønsket verdi (avleses på den numeriske avlesningen).
- Multiplikatorkalibreringslampen, DISPLAY CAL. lamp, lyser så snart meteret innstilt på PCL, viser 5% når MAN/AUTO bryteren står på AUTO (da er det tallet nok av prøven for at volumfordelingen er gyldig).
- Hvis for mye av prøven er tallet slik at en eller flere av kanalene er overbelastet blinker den visuelle avlesningen.

Med skjerm bildevelgeren (3), Scopedisplay switch og avlesningsvelgeren velges visuell avlesning og hvilken fordeling som fåes ved numerisk avlesning, utskrift eller histogram. Følgende funksjoner finnes:

- I PULSEAMP posisjon vises spenningspulsene som produseres når partikler passerer aperturen. Dette gir informasjon om tellingen foregår tilfredsstillende. Alle tegne- og skrivefunksjoner er blokkert.
- I DIF posisjon vises innholdet av hver kanal i et histogram (differensiell fordeling).

NB. Kanal 16 inneholder alle partikler større enn den nedre kanal grense, også partikler større enn den øvre kanalgrensen.

- I CUM posisjon vises innholdet av hver kanal + alle kanaler som er større. Altså alle partikler som er større enn den nedre kanalgrense for hver kanal. (Kumulativ fordeling).
- I BOTH posisjon vises både den differensielle og den kumulative fordelingen. Alle tegne- og skrivefunksjoner er blokkert.

Avlesningsvelgeren (17), Readout Switch, velges hvilket resultat som skal avleses fra instrumentets hukommelse. Alle avlesningsfunksjoner er tilgjengelig under telling. Etter avsluttet telling beholdes telleresultatet inntil apparatet blir o-stilt.

Følgende funksjoner finnes:

- I TIME posisjon viser den numeriske avlesning analysetiden i tiendedels sekund i fire desimaler.
- I % TOTAL VOL posisjon viser den numeriske avlesning enten det differensielle volumet eller det kumulative (avhengig av skjermbilde velgerens stilling) for den valgte kanalen i tusendeler av full skala. (Skalaen stilles inn med resultat forsterkningskontroll funksjonene).
- I POP posisjon (når populasjonsenheten er tilkoblet) viser den numeriske avlesningen den differensielle eller kumulative telling i den valgte kanalen i seks desimaler.

Meteret (18) og metervelgeren (19), meter and meter switch

Metervelgeren har tre posisjoner:

- C.I. (konsentrasjonsindeks) Meteret viser partikkelkonsentrasjonen som det antall partikler som går tapt på grunn av koinsidens (omtrent samtidig passerer to eller flere partikler gjennom aperturen)
- CAL (kalibrering). Brukes for kontroll av kalibreringen, (vi bruker den ikke).
- P.C.L. (Percent Contents Level). Meteret angir den delen av volumhukommelsen som er brukt i prosent Kanalvelgeren (16), Channel Select Switch velger den kanalen som skal avleses numerisk.

Kanalvelgeren (16), Channel Select Switch velger den kanalen som skal avleses numerisk.

Den brukes også når et fastsatt antall partikler i en bestemt kanal skal telles.

Med Prøvetakingsvelgeren (9), sampling switch, kan man velge mellom fire prøvetellingsmetoder:

- I MANOMETER-posisjon telles ved å åpne og lukke hane T i glassoppsatsen. Det analyseres et nøyaktig volum som innstilles med volumvelgeren på glassoppsatsen. RESET-, ACCUMULATE- og STOP-knappene er utkoblet siden disse funksjonene gjennomføres automatisk. Knappene lyser når denne funksjonen utføres.

Ved de andre prøvetellingsmetodene er RESET-, ACCUMULATE- og STOP-knappene i funksjon:



- I TOTAL posisjon stopper tellingen når det totale antall partikler som er tallet er lik antallet som er innstilt på antallbegrenseren.
- I TIME posisjon stopper tellingen etter tiden innstilt i tiendedelssekund på antallsbegrenseren.
- I CHANNEL posisjon stopper tellingen etter at antallet partikler som er tallet i den valgte kanalen er lik antallet innstilt på antallsbegrenseren.

Med Antallsbegrenseren (15), Preset Count Thumbwheel Switches kan en øvre grense innstilles for antall partikler inntil seks desimaler og antall tiendedels sekund inntil fire desimaler.

Med 0-stillingsknappen (12), Reset Switch, tømmes hukommelsen for resultatene fra forrige telling før neste telling foretas. Knappen lyser mens funksjonen utføres. (Vent 3 sekunder før nye operasjoner utføres, slik at hukommelsen tømmes helt).

med Telleknappen (14), Accumulate Switch, starter telling når en grense er innstilt på antallbegrenseren. Knappen lyser mens den er i funksjon.

med Stoppknappen (13), Stop Switch, stoppes all telling og aperturstrømmen slås av. Knappen lyser mens den er i funksjon.

Aperturstrømvelger og indikatorlamper (11), Aperture Current Switch and indicator lamps.

Aperturstrømvelgeren har tre posisjoner:

- I OFF posisjon går det ingen strøm mellom elektrodene.
- I POSitiv posisjon er den eksterne elektroden (i prøveglasset) positiv ved telling. Indikatorlamper lyser når strømmen er på (når apparatet er o-stilt eller foretar telling).
- I NEGativ posisjon er den eksterne elektroden negativ ved telling.

Vanligvis brukes den positive posisjonen.

NB. Aperturstrømmen må ikke forandres når RESET- eller ACCUMULATE-lampene lyser.

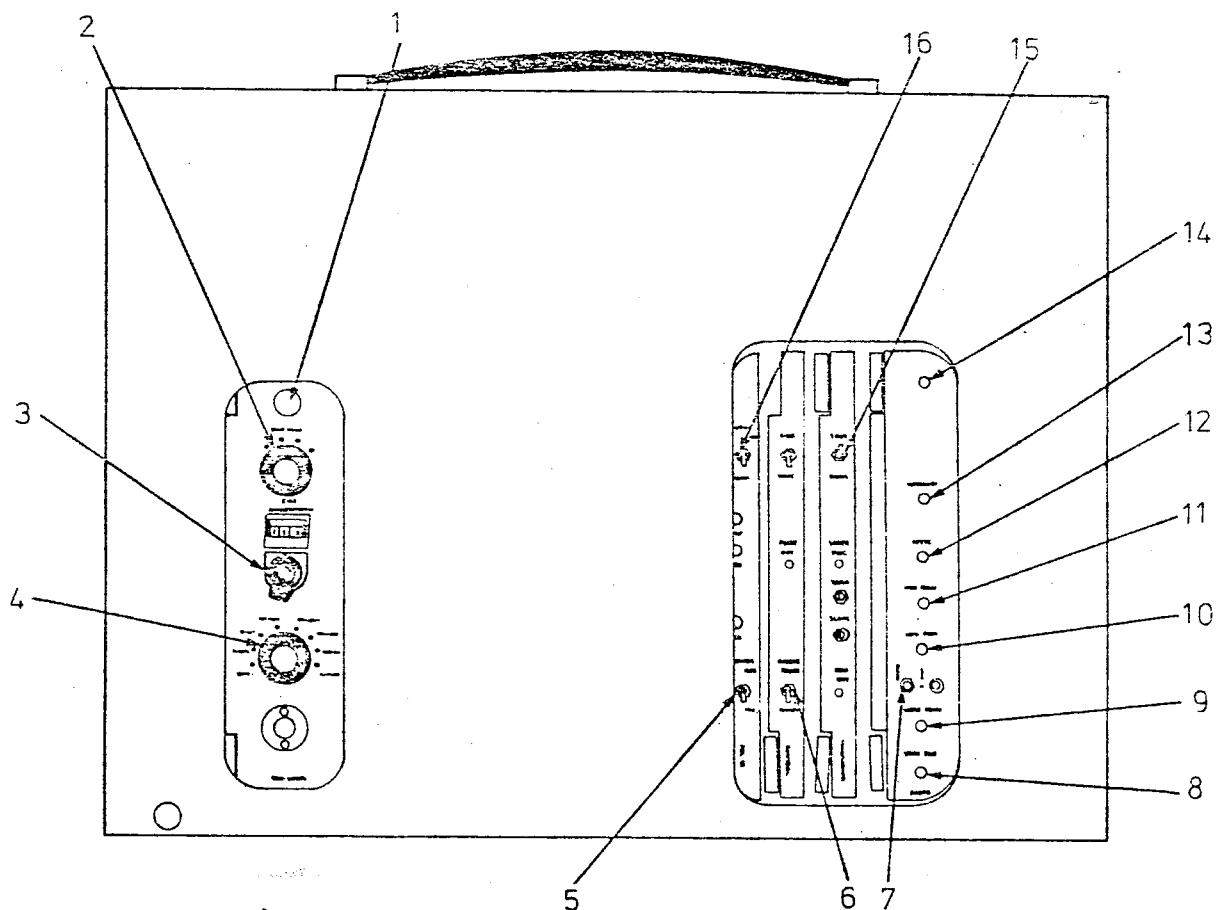
Hvis den eksterne elektroden må berøres, må aperturstrømmen slås av. For å være sikker er det best å sette aperturstrømvelgeren på OFF før prøveglasset tas bort fra glassoppsatsen.

