

文章编号: 0254 - 5357(2013)04 - 0590 - 05

HELOS/BF 型激光粒度仪湿法测试条件的优化

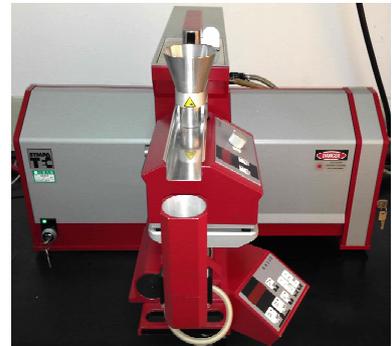
路新成, 曹景洋

(江苏省地质调查研究院, 江苏 南京 210018)

摘要: 激光粒度仪以测试速度快、操作方便、重复性好等优点得到越来越广泛的应用, 但仪器技术参数和测试条件不同对样品粒度测试结果有着显著影响。本文通过实验得到了 HELOS/BF 型激光粒度仪的优化测试条件, 结果表明: 对于比重小或粒径小的样品, 采用低搅拌速率、高超声强度和较长超声时间; 对于粒径大或比重大的样品, 应采用高搅拌速率、低超声强度和较短超声时间。分散剂能加快样品颗粒的分散, 且对于粒径小的样品分散效果更好。测试时进样浓度(遮光度)过低, 样品中的颗粒数过少, 检测不到足够的信号, 使样品不具有代表性, 样品粒径测定结果偏高; 进样浓度过高, 出现多重散射而使粒度分布范围较宽, 样品粒径测定结果偏低。研究认为, HELOS/BF 型激光粒度仪的合适进样浓度为 10% ~ 25%。

关键词: 激光粒度仪; 粒度分布; 测试条件

中图分类号: TB302.1 **文献标识码:** A



在现代工农业、医药业和科学研究中, 很多材料都是以粉体的形态存在, 粒度分布对这些产品的质量和性能有着至关重要的作用。粒度及粒度分布的测试方法有很多, 如筛分法、显微镜法、沉降法、超声波衰减法、电感计数法、激光法等^[1], 其中激光法以测试速度快、操作方便、重复性好、测试范围宽等优点逐渐成为现代粒度测量的主要方法, 在建筑、涂料、石油、医药、食品等领域有广泛的应用。尤其是近年来, 激光粒度仪在一些河流的泥沙颗粒分析和岩石、土工的粒度分布测试中得到推广^[2-7], 与传统方法相比, 激光粒度仪大幅提高了测试效率, 且结果重复性好, 减少了人员操作和外界因素的干扰。

国际市场上, 激光粒度仪的生产销售十分活跃。国外的仪器生产商主要有英国马尔文、德国新帕泰克、美国贝克曼库尔特、日本堀场株式会社、法国西拉思, 国内主要有珠海欧美克科技、丹东百特仪器、济南微纳仪器、成都精新粉体测试设备等^[8]。我国的激光粒度测试技术起步较晚, 但是发展速度飞快, 目前国内已经能够生产几乎所有类型的粒度测试仪, 部分产

品主要性能已经达到或接近国外产品的水平, 国产激光粒度仪的优势在于价格和服务, 但在技术性能、检测手段、标准化程度等方面还有一定的差距。

判断激光粒度仪的优劣主要有以下几个方面: 粒度测量范围、激光光源、光敏探测器, 是否使用完全的米氏理论、扫描速度、准确性和重复性指标、稳定性、分散器等^[9]。其中粒度测量范围、激光光源、光敏探测器等是仪器固有属性, 无法改变。而测试参数一般都在仪器的操作软件上可以设置, 对于不同的样品, 参数设置不同对测试结果有着明显的影响。一般激光粒度仪的测试参数主要包括: 分散时间、超声强度、搅拌速度和时间、泵速、遮光度、测量次数(测量时间)、颗粒折射率、颗粒吸收率、分散剂折射率等。对于不同厂家和不同型号的激光粒度仪, 软件和硬件不尽相同, 自动化程度也不同。本文以德国 Sympatec(新帕泰克)公司生产的 HELOS/BF 型激光粒度仪对不同样品进行测试, 并研究了颗粒和分散介质直射率、循环泵速、搅拌速率、超声时间和强度以及分散剂对测试结果的影响, 确定了优化测试条件。而 CaCO_3

