

激光粒度分析和筛分法测粒径分布的比较

李文凯, 吴玉新, 黄志民, 樊融, 吕俊复

(清华大学 热科学与动力工程教育部重点实验室, 北京 100084)

摘要: 分别采用筛分法和马尔文激光粒度分析仪两种方法对 16 种颗粒的粒径分布进行了测量。通过比较, 发现两种测量手段得到的粒径分布结果存在较大的差异, 马尔文激光粒度方法对颗粒粒径的测量结果偏小, 受颗粒形状的影响很大; 筛分法对微细颗粒的测量误差较大, 但对大粒径颗粒的测量较为准确。通过对不同粒径段灰颗粒的显微照相, 发现细颗粒的团聚是筛分法测量小颗粒结果偏小的主要原因。

关键词: 颗粒; 粒径分布; 筛分; 激光粒度分析

中图分类号: TB302.1

文献标识码: A

文章编号: 1008-5548(2007)05-0010-04

Measurement Results Comparison Between Laser Particle Analyzer and Sieving Method in Particle Size Distribution

LI Wen-kai, WU Yu-xin, HUANG Zhi-min,
FAN Rong, LV Jun-fu

(Key Laboratory for Thermal Science and Power Engineering of Ministry
of Education, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: In order to compare the difference between the Malvern laser analyzer and the sieving method in particle size distribution measurement, as many as 16 samples of CFB fly ash were measured by both methods respectively. The results from different methods showed a great diversity. The percentages of ultrafine particles obtained with laser analyzer are overestimated. This is considered to be due to the shape of particles. On the other side, the sieving method showed great errors in the measurements of small-sized particles, but more precise in the measurement of bigger particles. Micrography of particles with different size region were taken, which proved that the conglomeration of small particles was the main reason why results were smaller in the measurements of small-sized particles with the sieving method.

Key words: particle; particle size distribution; sieving method; laser particle analysis

目前, 颗粒粒径的测量方法有很多种, 如筛分

法、沉降法、显微镜法、马尔文激光粒度测量、库尔特全自动颗粒粒径分析、颗粒计数器分析、电感应法等。在实验室的科学研究中, 筛分法和马尔文激光粒度测量法是比较常用的两种粒径测量手段。近年来, 一些报道表明, 这两种方法测量的可比性受到怀疑。本文中采用两种方法对 16 种颗粒的粒径分布进行测量比较。

1 实验原理

1.1 筛分法

筛分法是颗粒粒径测量中最为通用也最为直观的方法。筛分的实现非常简单: 根据不同的需要, 选择一系列不同筛孔直径的标准筛, 按照孔径从小到大依次擦起, 最下面为底筛, 最上面为筛盖, 然后固定在振筛机上, 选择适当的模式及时长, 自动振动即可实现筛分; 筛分完成后, 通过称重的方式记录下每层标准筛中得到的颗粒质量, 并由此求得以质量分数表示的颗粒粒度分布。

筛分法的优点是原理简单、直观, 操作方便, 易于实现, 这也是其获得广泛应用的重要原因。而筛分法的缺陷也不能忽视。一般来说, 筛分法因为粒径段的划分受限于筛层数, 所以对粒径分布的测量略显粗糙, 在一定程度上影响了结果的精度。另外, 筛分的过程中因为振动强烈, 一些颗粒种类可能极易破损, 从而破坏了粒径分布, 影响了测量结果^[1]; 某些颗粒 (比如本次试验中飞灰颗粒) 相互吸附的作用较强, 在筛分中经常出现聚集成团的现象, 这也影响了筛分结果的准确性。

基于筛分法的特点, 其应用主要在大粒径颗粒的粒径分布测量, 如 45 μm 以上。而对于粒径较小的颗粒, 除非使用特殊的方法, 筛分法的可靠性较低。

1.2 马尔文粒度测量仪

随着工业中对粒径测量精度要求的提高, 马尔文激光粒度分析仪的应用也日益广泛。马尔文激光粒度测量方法的理论依据是 Fraunhofer 衍射理论和

收稿日期: 2006-11-15。

基金项目: 国家科技支撑计划资助项目, 编号: 2006BAA03B02。

第一作者简介: 李文凯 (1983-), 男, 博士研究生。

完全的米氏光散射理论。光照射颗粒时,衍射和散射的情况跟光的波长及颗粒的大小有关,因此当用单色性很好并且波长固定的激光作为光源时,就可以消除波长的影响,从而得出衍射、散射情况跟颗粒粒径分布的对应关系^[3]。