Kalibreringskanalvelger (10), Size Cal Channels.

Brukes ikke.

Kontrollampen for datakorreksjon (2), Display Edit lamp, lyser når data korreksjon benyttes.

4.2.2. Funksjoner på høyre siden (se fig. 5)



- |  |                         |
|--|-------------------------|
| 1. spenningsindikatorlampe                     | 9. vertical gain        |
| 2. pulsförsterkeren                            | 10. horizontal position |
| 3. kalibreringskontroll for partikkelstørrelse | 11. horizontal gain     |
| 4. apertur tilpassing                          | 12. astig               |
| 5. plotter X-Adj./Norm                         | 13. intensity control   |
| 6. hindret o-stillingsbryter                   | 14. focus               |
| 7. norm/ext. switch                            | 15. testbryter          |
| 8. vertical position                           | 16. plotter Y Adj./Norm |

Fig. 5. Funksjoner på høyre side.

Spenningsindikatorlampen (1), Neon Apertur Voltage Limiter lyser når elektrodespenningen blir for høy f.eks. p.g.a. en blokkert apertur, feil elektronisk tilpasning eller for lav ledningsevne av elektrolytten.

Pulsforsterkeren (2), Step Gain Switch, har fire posisjoner: 1,0x, 1,25x, 1,5x og 1,75x. Den forsterker partikkelpulsene med en fast faktor og den som er angitt ved hver posisjon. Ved å foreta tellinger ved flere posisjoner for pulsforsterkeren kan flere punkter bestemmes av en partikkelfordeling.

Med Kalibreringskontrollen for partikkelstørrelse (3), Size Calibration Control kan forsterkeren kalibreres når partikler med en kjent partikkelstørrelsesfordeling analyseres. Kalibreringskontrollen kan innstilles fra 100 - 400. Kalibreringsverdien betegnes med A.

Med Aperturtilpasningen (4), Aperture Matching and Current Switch tilpasses inngangsimpedansen til motstanden mellom elektrodene. Samtidig forandres strømstyrken. Ved riktig tilpassing er støynivået lavest mulig.

NB. APERTURTILPASNINGEN MÅ IKKE FORANDRES NÅR APERTURSTRØMMEN ER PÅ.

Plotter X adj/norm (5) brukes ikke.

Plotter X adj/norm (16) brukes ikke.

Hindret o-stillingsbryter (6), Inhibit Reset/Norm Switch.

Når bryteren er satt på INHIBIT RESET, kan tid- og telleregisteret o-stilles med o-stillingsknappen, men ikke volumhukommelsen. Slik kan flere tellinger summeres.

Med Testbryteren (15), Test/Norm Switch kan en volumfordeling simuleres for kalibrering av en x-y-skriver og testing av forskjellige funksjoner.

Under analyse må bryteren stå på NORM.

Den Visuelle avlesningskontrollen, (Visual Display Controls) består av følgende funksjoner:

- Norm/ext. switch (7) tillater at signaler kan vises direkte på den visuelle avlesningen. Kun for service. Under analyse må bryteren stå på NORM.
- Vertical position (8) justerer posisjonen av origo langs Y-aksen.
- Vertical gain (9) justerer skalaen langs Y-aksen.
- Horizontal position (10) justerer posisjonen av origo langs X-aksen.
- Horizontal gain (11) justerer skalaen langs X-aksen.
- Astig (12) kontrollerer astigmatisme over hele skjermen, stilles til bildet er skarpest mulig.

- Intensity Control (13) kontrollerer lysintensiteten av signalene på skjermen. Lysintensiteten skal være lavest mulig med tilstrekkelig skarphet.

NB. FOR STOR LYSINTENSITET KAN SKADE BILLEDRØRET.

- Focus (14) kontrollen må innstilles slik at basis linjen er skarpest mulig:

#### 4.3. Populasjonsenheten

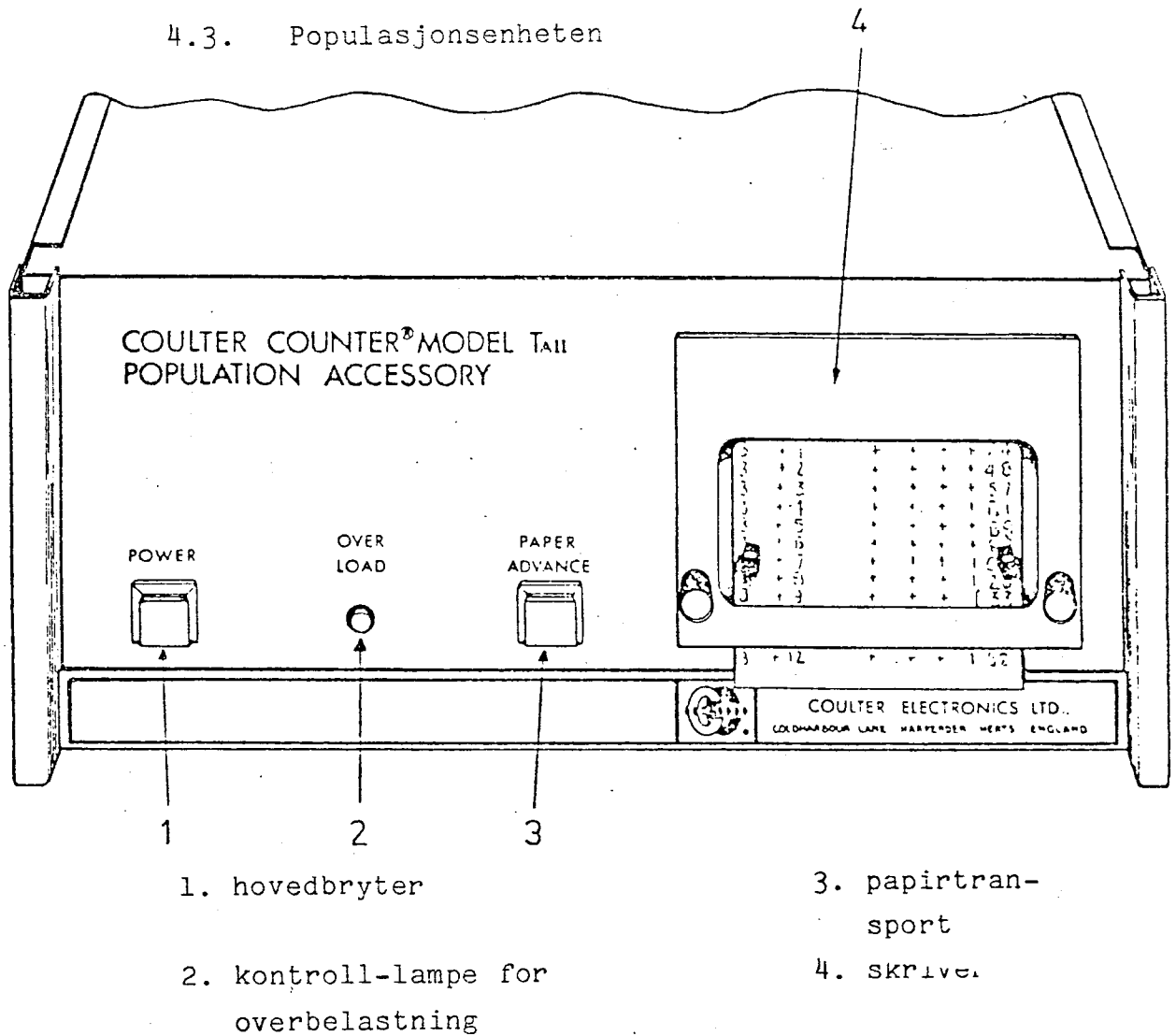


Fig. 6. Populasjonsenheten.

Enheten har følgende funksjoner:

Hovedbryteren (1), Power Switch, lyser grønn når enheten er slått på.

kontroll-lampen for overbelastning (2), Overload - lamp, lyser når 100 000 partikler eller flere er tellet en av kanalene. Partikkelfordelingen er da ikke gyldig lenger.

NB. Overbelastning av volumhukommelsen kan forekomme før overbelastning p.g.a. antallet partikler.

Papirtransport (3), paper advance.

Når knappen presses ned transporteres papir gjennom skriveren.

Skriver (4), printer.

Skriveren styres med hovedenheten. Følgende data kan skrives:

Indeks	Data
1	Tid
2	Totalt antall partikler
3	Differensiell volumfordeling
4	Kumulativ volumfordeling
5	Differensiell antallfordeling
6	Kumulativ antallfordeling

## 5. Elektrolytt

### 5.1. Løsemidler

Prøven må ikke være løselig i elektrolytten. Løsemidlet vil som oftest avgjøre løseligheten. Alle vannuløselige stoffer kan vanligvis analyseres i vann-baserte elektrolytter. Vannløselige uorganiske stoffer er ofte uløselige i organiske løsemidler og mange elektrolytter er basert på disse: metyl-, isopropyl- og isobutylalkohol, aceton, butanon-2 og dimetylformamid.

Ved bruk av organiske løsemidler må det brukes avsug p.g.a. fordamping. Dessuten er det forbundet med brannfare p.g.a. gnistdannelse i elektrolyttoverflaten. Dette er observert når prøveglasset senkes mens aperturen er blokert.

### 5.2. Salter

I vannbaserte elektrolytter brukes mest natriumklorid (1 - 4%) og natriumfosfater (2 - 6%): trinatriumortofosfat ( $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) og natriumpyrofosfat ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ).

Saltkonsentrasjonen er vanligvis 1 - 6%. Den er høyest når den minste apertur brukes for å øke ledningsevnen.

I organiske elektrolytter brukes ammonium og alkali thiocyanat, halogenider og perklorat. Mest brukt er lithiumklorid (5%) i metanol og ammonium thiocyanat eller magnesium perklorat (5%) i isopropanol.



### 5.3. Tilsetningsstoffer

#### Konserveringsmidler

Vannbaserte elektrolytter blir vanligvis tilsatt et konserveringsmiddel for å hindre bakterievekst. For alkaliske elektrolytter brukes 0,1% (vekt per volum) natriumazide ( $\text{NaN}_3$ ), mens for sure elektrolytter brukes 5 ml formalin per liter elektrolytt.

NB. NATRIUMAZIDE MÅ IKKE KOMME I KONTAKT MED SYRE ELLER METALLER P.G.A. EKSPLO-SJONSFARE.

#### Dispergeringsmidler

For å bedre dispergeringen i vannbaserte elektrolytter blir det ofte tilsatt detergent, f.eks. Coulter Dispersant 2 - 3 dråper/100 ml, (ikke mer for da danner detergentet miceller som telles som partikler).

Dette er ikke nødvendig i organiske elektrolytter og i elektrolytter med fosfat, som har en lav overflate spenning.

Glyserol eller polyetylenglykol kan erstatte detergent når det er fare for at prøven løses av detergenten. Når det er fare for sedimentering av store partikler selv under omrøring kan glyserol eller sukrose (sukker) tilsettes for å øke viskositeten.

Elektrolytter mettet med prøvematerialet

Har prøven en lav, men merkbar løslighet i elektrolytten kan elektrolytten mettes med det stoffet prøven inneholder ved å røre den natten over.

#### 5.4. Valg av elektrolytt

Prøver som inneholder mineralske støv f.eks. kvarts, leire, kull, aluminiumoksyd og silikater kan analyseres med fosfatelektrolytt. Denne elektrolytten skal derfor fortrinnsvis benyttes for kvartsholdig blandingsstøv.

Hvis partikler  $< 1 \mu\text{m}$  skal telles må 6% saltkonsentrasjon benyttes, ved partikler  $> 1 \mu\text{m}$  er 2% tilstrekkelig.

Når spesielle prøver skal analyseres, finnes anbefalte telle-elektrolytter i bilag 1. Det er ikke sikkert at de anbefalte elektrolyttene er egnet. Dette kan undersøkes med mikroskop: Prøver fremstilles med forskjellige elektrolytter, med og uten detergent, med og uten ultralydbehandling. Disse prøvene studeres fortest mulig etter fremstilling, og etter en time.

Hvis en egnet elektrolytt finnes med mikroskopundersøkelsen kan en foreta prøvetellinger direkte etter fremstilling, og f.eks. etter 1/4, 1/2 og 1 time. Ligger telleresultater innenfor  $3\sqrt{\text{antall partikler}}$  i hver kanal er systemet stabilt nok for partikkeltelling i den perioden dette krav er oppfylt.

## 6. Filtrering av elektrolytt

Elektrolytten må være mest mulig partikkelfri, dvs. fri for partikler større enn den nedre partikkelgrense ved analyse.

Elektrolytten må derfor filtreres med membran filtre. For å unngå tetning av filterene, må elektrolytten filtreres med filtere med avtagende porestørrelse etter hverandre.

Filtermaterialet må velges slik at det tåler elektrolytten. F.eks. kan Millipore type AA brukes for filtrering av natriumklorid i vann, mens Gelman type Acrepor må brukes for filtrering av natriumfosfat i vann.

Den minste porestørrelse som velges til slutt må være en del mindre enn den laveste partikkelgrense fordi filteret ikke adskiller helt skarpt ved den oppgitte porestørrelse.