收稿日期: 2012 - 10 - 20; 接受日期: 2012 - 11 - 21

基金项目: 国土资源公益性行业科研专项(201111028)

作者简介: 路新成, 硕士研究生, 主要从事岩土和非金属矿物物化性能检测。E-mail: tonykk2012@gmail.com。

粉末性质稳定、容易获取,且应用较为广泛,具有一定代表性,故在优化条件下,用 CaCO_3 考察了 HELOS/BF 型激光粒度仪合适的进样浓度,为激光粒度仪在行业中的应用提供参考。

1 实验部分

1.1 仪器及测试原理

HELOS/BF 型激光粒度仪(德国 Sympatec 公司),是以弗朗霍夫衍射理论^[10-11]为指导设计并利用颗粒对光的衍射特性。首先通过循环分散系统将样品分散后输送到测量区域,激光通过激光扩束器形成大小和强度稳定的平行光束,照射到样品后经过傅里叶光学镜头产生衍射光,然后多元光电探测器接收这些衍射光信号并转换成电信号,再通过接口将这些信号传输到计算机中,计算机依据光衍射理论对接收到的电信号处理和计算,就可以得到所测样品的粒度分布结果,如图 1 所示。该仪器为干法和湿法两用,可用镜头为 R1 ($0.1 \sim 35 \mu\text{m}$)、R5 ($0.5 \sim 875 \mu\text{m}$),测量范围 $0.1 \sim 875 \mu\text{m}$ 。本文实验为湿法。

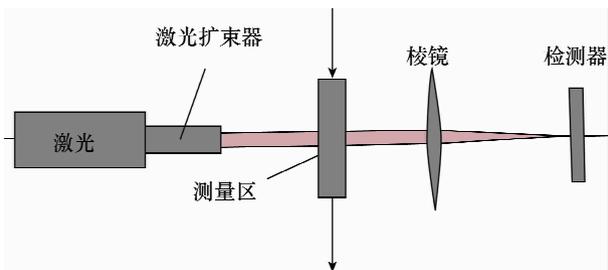


图 1 激光粒度仪测试原理图

Fig. 1 Testing principle diagram of laser particle size analyzer

1.2 样品与试剂

标准样品:碳化硅 SiC - F1200 和 SiC - P600 (德国 Sympatec 公司提供),碳酸钙(丹东百特仪器公司)。SiC - F1200、SiC - P600 和 CaCO_3 的标准粒径见表 1。

表 1 标准样品 SiC - F1200、SiC - P600 和 CaCO_3 的粒径

Table 1 The particle sizes of standard sample SiC-F1200, SiC-P600 and CaCO_3

标准样品	标准粒径/ μm				
	D_{10}	D_{16}	D_{50}	D_{84}	D_{90}
SiC - F1200	1.90	2.46	4.21	6.46	7.13
SiC - P600	18.65	20.48	29.07	40.67	43.90
CaCO_3	2.58	-	17.96	-	47.69

分散剂:六偏磷酸钠(NaPO_3)₆,购自国药集团。

分散介质:蒸馏水。

1.3 实验方法

将样品加入到有分散剂的蒸馏水中,充分搅拌使其分散均匀,设置不同的测试参数,然后将分散好的样品加入样品池,待仪器测试出其粒度分布。HELOS/BF 型激光粒度仪有双镜头可选,镜头 R1 用于测试粒径较小的样品,镜头 R5 则用于测试颗粒较大的样品,故 SiC - F1200 采用镜头 R1, SiC - P600 则采用镜头 R5。

2 结果与讨论

2.1 颗粒和分散介质的折射率的影响

样品颗粒折射率、吸收率以及分散剂折射率是测试对象固有的性能参数,但需要在仪器上预先设置。折射率、吸收率为模型计算参数,对测试结果有重要影响^[12]。对于特定的纯物质,折射率、吸收率已由光学物理实验测出,可由专门手册查阅。对于折射率不确定的样品,可选用性质相近的物质的折射率代替。