马尔文激光粒度测量的实现过程为:激光发出的单色光,经光路变换成为平面波的平行光,平行光经过试样槽,遇到散布其中的颗粒,发生衍射和散射,从而在后方产生光强的相应分布,被信息接收器接收并转化为电信号,进而经过复杂的程序处理得出颗粒粒径分布^[3]。

马尔文激光粒度测量方法具有以下优点:测量粒径范围大,为 0.02 ~ 2 000 μm ;无信号盲区(在采用三维扇形检测器之后),实际分辨率高^[4];检测速度快,整个操作过程一般都可以在 8 min 之内完成;智能化程度较高,能够以各种人性化的方式输出操作者所需要的结果形式;输出结果是连续的粒径分布,使用方便;重复性好^[5]。马尔文测量方法的缺点主要在于参数设置方面的一些困难。在测量之前,操作者需要设定 SOP(standard operating procedures)文件中样品的折射率、吸收率等物性参数。对于常规样品,已经有默认的 SOP 设置,但对于科研以及生产实际中非常规的样品,获得其准确的折射率等参数并不容易,从而影响粒度测量结果的可靠性。另外,详细的理论还可以证明,激光粒度仪对颗粒粒径的测量结果相当于同衍射角的球体直径^[6]。同时,Jonasz 指出,不规则颗粒的截面积平均起来要大于相同体积的球体^[7]。因而,激光粒度仪测定的不规则颗粒的直径比相同体积的球形颗粒要大一些。

2 实验结果及讨论

对来自不同锅炉的 16 个灰样进行了马尔文法和筛分法的对比实验。通过数据处理,仅以 6 个灰样为例,得到颗粒质量分数的频率分布对比情况见图 1。由图 1 可以看出,相对于传统的筛分法,马尔文激光粒度测量方法得到的粒径分布更集中在小粒径段。具体而言,筛分法得到的粒径分布主要集中在 45 ~ 125 μm 段,20 ~ 45 μm 段颗粒很少,而 20 μm 以下的颗粒几乎得不到;马尔文测量方法则显示了迥异的结果:45 μm 以下粒径段所占的体积分数一般都在 30% 以上,有的甚至高达 80% 以上,相应地,45 μm 以上粒径段颗粒所占比重小于筛分法所得的

结果。对于 200 μm 以上颗粒所占的比重,筛分法所得结果相较于马尔文法也小了很多。

筛分法和马尔文法结果的巨大差异,源自两种测量手段原理的不同。在筛分法的操作中,颗粒能否准确地区分在预定的粒径段内,受到多方面因素的影响,如颗粒水分含量、荷电状况等。

对于较细的颗粒,样品中水分的存在极易造成颗粒的团聚,从而导致小粒径颗粒留在大网格筛子,造成结果的偏差;颗粒如果在摩擦中产生荷电,也会造成凝聚成团的情况,影响结果的准确性;如果使用不当,网格大小很容易被改变,由此造成的测量偏差是显而易见的;筛网的清洁程度同样不可忽视。一些极细并且易于吸附的颗粒很容易粘连在筛网上,使得筛网的有效孔径小于标称值,从而造成测量偏差。清洁筛网常用超声波法,但是此方法存在耗力耗时的问题,当实验量很大的时候,往往不得不简化清洁方法,简化方法的有效性则影响到筛分法的准确性。对于微细的颗粒,比如 20 μm 以下,因其本身质量较小,下落通过筛网的力量不足;微细颗粒因潮湿或荷电产生的聚团现象更加严重,更加造成预期的颗粒不能通过筛网。筛网和颗粒这两种因素的综合作用,使得筛分法对于小颗粒的区分能力大大降低,筛分的结果也往往并不可靠。

在本实验中,所有的灰样都在 105 的烘箱中进行了 2 h 的干燥,但在筛分中依然可以明显地看到颗粒粘连的现象。究其原因,一是空气潮湿,使得灰样在筛分中吸水;二是筛分时,灰样颗粒与金属筛网摩擦、灰样颗粒互相间摩擦使灰样颗粒荷异性电或者荷偶极子电荷,加剧了灰样颗粒之间的团聚^[8]。吸水 and 荷电,都将造成颗粒的聚团,从而使得细小颗粒留在上层筛网,测量结果中小颗粒的比重偏小。