I tabell 1 er angitt hvilke porestørrelser som kan brukes ved forskjellige partikkelstørrelser.

partikkelstørrelse	apertur	pore- størrelse
2,8 $\mu\text{m}$	140 $\mu\text{m}$	1,2 $\mu\text{m}$
2,0 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	0,8 $\mu\text{m}$
1,0 $\mu\text{m}$	50 $\mu\text{m}$	0,45 $\mu\text{m}$
0,5 $\mu\text{m}$	30 $\mu\text{m}$	0,22 $\mu\text{m}$

Tabell 1: Porestørrelser for filtrering av elektrolytt ved forskjellige partikkel størrelser.

Vanligvis bruker vi et glassfiberfilter (Gelman) som fjerner partikler ned til 1  $\mu\text{m}$  kombinert med et Acroporfilter (Gelman AN 450) som fjerner partikler ned til 0,45  $\mu\text{m}$  for filtrering av 2% natriumfosfat i vann.

#### 6.1. Tilbereding av elektrolytt

## 8. Partikkelanalyse

### 8.1. Innsetting av et aperturrør

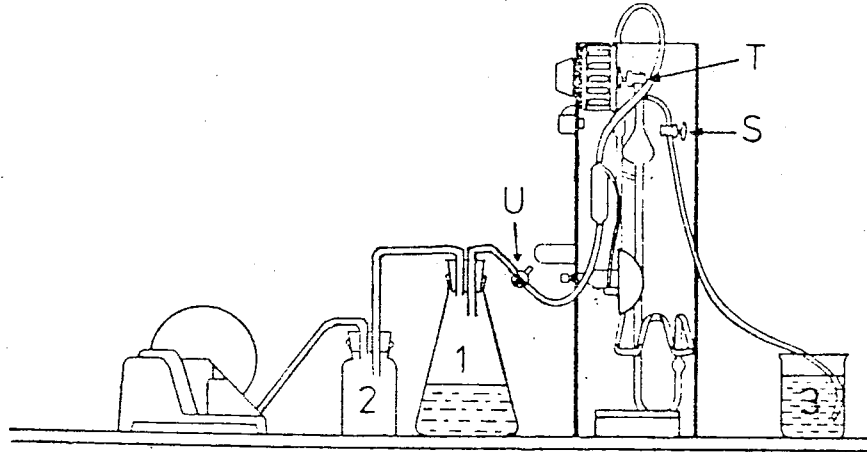


Fig. 7. Glassoppsatsen med overløpsflasker (1) og (2) og elektrolyttbeholder (3).

- Sett aperturrøret på plass, (se fig. 2, s. 8) og fest med to spiralfjærer. Sett et prøveglass med elektrolytt i glassoppsatsen.
- Steng Hane T.
- Slå på hoved- og populasjonsenheten.
- Sett hane U slik at undertrykk bygges opp til hane T.
- Åpn hane S.
- Åpn hane T forsiktig. Elektrolytt suges opp fra elektrolyttbeholderen (3). Denne elektrolytten må være helt lik elektrolytten som brukes ved påtelling.

- Steng hane T når hele aperturrøret er fylt med elektrolytt, (det skal ikke være luftbobler i systemet).
- Steng hane S. Glassoppsatsen er nå ferdig for analyse.

Bytting av aperturrør gjøres på følgende måte:

- Sett hane U slik at undertrykket beholdes i overløpsflaskene (1) og (2), mens vanlig trykk slippes til.
- Åpn hane T
- Åpn hane S. Elektrolytten suges nå over i elektrolyttbeholderen.
- Når aperturrøret er tømt kan aperturrøret tas ut og erstattes med et annet.

Aperturrøret oppbevares i en beholder med detergent oppløsning (f.eks. Decomex). En hensiktsmessig beholder kan lages ved å kutte over halsen på en sprøyteflaske:

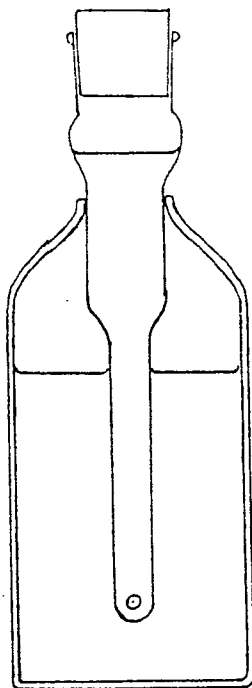


Fig. 8. Beholder for oppbevaring av aperturrør.

## 8.2. Analyse med et aperturrør

### 8.2.1. Telling med manometeret

#### Bakgrunnstilling

- Sett et prøveglass med ren elektrolytt i glassoppsatsen.
- Slå på hoved- og populasjonsenheten.
- Start røreverket (rør forsiktig, slik at ingen luftbobler blir suspendert).
- Still inn mikroskopet

- Sett meteret på C.I.
- skjermbilde velger PULSEAMP
- datamultiplikator AUTO
- prøvetakingsvelger MANOMETER
- operasjonelle kanaler 16 - 1
- aperturstrøm P.O.S.

NB. Hvis aperturstrømmen ønskes negativ (hvis det er fare for polarisering) må aperturrøret være kalibrert med negativ aperturstrøm.

- Kalibreringskontroll og aperturtilpasning innstilles i følge resultatene av kalibreringen, (se kapittel 9).
- Manometervolum innstilles i følge tabell 2, kolonne 5.
- Åpn hane T på glassoppsatsen. Kvikksølvnivået innstiller seg under startkontakten. Hvis ikke må undertrykket innstilles med vakuumregulatoren.

Nå kobles aperturstrømmen og meteret inn, registrene o-stilles og o-stillingsknappen lyser. Den visuelle avlesningen viser nå spenningspulsene. Eventuelle feil kan nå lett konstateres ved at pulsmønsteret blir sterkt forstyrret, f.eks. ved blokkering av aperturen.

Meteret bør ikke vise mer enn 1 - 2%. Viser den mer må velgeren for den operasjonelle kanalen stilles til 15 - 2 eller 14 - 3.

- Vent 3 sekunder og steng hane T. (Hvis en venter mindre enn 3 sekunder kan det skje at tellingen ikke starter når kvikksølvvet passerer startkontakten).



Tabell 2: Data for aperturrør (Isoton er brukt for alle avlesninger)

Apertur diameter	partikkel størrelses-område	apertur-	apertur-tilpasning	kumulativ bakgrunns-telling (tilnærings-vis)	manometer-tid (tilnærings-vis)	anbefalt partikkeldiameter diameter for kalibrering	maksimal kumulativ telling innen 5% koinsidens
		motstand (flere posisjoner er mulig for aperturtilpasning)					
30 µm	0.6 to 12.0 µm	36,000 Ω	16 - 80 k	500 ved 0.8 µm per 0.05 ml	12 sec. per 0.05 ml	1.0 - 6.0 µm	74.000 per 0.05 ml
50 µm	1.0 to 20.0 µm	28,000 Ω	16 - 80 k	250 ved 1.0 µm per 0.05 ml	5 sec. per 0.05 ml	2.5 - 10 µm	16.000 per 0.05 ml
70 µm	1.4 to 28.0 µm	17,000 Ω	8 - 40 k	1200 ved 1.4 µm per 0.5 ml	25 sec. per 0.5 ml	3.5 - 15 µm	58.300 per 0.5 ml
100 µm	2.0 to 40.0 µm	13,000 Ω	4 - 20 k	400 ved 2.0 µm per 0.5 ml	12 sec. per 0.5 ml	5 - 20 µm	20.000 per 0.5 ml
140 µm	2.8 to 54.0 µm	10,000 Ω	4 - 20 k	600 ved 2.8 µm per 2.0 ml	26 sec. per 2.0 ml	7 - 30 µm	29.100 per 2.0 ml
200 µm	4.0 to 80.0 µm	8,000 Ω	2 - 10 k	200 ved 4.0 µm per 2.0 ml	12.5 sec. per 2.0 ml	10 - 40 µm	10.000 per 2.0 ml
280 µm	5.6 to 108.0 µm	6,000 Ω	2 - 10 k	80 ved 5.6 µm per 2.0 ml	6.5 sec. per 2.0 ml	16 - 60 µm	3.630 per 2.0 ml
400 µm	8.0 to 160.0 µm	4,300 Ω	2 - 10 k	30 ved 8.0 µm per 2.0 ml	3.5 sec. per 2.0 ml	22 - 80 µm	1.250 per 2.0 ml
560 µm	11.2 to 216.0 µm	3,250 Ω	2 - 10 k	15 ved 11.2 µm pr 2.0 ml	2.4 sec. per 2.0 ml	32 - 100 µm	455 per 2.0 ml