本文实验中采用水为分散介质,折射率为 1.33, SiC 样品的折射率为 2.65, CaCO_3 样品的折射率为 1.56。

2.2 循环泵速的影响

循环泵起到循环样品并使样品均匀通过检测区域的作用,循环泵速过低,比重大的颗粒在循环过程中容易沉降;循环泵速过高,会造成悬浮液飞溅,且影响循环泵使用寿命。根据仪器商的建议,对于一般样品,循环泵速设置为 50% 即可,而对于比重较大的重金属粉末样品需要设置到 60% 以上。由表 2 的结果可以看出,循环泵速对测试结果影响不明显。后面的实验中循环泵速均设置为 50%。

表 2 不同循环泵速下测试标准样品 SiC - F1200 和 SiC - P600 的粒径

Table 2 Analyzed particle sizes of SiC-F1200 and SiC-P600 at different circulation pump speed

循环泵速/%	SiC - F1200 的粒径				SiC - P600 的粒径			
	$D_{50}/\mu\text{m}$				$D_{50}/\mu\text{m}$			
	分次测试值		平均值		分次测试值		平均值	
50	4.24	4.26	4.26	4.25	28.98	28.90	28.86	28.91
60	4.23	4.27	4.28	4.26	28.88	28.94	28.96	28.93
70	4.24	4.29	4.30	4.28	28.88	29.01	28.78	28.89
80	4.22	4.28	4.35	4.28	28.78	28.84	28.80	28.81

2.3 搅拌速率的影响

样品刚加入样品池时,局部浓度不均匀,同时比重大的颗粒沉降快,比重小的颗粒沉降慢,搅拌能使样品快速均匀分散;但搅拌速率不能过高,否则会带入气泡,导致测试结果不准确。HELOS/BF型激光粒度仪采用无级调速的两个机械搅拌,实验中分别设置搅拌速率50%~100%(最大速率百分比),每个搅拌速率测试3次,取3次中位粒径 D_{50} 结果的平均值。由表3结果可以看出,对于平均粒径较小的SiC-F1200,搅拌速率在60%~70%时, D_{50} 与标准值最为接近;对于平均粒径较大的SiC-P600,搅拌速率在80%左右, D_{50} 与标准值最为接近。因为SiC-P600比重较大,沉降速度快,需要较高的搅拌速率才能使其快速分散均匀。

表3 不同搅拌速率下测试标准样品SiC-F1200和SiC-P600的粒径

Table 3 Analyzed particle sizes of SiC-F1200 and SiC-P600 at different stirring rate

搅拌速率/%	SiC-F1200的粒径				SiC-P600的粒径			
	$D_{50}/\mu\text{m}$				$D_{50}/\mu\text{m}$			
	分次测试值		平均值		分次测试值		平均值	
50	4.09	4.04	4.04	4.06	28.77	28.82	28.78	28.79
60	4.20	4.15	4.16	4.17	28.88	28.90	28.96	28.92
70	4.28	4.27	4.30	4.28	28.94	29.01	28.95	28.97
80	4.30	4.32	4.32	4.31	29.12	29.15	19.16	29.14
90	4.36	4.37	4.41	4.38	29.36	29.38	29.38	29.37
100	4.39	4.42	4.41	4.41	29.53	29.48	29.52	29.51

2.4 超声时间和强度的影响

超声的作用是为了样品颗粒在样品池中均匀分散,并消除团聚^[13];但超声的强度不宜过大,时间也不宜过长,否则会导致颗粒运动的速度加快,使颗粒布朗运动平均动能增加,影响测试结果。仪器的超声功率(也称超声强度)最大60W,以百分比表示。

图2为未超声和分别超声30s、45s、60s时SiC-F1200(超声强度80%)和SiC-P600(超声强度60%)的粒度分布。从图2可以看出,对于SiC-F1200,未超声的粒度分布曲线与开启超声的粒度分布曲线差异较大。SiC-F1200在超声处理45s时, D_{50} 误差最小;超声处理30s, D_{50} 偏大;超声处理60s, D_{50} 则偏小。对于SiC-P600,未超声与开启超声的粒度分布曲线差异不明显,在超声处理30s时, D_{50} 误差最小;超声处理为60s时,两者的 D_{50} 误差都最大,表明超声处理时间不是越长越好。

表4为超声时间45s,超声强度为50%~100%

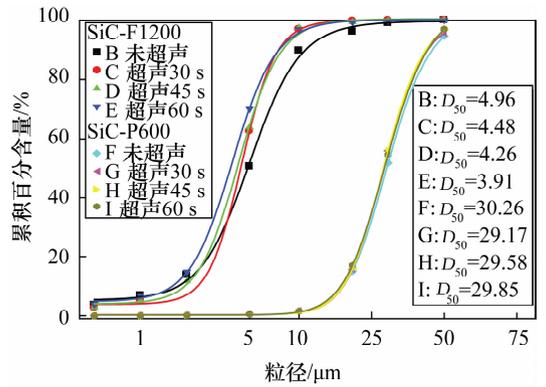


图2 不同超声时间下测试标准样品SiC-F1200和SiC-P600的粒度分布图

Fig. 2 Particle size distribution of SiC-F1200 and SiC-P600 with different ultrasonic time

的实验结果。从表4结果可以看出,超声强度为80%时,SiC-F1200的 D_{50} 最小,与标准值也最为接近,说明超声强度为80%,SiC-F1200的分散效果最好。而随着超声强度增大,SiC-P600的 D_{50} 也增大,超声强度为60%时, D_{50} 与标准值最接近,说明超声强度为60%,SiC-P600已达到最佳分散效果;超声强度过大,使得颗粒动能过大,影响测试结果。

表4 不同超声强度下测试标准样品SiC-F1200和SiC-P600的粒径

Table 4 Particle sizes distribution of SiC-F1200 and SiC-P600 at different ultrasonic intensity

超声强度/%	标准样品SiC-F1200的粒径				标准样品SiC-P600的粒径			
	$D_{50}/\mu\text{m}$				$D_{50}/\mu\text{m}$			
	分次测试值		平均值		分次测试值		平均值	
50	4.42	4.45	4.37	4.41	28.79	28.95	28.93	28.89
60	4.28	4.35	4.30	4.33	28.96	29.13	28.98	29.02
70	4.13	4.16	4.14	4.14	29.11	29.17	29.29	29.19
80	4.22	4.25	4.24	4.24	29.29	29.14	29.25	29.23
90	4.33	4.35	4.25	4.31	29.35	29.29	29.41	29.35
100	4.41	4.40	4.36	4.39	29.44	29.43	29.53	29.47

2.5 分散剂的影响

加入分散剂是为了使介质表面张力降低,从而使颗粒表面能良好润湿。主要有两个方面作用:一是加快颗粒在介质中分散,二是阻止颗粒重新团聚^[12]。激光粒度仪湿法选择分散介质的条件^[14]:呈透明状态;不会溶解样品或影响样品的粒度;与空气泡或其他粒子是不相溶的;能够容易、稳定地分散样品颗粒;有合适的黏度可以循环。常用的分散剂有六偏磷酸钠、焦磷酸钠、乙醇、己烷等。本实验中采用 $(\text{NaPO}_3)_6$ 为分散剂,分别不加和加入10mL浓

度为50、100、150、200 g/L的 $(\text{NaPO}_3)_6$ 溶液,然后每个进行粒度测试,其结果见表5。

表5结果显示,不加分散剂时,测试的 D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 粒径偏差最大;加入 $(\text{NaPO}_3)_6$ 溶液后,粒径偏差明显减小。当 $(\text{NaPO}_3)_6$ 溶液浓度为200 g/L时,SiC-F1200的 D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 偏差最小。对于SiC-P600, $(\text{NaPO}_3)_6$ 溶液浓度为100 g/L时,偏差最小。说明对于粒径较小的样品,分散剂的作用更为明显,分散剂的加入量也较大;对于粒径较大的样品,则反之。

表5 加入不同浓度的 $(\text{NaPO}_3)_6$ 溶液测试标准样品SiC-F1200和SiC-P600的粒径

Table 5 Analyzed particle sizes of SiC-F1200 and SiC-P600 with different concentration of $(\text{NaPO}_3)_6$ solution

标准 样品	粒径 / μm	不同 $(\text{NaPO}_3)_6$ 浓度下测定的粒径									
		0 g/L		50 g/L		100 g/L		150 g/L		200 g/L	
SiC-F 1200	D_{10}	2.04	2.07	2.00	1.99	1.99	2.01	1.94	1.95	1.92	1.91
	D_{50}	4.41	4.41	4.36	4.34	4.31	4.33	4.27	4.28	4.23	4.25
	D_{90}	7.42	7.39	7.37	7.35	7.31	7.29	7.22	7.23	7.21	7.19
SiC-P 600	D_{10}	19.20	19.28	19.01	19.11	18.72	18.68	18.54	18.42	17.95	18.17
	D_{50}	29.45	29.37	29.18	29.20	29.11	29.13	29.25	29.27	28.89	28.95
	D_{90}	44.68	44.74	44.12	44.20	43.91	44.02	43.85	44.01	44.02	43.92