NB: Verdiene kan variere litt fra forskjellige aperturrør, og avviker betydelig når annen elektrolytt brukes.

- Telleknappen lyser når kvikksølvet passerer startkontakten.
- Telleknappen lyser inntil kvikksølvet passerer den innstilte volumkontakten. Da stopper tellingen og stoppknappen lyser.
- Sett skjermbildeelgeren på CUM, avlesningsvelgeren på POP og kanalvelgeren på kanalen med nedre kanalgrense som er angitt i tabell 2, kolonne 5. Les av den numeriske avlesning og sammenlign med tabell 2. Hvis den kumulative bakgrunnen er for høy kan en enten filtrere elektrolytten på nytt, eller korrigere bakgrunnen.

#### Prøvetelling

- Lag en prøve og innstill apparatet på samme måte som ved bakgrunnstillingen.
- Åpn hane T. Viser meteret mer enn 5% må prøven fortynnes inntil dette er oppnådd.
- Gjennomfør en analyse som ved bakgrunnstillingen.
- Følgende partikkelfordelinger kan nå skrives:

avlesningsvelger	skjermbildeelger	fordeling
POP	DIF	differensiell
POP	CUM	antall- kumulativ antall-

I tillegg kan tiden og totalt antall partikler skrives med avlesningsvelger på TIME henholdsvis TOTAL COUNT.

Skrivingen settes i gang ved å trykke på trykk/tegn knappen når trykk-/tegnvelger står på PRINT.

- Sett metervelgeren på PCL og avlesningsvelgeren på TOTAL COUNT. Vises meteret mellom 5% og 25% kan volumfordelingen skrives:

Avlesningsvelger	skjermbildevelger	fordeling	-
%TOTAL VOL	DIF	differensiell volum-	
%TOTAL VOL	CUM	kumulativ volum-	

Disse volumfordelingene er basert på den automatiske multiplikator kontrollen (MAN/AUTO bryter på AUTO). Fordelingene er ikke så nøyaktig som når multiplikatoren stilles inn manuelt:

- Sett MAN/AUTO bryter på MAN, kanalvelgeren på laveste operasjonelle kanal, avlesningsvelgeren på POP og skjermbildevelgeren på CUM. Med data multiplikatorvelgeren og -potensiometeret stilles den numeriske avlesningen til 1000.
- Volumfordelingene kan nå skrives ut som når den automatiske multiplikator kontroll brukes.

Det er mest hensiktsmessig å bruke volumfordelingen. Den kan ofte ekstrapoleres ned til mindre partikkelstørrelser.

### 8.2.2. Manuell telling

Med manuell telling menes at o-stilling-, telling- og tildels stoppfunksjonene betjenes for hånd. Dette er nødvendig ved analyse med to aperturrør. Hvis større nøyaktighet ønskes er det mulig å analysere et større prøvevolum enn det som kan innstilles med manometeret.

Dette kan gjøres på tre måter:

- ved å stille inn prøvetakingstid
- ved å stille inn totalt antall partikler
- ved å stille inn antall partikler i en kanal.

Vanligvis stilles antallet partikler inn som skal analyseres totalt eller i en kanal. P.g.a. at et større volum analyseres er det ofte nødvendig å korrigere for bakgrunnen. Det er mest hensiktsmessig å foreta bakgrunnstilling etterpå med samme tid som analysen av prøven tok.

Når prøven er plasert går en fram på følgende måte:

- |                       |   |
|-----------------------|---|
| - sett meteret på     | C.I.  |
| skjermbildevelger     | PULSE AMP                                     |
| datamultiplikator     | AUTO  |
| prøvetakingsvelger    | TIME, TOTAL eller CHANNEL                     |
| avlesningsvelger      | TIME, TOTAL eller POP                         |
| kanalvelger           | innstilles hvis<br>avlesningsvelger er på POP |
| operasjonelle kanaler | innstilles som under 8.2.1.                   |
| apertur strøm         | POS   |
| antallbegrenser       | innstilles på ønsket antall                   |
- Åpn hane T. Vent til manometeret har innstilt seg under start kontakten.
  - Trykk på o-stillingsknappen. Vent tre sekunder.
  - Trykk på telleknappen. Tellingen stopper når den innstilte grensen er nådd. Tellerresultatene kan skrives ut på samme måte som under 8.2.1.

- Prøvetakingstiden registreres.
- Bakgrunnstelling foretas med nytt elektrolytt (av samme flaske med samme prøvetakingstid).

### 8.3. Analyse med to aperturrør

#### 8.3.1. Metoden med overlappingskanal.

Ofte er partikkelfordelingen spredt over et større område enn det som kan analyseres med et aperturrør. Da kan en utføre analysen med to (eller flere aperturrør). Først foretas telling med det store aperturrøret. Deretter siktes prøven for å fjerne store partikler som kan tette det lille aperturrøret, og til slutt foretas telling med det lille aperturrøret. Analysen utføres på følgende måte:

- Kalibrer begge aperturrørene.
- Foreta en partikkeltelling med det store aperturrøret.
- Skriv ut differensielt antall - og volumfordeling (manuell). Heretter må multiplikatorrollen ikke forandres.
- Sikt prøven gjennom en sikt med egnet partikkelstørrelse, (se tabell 3).
- Bytt aperturrør.
- Velg en overlappingskanal. Til denne stilles følgende krav:

1. Partikkelstørrelsen må ligge langt nok under siktåpningen, slik at sannsynligvis alle partikler er vasket gjennom sikten, f.eks. maksimal kanalen som ligger minst to kanaler under den med øvre kanalgrense  $\approx$  siktåpningen.
2. Støynivået må ikke være for høyt, bruk ikke den laveste operasjonelle kanalen.
3. Av de kanaler som nå er aktuelle velges den med størst antall partikler.

apertur	sikt	sikt åpning
30 $\mu\text{m}$	Micromesh 10 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$
50 $\mu\text{m}$	Micromesh 10 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$
100 $\mu\text{m}$	325 mesh	40 $\mu\text{m}$
140 $\mu\text{m}$	200 og 325 mesh	70 og 40 $\mu\text{m}$

Tabell 3: Siktåpning, for sikting av prøver før telling med forskjellige aperturrør.

- Registrer antall partikler i overlappingskanalen f.eks. 24.000
- Bestem kanalskiftet og kanalskiftefaktoren for partikler av samme størrelse for de to aperturrør: hvis partikler av samme størrelse telles i kanal 5 med det store røret og kanal 9 med det lille er kanalskifte lik  $9 - 5 = 4$ , mens kanalskiftefaktoren er lik  $2^4 = 16$ .
- Still inn prøvetakingsvelgeren på CHANNEL.
- Still inn antallbegrenseren på

antall partikler i overlappingskanalen  
kanalskiftefaktor

$$(\frac{24.000}{16} = 1.500)$$

16

- Sett kanalvelgeren på kanalnummer = overlappingskanalen + kanalskiftefaktor.
- Foreta en partikkeltelling.
- Skriv ut differensiell antall- og volumfordeling (manuell).

For beregning av resultatene se 10.3.

#### 8.3.2. Metoden med terskelkanal

Av og til kan det være fordelaktig med en annen fremgangsmåte. Den kan ofte brukes hvis fordelingen er bimodal (har to toppe) og overlappingskanalen må finnes blant kanaler med få partikler. Da blir analysen med det lille røret mer unøyaktig. Terskelkanalen velges på samme måte som overlappingskanalen under pkt. 8.3.1., men nå registreres det kumulative antall partikler.

Analyse foregår da på følgende måte:

- Skriv ut kumulativ antallfordeling for telling med det store aperturrøret. Velg terskelkanalen og registrer kumulativt antall.
- Sikt prøven
- Skift aperturrør.

- Sett prøvetakingsvelgeren på TOTAL COUNT

- Sett antallbegrenseren på

det kumulative antall partikler i terskelkanalen  
kanalskiftefaktor

- Sett velgeren for operasjonelle kanaler slik  
at laveste kanal = terskelkanal + kanalskiftef.

- Foreta en telling.

- Registrer telletiden.

- Sett prøvetakingsvelgeren på TIME, antall-  
begrenseren på telletiden i tiendedelssekund,  
og velgeren for operasjonelle kanaler slik som  
er vanlig for den like aperturen (lavest mulig  
innenfor 1 - 2% C.I. på meteret for en  
elektrolytt).

- Foreta en ny telling.

- Skriv differensiell antall- og volumfordeling  
uten å røre multiplikatorkontrollen.

For beregning av resultatene, se under 10.3.



## 9. Kalibrering

### 9.1. Innstilling av aperturtilpasningen.

Når en ny elektrolytt eller et nytt rør kalibreres må først aperturtilpasningen innstilles. Dette kan gjøres på følgende måte:

- Sett et prøveglass med elektrolytt i glassoppsatsen
- Slå på hoved- og populasjonsenheten.
- Sett velger for operasjonelle kanaler på 15 - 2, aperturstrøm på POS, prøvetakingsvelger på MANOMETER og meteret på C.I. Sett volumvelger på volumet som passer til aperturrøret (se tabell 21, side 32).
- Velg en innstilling for aperturtilpasningen ved hjelp av tabell 2.
- Åpn hane T.
- Les av meteret.
- Steng hane T, slå av aperturstrømmen.
- Sett aperturtilpasningen et trinn høyere enn den første innstillingen. Sett aperturstrømmen på POS og åpn hane T.
- Les av meteret. Er utslaget betydelig høyere enn det første må aperturtilpasningen settes et trinn lavere enn den første innstillingen. Er meterutslaget lavere, settes aperturtilpasningen enda et trinn høyere o.s.v. Til slutt finnes en eller to tilpasninger som gir lavest utslag på meteret.

Hvis det finnes to innstillinger for apertur tilpasninger som gir omtrent likt utslag på meteret, går man fram på følgende måte:

- Tilsett kalibreringspartikler (lateksskuler fra Coulter med diameter mellom 5 og 20% av aperturdiameteren. Sett av lesningsvelgeren på POP og skjermbildevelgeren på DIF.
- Ta en partikkeltelling. Sett velgeren for operasjonelle kanaler et trinn lavere enn de kanalene hvor kalibreringspartiklene telles.
- Instill kalibreringskontrollen ved hjelp av flere partikkeltellinger til partiklene er likt fordelt over to kanaler.
- Sett velgeren for operasjonelle kanaler på lavest mulig kanal og ta en partikkeltelling.
- Skriv differensiell antallfordeling.
- Slå av aperturstrømmen. Sett aperturtilpasningen på den andre innstillingen og sett aperturstrømmen på POS.
- Gjenta grovkalibreringen og foreta en partikkeltelling. Skriv differensiell antallfordeling.
- Sammenlign begge fordelingene og velg den innstillingen som gir færrest antall partikler i de laveste kanalene.

## 9.2. Kalibrering

Ved kalibrering brukes partikler som har en nøyaktig kjent partikkelstørrelse med liten spredning. Disse fåes i forskjellige partikkelstørrelser og velges slik at partikkelstørrelsen ligger mellom 5 og 20% av aperturdiameteren.

Ved kalibrering kalibreres kanalgrensen mellom to kanaler, den venstre WL og den høyre kanalen, WR. Altså den nedre kanalrense for WR.

Ved kalibrering går en frem på følgende måte:

- Sett et prøveglass med ren elektrolytt i glassoppsatsen.
- Rist flasken med suspensjonen av kalibreringspartikler i ca. 1 min.
- Tilsett en dråpe med kalibreringspartikler til elektrolytten.
- Slå på hoved- og populasjonsenheten. Reguler rørehastigheten, slik at suspensjonen røres med moderat hastighet.
- Sett prøvetakingsvelgeren på TOTAL, antalbegrenseren på 10.000 og meteret på C.I.
- Sett skjermbildevelgeren på DIF, avlesningsvelgeren på POP og velgeren for operasjonelle kanaler på 15 - 2. (Ev. 14 - 3 for 30  $\mu$ m apertur).
- Ta en telling av suspensjonen.

- Sett velgeren for operasjonelle kanaler et trinn lavere enn de kanalene som partikkelfordelingen forekommer i.

NB: Hvis fordelingene ligger i kanal 10 eller høyere settes velgeren på 9 - 8.

- Hvis meteret viser mer enn 5% må suspensjonen fortynnes.

- Reguler kalibreringskontrollen til fordelingen forekommer i to kanaler og det er omtrent like mange partikler i hver av kanalene vurdert på den visuelle avlesningen.

Kall venstre kanalen (laveste) WL og høyre kanalen WR.

NB: Hvis kalibreringskontrollen skulle overskride 400, del med 2. Hvis den under-skrider 150, multipliser med 2.

- Sett prøvetakingsvelgeren på MANOMETER og volumvelgeren på et passende volum. Sett skjermbildevelgeren på CUM.
- Ta en ny telling.
- Ved hjelp av kanalvelgeren og den numeriske avlesningen registreres antall partikler større enn nedre partikkelgrense i kanalene WL og WR. Disse kalles NL og NR.
- Gjenta partikkeltelling 3 eller 4 ganger.
- Ta gjennomsnittet av telleresultatene og kall disse  $\overline{NL}$  og  $\overline{NR}$ .

- Multipliser innstillingsverdien av kalibreringskontrollen med  $2/3$  og innstill kalibreringskontrollen på denne verdien.
- Ta en ny partikkeltelling. Les av telling i kanal WR og kall det  $2/3$  NR. Gjenta tellingen like mange ganger som for NR og NL. Ta gjennomsnittet og kall det  $\overline{2/3 NR}$ .
- Ta gjennomsnittet av  $\overline{NL}$  og  $\overline{2/3 NR}$  og kall det  $\overline{N}$ .
- Sammenlign  $\overline{NR}$  og  $\overline{N}$ . Hvis det er større forskjell enn 1% må kalibreringskontrollen justeres ytterligere.
- Ta flere partikkeltellinger med forandret kalibreringskontroll inntil  $\overline{NR}$  er lik  $\overline{N}$  innenfor 1%. Hvis kalibreringskontrollen må justeres mer enn 6 enheter må kalibreringen utføres på nytt.