2.6 进样浓度的影响

激光粒度仪的进样浓度并非指样品的质量浓度或体积浓度,而是样品加入到进样池分散均匀后的遮光度,以激光通过样品后的损失确定,以百分比(%)表示。在实际测试中,遮光度是反映测试时每次激光束中存多少样品的指标,其大小与颗粒多少成正比,也与颗粒的组成和性能有关^[15]。测试时进样浓度过小,样品中的颗粒数过少,检测不到足够的信号,导致结果变异性大,使样品不具有代表性;进样浓度过大则可能出现多重散射而使测得的粒径偏大、粒度分布范围较宽。 CaCO_3 样品的 D_{10} 与SiC-F1200接近, D_{50} 介于SiC-F1200和SiC-P600之间, D_{90} 与SiC-P600接近,具有一定的代表性。故实验中以 CaCO_3 研究了HELOS/BF型激光粒度仪的合适进样浓度。

实验中测试条件采用循环泵速50%、搅拌速率70%、超声强度80%、超声时间45 s、 $(\text{NaPO}_3)_6$ 溶液浓度为150 g/L,加入不同质量分散好的 CaCO_3 样品,所得实验结果见图3。

由图3的粒度分布曲线可以看出,当进样浓度为5%和8%时, D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 结果均偏大,这是由于

进样浓度过低,探测器检测到的信号偏少,使得累积含量偏低,导致 D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 结果偏大。当进样浓度为28%~35%时, D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 结果又偏小,这是由于进样浓度过大,出现多重散射而使测得的粒径和累积含量偏大,导致 D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 结果偏小。当进样浓度为10%~25%, D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 结果误差均在合理范围内。从图3还可以看出,进样浓度为10%~25%时,采用优化的测试条件, CaCO_3 的粒度分布测试结果可靠,重复性好。

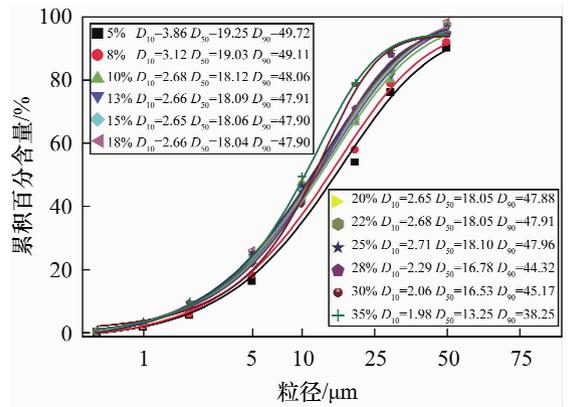


图3 不同进样浓度 CaCO_3 的粒度分布图

Fig. 3 Particle size distribution at different injection concentration of CaCO_3

3 结语

本文对HELOS/BF型激光粒度仪的测试条件进行了优化选择。结果表明:对于比重小或粒径小的样品,需采用相对较低的搅拌速率和较高的超声强度,超声时间也较长;对于粒径较大或比重大的样品,应采用相对较高的搅拌速率和较低的超声强度,超声时间也较短。分散剂能加快样品颗粒的分散,且对粒径小的样品分散效果更明显。进样浓度过高或过低会导致结果偏小或偏大,HELOS/BF型激光粒度仪的合适进样浓度为10%~25%。

由于技术的发展和粉体材料的多样性,对仪器的要求也越来越高,激光粒度仪需要进一步完善光散射理论,并对光路优化,提高反演计算粒度分布的算法准确度^[8]。而在采用激光法测试粒度分布时,选择合适的参数设置,合理地处理样品,能使测试结果更可靠、准确。本文通过实验条件的优化选择,为激光粒度仪在应用中能得到更准确的测试结果提供了借鉴意义。

4 参考文献

- [1] 赵春芳. 不同方法测试粒度分布的比较研究[J]. 中国粉体技术, 2004, 10(2): 22-24.
- [2] 牛占, 和瑞勇, 李静, 袁东良. 激光粒度分析仪应用于黄河泥沙颗粒分析的实验研究[J]. 泥沙研究, 2002(5): 6-14.
- [3] 殷杰, 邓永锋, 徐飞. 激光衍射粒度仪在连云港软土颗粒分析中的应用[J]. 河海大学学报: 自然科学版, 2008, 36(3): 379-383.
- [4] 田岳明, 黄双喜, 吕金城, 涂斌华, 周波. 激光粒度分布仪应用于长江泥沙颗粒分析研究[J]. 水资源研究, 2006, 27(1): 36-44.
- [5] 王爱霞, 和瑞莉. 激光粒度分析仪在黄河水文泥沙颗粒分析中的应用[J]. 中国粉体技术, 2005(11): 195-196.
- [6] 赵寿刚, 张学义, 杨小平, 孟献颖. MS2000 激光粒度仪与密度计法的土工颗分对比试验[J]. 南水北调与水利科技, 2008, 6(5): 70-72.
- [7] 张孝军, 香天元, 田岳明, 原蓉. 激光粒度仪适用的粒径级差研究[J]. 中国粉体技术, 2007(5): 14-16.
- [8] 刘树, 张兆芝, 潘志东, 区卓琨. 国内外激光粒度仪结构与性能介绍[J]. 中国仪器仪表, 2012(1): 63-66.
- [9] 杨正红. 如何判断和选择激光粒度分析仪[J]. 现代科学仪器, 2000(1): 58-59.
- [10] 孙昕, 张贵忠, 贾光明, 张良. 基于米氏散射理论的激光粒度仪的介绍[J]. 现代科学仪器, 2004(5): 40-42.
- [11] 任中京. 当代激光颗粒分析技术的进展与应用[J]. 物理, 1998, 27(2): 163-166.
- [12] 宋建平, 司瑞刚, 雷志祥. 激光粒度仪的样品处理[J]. 中国科技博览, 2009(29): 40-50.
- [13] 宋鹏. 两种粒度分布测定方法的对比分[J]. 中国粉体技术, 2009, 15(6): 72-74.
- [14] 张永刚, 黄宁, 周湘玲, 季军宏. 激光粒度仪在涂料分析测试中的应用[J]. 中国涂料, 2009, 24(7): 31-39.
- [15] 刘引定, 霍彩霞, 滕秋霞. 激光粒度测试技术的应用[J]. 甘肃联合大学学报: 自然科学版, 2009, 23(4): 57-60.
- [16] 谭立新, 蔡一湘, 余志明, 梁泰然, 刘辛, 谢焕文. 激光粒度仪颗粒联测的结果与评价[J]. 中国粉体技术, 2011, 17(1): 84-87.
- [17] Konert M, Vandenberghe J. Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: A solution for the under estimation of the clay fraction [J]. *Sedimentology*, 1997, 44: 523-535.
- [18] 王乃宁. 颗粒粒径的光学测量技术及应用[M]. 北京: 原子能出版社, 2000.

SUCCELL Test Conditions Optimization of HELOS/BF Laser Particle Size Analyzer

LU Xin-cheng, CAO Jing-yang

(Geological Survey of Jiangsu Province, Nanjing 210018, China)

Abstract: The Laser Particle Size Analyzer is being more widely used due to its fast test speed, convenient operation and good repeatability, to name a few of its qualities. However technical parameters of instrument and test conditions affect the results significantly. The test conditions of the HELOS/BF Laser Particle Size Analyzer were optimized by experiments described in this paper. The results indicate that samples with light specific-gravity or small particle size require lower stirring speed, higher ultrasonic intensity and longer ultrasonic time. Samples with heavy specific-gravity or large particle size require higher stirring speed, lower ultrasonic intensity and shorter ultrasonic time. The dispersant can accelerate the dispersion of the sample particles, especially for the small particle size samples. The low injection concentration (shading rate) with less particles leads to higher measured results for particle size because the weak signal causes bad representation for the samples. The high injection concentration leads to lower measured results based on the broad range of particle size distribution by multiple scattering. It suggests that the injection sample concentration (shading rate) between 10% - 25% was appropriate for the HELOS/BF Laser Particle Size Analyzer.

Key words: laser particle size analyzer; particle size distribution; testing conditions