Kalibreringskonstanten kan nå regnes ut for aperturrøret med formelen:

$$K = d \sqrt[3]{\frac{A}{2^w}}$$

hvor K = kalibreringskonstanten  
d = diameter av kalibreringspartikler i  $\mu\text{m}$   
A = kalibreringskontrollinnstillingen  
w = kanalnummer av kanal WR

(Et regneprogram er laget for HP 67)

Kalibreringskonstanten kan tegnes inn på et diagram hvor også den løpende middelvei inntegnes. (Den løpende middelvei er gjennomsnittet av de 4 foregående verdier og den siste).

Avviket skal være innenfor 1%. Kalibrering bør foretas 1 gang i uken.

Det er hensiktsmessig å innstille kanalgrensene slik at partikkeldiameterne er mest mulig hele tall. Fordi hver eneste kanal teller partikler med 2 x større volum, tilsvarer det partikler med  $3\sqrt{2}$  x større ekvivalent diameter. Mest gunstig er når kanalgrensene er innstilt som angitt: Tabell 4: Når en kanalgrense er innstilt på en av disse verdier, er de andre automatisk riktig innstilt.

Nedre kanalgrense i  $\mu\text{m}$ .

256,0	10,1
203,2	8,00
161,3	6,35
128,0	5,04
101,6	4,00
80,6	3,17
64,0	2,52
50,8	2,00
40,3	1,59
32,0	1,26
25,4	1,00
20,2	0,79
16,0	0,63
12,7	0,50

Tabell 4: Anbefalte kanalgrenser.

Innstillingen av kalibreringskontrollen kan beregnes med følgende formel:

$$A_2 = A_1 \left( \frac{d_1^3}{d_2} \right)$$

Program er laget for HP 67)

- $A_1$  = opprinnelig innstilling av kalibreringskontrollen
- $A_2$  = ny innstilling av kalibreringskontrollen
- $d_1$  = diameter av kalibreringspartikler
- $d_2$  = ny kanalgrense

Hvis  $A_2$  blir større enn 400 må kanalgrensen velges ett trinn høyere, og  $A_2$  deles med 2. Blir  $A_2$  mindre enn 100 må kanalgrensen velges ett trinn lavere og  $A_2$  multipliseres med 2.

### 9.3. Aperturskjema

Kalibreringsresultatene kan registreres i et aperturskjema. Dette er særlig hensiktsmessig ved to- og trerørsanalyser, se side

Dato:			
Elektrolytt:			
Aperturdiameter:			
Serie nummer:			
Kalibreringskonstant:			
Pulsforsterkerinnstilling:			
Kalibreringskontroll:			
Aperturtilpasningen:			

Nedre kanalgrense i $\mu\text{m}$ :	Kanalnummer		
256,0			
203,2			
161,3			
128,0			
101,6			
80,6			
64,0			
50,8			
40,3			
32,0			
25,4			
20,2			
16,0			
12,7			
10,1			
8,00			
6,35			
5,04			
4,00			
3,17			
2,52			
2,00			
1,59			
1,26			
1,00			
0,79			
0,63			
0,50			

Aperturrørskjema



## 10. Beregning av resultater

### 10.1. Resultater av ett-rørsanalyse

Som oftest er det hensiktsmessig å bruke volumfordelingen for presentasjon av analyse resultatene. Antallfordelingen vil vanligvis vise økende antall partikler ved mindre partikkelstørrelse, se fig. 9.

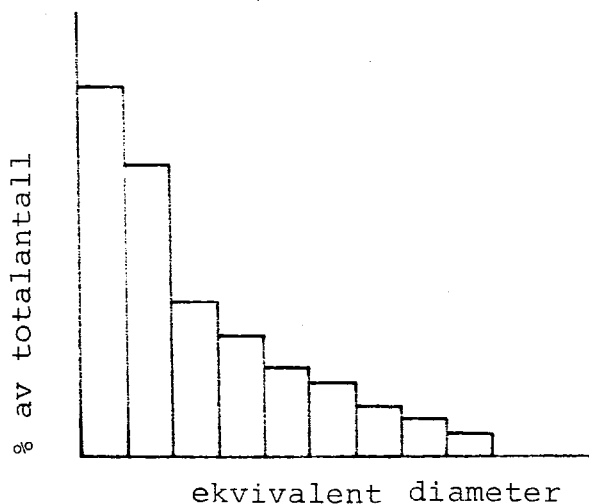


Fig. 9: Differensiell antallfordeling.

Det er tydelig at det finnes mange partikler som er mindre enn den nedre partikkelgrense slik at vi bare har analysert en mindre del av antall fordelinger. En slik fordeling er vanskelig å karakterisere. Dertil bør en ha analysert største parten av en fordeling. Dette er umulig siden metoden har en nedre grense for partikler som kan analyseres. Ved volumfordelingen reduseres bidraget av små partikler til partikkelfordelingen betraktelig, fordi de har mye mindre volum enn de store. En typisk volumfordeling er vist i fig. 10.

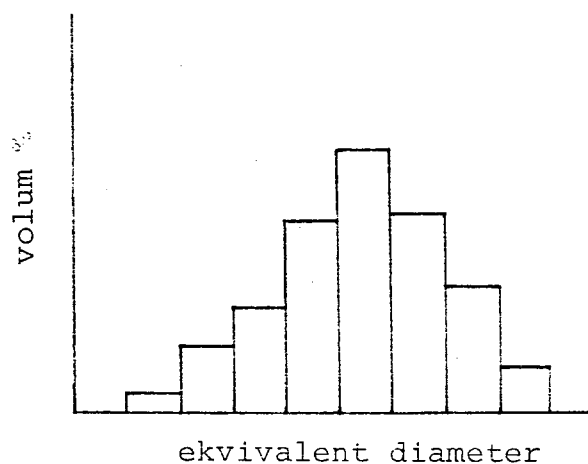


Fig. 10: Differensiell volumfordeling.

Volumfordelingen kan bestemmes automatisk og manuelt. Den manuelle innstillingen hevdes å være mer nøyaktig og bør derfor brukes rortrinnsvis. Heretter fåes partikkelfordelingen direkte både kumulativ og differensiell.

#### 10.2. Ekstrapolering av partikkelfordelingen

Partikkelfordelingen som bestemmes gjelder for det området som aperturen er brukbar. Viser fordelingen at det finnes partikler større enn dette området (mye partikler i kanal 16 som teller alt større enn dets nedre kanalgrense), må en analyse foretas med større apertur. Dette forekommer sjelden og er resultatet av en feilvurdering av partikkelstørrelsen. Vanligvis vil partikkeltellingen by på vanskeligheter p.g.a. tetning av aperturen.

Ofte forekommer det at det finnes partikler som er mindre enn den nedre partikkelgrensen for analysen. Da bør man analysere med mindre apertur. Er dette ikke mulig kan partikkelfordelingen ekstrapoleres hvis den viser avtagende mengde ved partikkelstørrelse, under antagelse av at det ikke finnes en ny topp ved lavere partikkelstørrelser. Det finnes flere metoder for ekstra polering. Den som beskrives er fra Eckhoff\*):

For de laveste 2, 3 kanaler beregnes

$$\frac{\text{rel. volum i kanalen}}{\text{øvre kanalgrense} - \text{nedre kanalgrense}} = \frac{\Delta V}{\Delta d}$$

Disse verdiene tegnes i et histogram med  $\frac{\Delta V}{\Delta d}$  på Y-aksen og  $d$  på X-aksen. Det trekkes en rett linje fra origo til midten av den første stolpen (A) i histogrammet, se fig. 11.

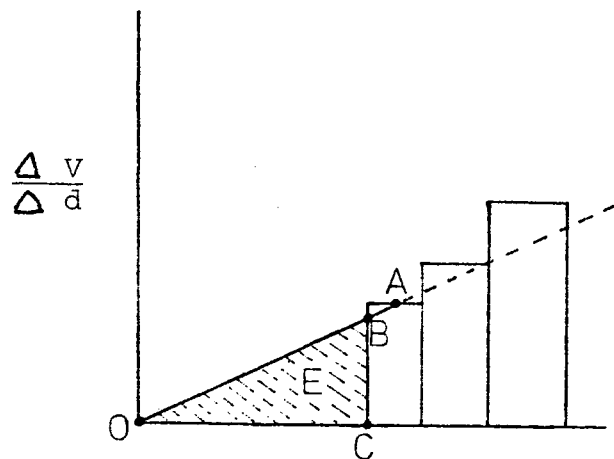


Fig. 11: Ekstrapolering i følge Eckhoff.

\* R. I. Eckhoff, Nature 210 (1966) s. 765 - 766.

Overflaten OBC = E tilsvarer da volumet nedenfor den nedre partikkelgrense. Ved å ekstrapolere linje OA og sammenligne med de neste stolpene i diagrammet får man et inntrykk av hvor grov ekstrapoleringen er i det gitte tilfellet. Volumfordelingen må etter ekstrapoleringen omregnes til 100% ved å multiplisere alle volumdata med

$$\frac{100}{100 + E.}$$

### 10.3. Resultater av torørsanalyse

Ved torørsanalyse får vi to differensielle fordelinger som må kombineres. Dette kan gjøres ved å gruppere tellersultatene som i tabell 5.

Overlappingspunktet er der hvor den relative differansen mellom verdiene for begge aperturere er minst.

I den kombinerte fordelingen brukes fordelingen bestemt med den store aperturen til og med overlappingspunktet. Under overlappingspunktet brukes fordelingen bestemt med den lille aperturen. Deretter legges det totale volumet sammen og multipliseres med

$$\frac{100}{\text{totalvolum}}$$

ekvivalent diameter µm	stor apertur		liten apertur		kombinerte resultater		
	kanal	dif.volum	kanal	dif.volum	dif.volum	kum.volum	%
50.58	(17)				0	0	0
40.35	16	0.			0.5	0.5	0.18
32.03	15	0.5			1.3	1.8	0.64
25.42	14	1.3	(17)	0	2.2	4.0	1.43
20.18	13	2.2	16	0	5.1	9.1	3.26
16.00	12	5.1	15	0	9.3	18.4	6.59
12.71	11	9.3	14	0	21.1	39.5	14.1
10.09	10	21.1	13	5.1	29.2	68.7	24.6
8.00	9	29.2	12	17.2	35.5	104.2	37.3
6.35	8	35.5	11	29.8	48.3	152.5	54.6
5.04	7	48.3	10	47.5			
4.00	6	35.5	9	36.0	36.0	188.5	67.5
3.18	5	30.1	8	31.0	31.0	219.5	78.6
2.52	4	20.0	7	19.2	19.2	238.7	85.5
2.00	3	15.0	6	16.1	1.61	254.8	91.2
1.59			5	12.4	12.4	267.2	95.7
1.26			4	8.0	8.0	275.2	98.5
1.00			3	4.2	4.2	279.2	100

----- overlappingspunkt

Tabell 5: Kombinasjon av telleresultater ved torørsanalyse.

## 10.4. Presentasjon av resultater

### 10.4.1. Differensiell fordeling

Med den differensielle fordeling angis antallet partikler eller volumet av partiklene i en bestemt størrelsesklasse i % av den analyserte mengde. Dette gjøres i tabellform, som i tabell 5, men mer oversiktlig i et histogram.

I histogrammet angis % av totalt volum lineært på Y-aksen, mens partikkelstørrelsen angis logaritmisk på x-aksen, (se fig. 12). Siden partikler telles i klasser med en øvre og nedre grense, er det mest riktig å angi differensielle volumverdier for gjennomsnittet av klassegrensene. Men vanligvis angis de som stolper:

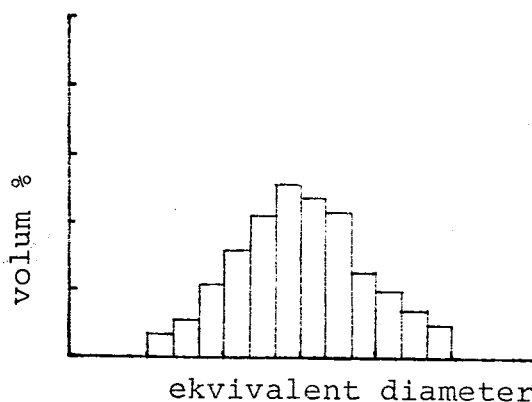


Fig. 12: Histogram av en differensiell volumfordeling.

### 10.4.2. Kumulativ fordeling

Den kumulative fordeling er en mer hensiktsmessig måte å presentere resultatene på fordi viktige data kan avleses direkte i diagrammet.

I den kumulative fordelingen angis vanligvis andelen større enn en bestemt partikkelstørrelse. Vi kan gjøre dette ved å plote kumulativ volum mot den nedre kanalgrense, (se fig. 13).

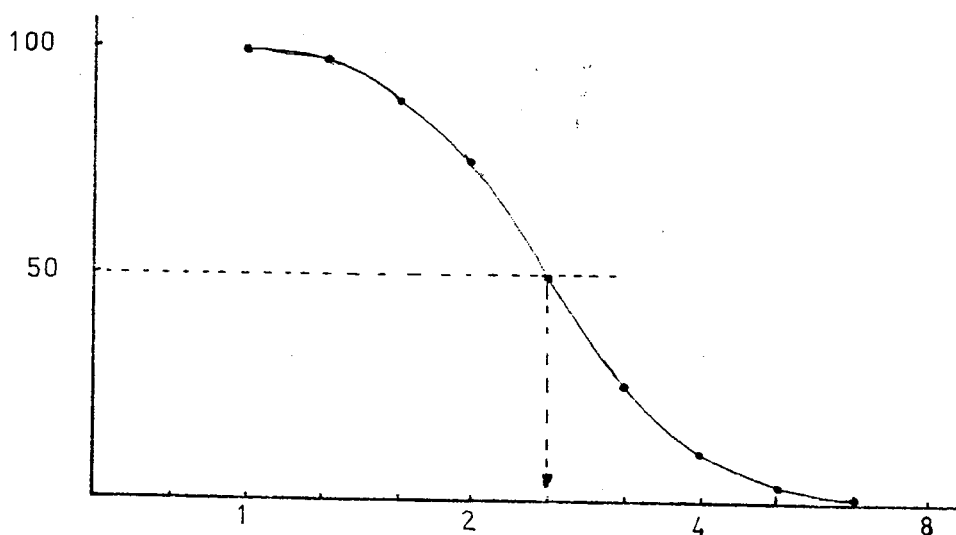


Fig. 13: Kumulativ fordeling.

Følgende informasjon kan fåes ut av kurven:

- median ekvivalent diameter ved 50%
- første og tredje kvartal ved henholdsvis 25% og 75% gir et mål for spredningen.
- Andelen større eller mindre enn en viss grense, f.eks. en antatt grense for respirabelt støv kan avleses direkte.