微细网格下筛分的有效性这一因素,在本实验中表现为 20 μm 以下的颗粒几乎完全没有筛出来。颗粒下落方向随机性的影响无法评估,筛网的清洁程度则影响不大。

为了研究筛分法和马尔文法的巨大差异,对粒径范围较窄的样品进行对比实验。以上述的 6 号灰样为例,经筛分得到 7 个粒径段的灰样(20 μm 以下的颗粒未能筛出),即 20 ~ 45、45 ~ 65、65 ~ 90、90 ~ 125、125 ~ 150、150 ~ 200、200 μm 以上粒径段。对这 7 个粒径段的灰样分别进行马尔文分析,结果如表 1 所示。表中每一纵列表示筛分得到的某粒径段灰样经马尔文分析所得到的各粒径段百分比分布情况。

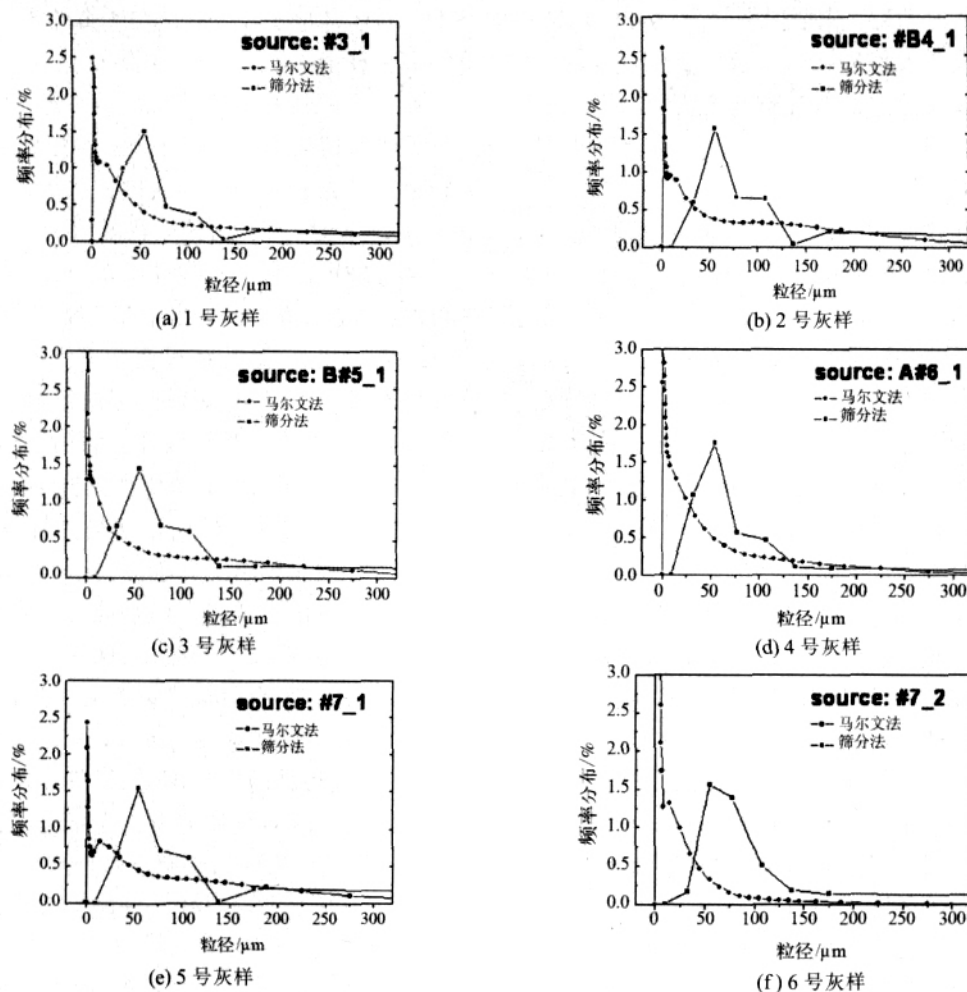


图1 两种测量方式下灰样粒径频率分布对比

Fig.1 Comparison of partical size distribution results from two measurement methods

由表1中结果可见,筛分后认为明确无误地属于某粒径段的灰分,在马尔文分析中仍然认可其属于该粒径段的灰分只占很小的比例(这一比例最大也仅仅29.22%,最小则达到2.66%)。同时,筛分得到的每个粒径段的灰样,在马尔文看来都包含大量粒径在20 μm以下的颗粒,这一比例最小为29.73%,最大达到70.30%。值得注意的是:筛分得到的65~90 μm粒径段的颗粒,在马尔文分析中认为其中的97.23%粒径在65 μm以下;筛分得到的125~150 μm粒径段的颗粒,在马尔文分析中认为其中的近30%在150 μm以上;筛分得到的150~200 μm粒径段的颗粒,在马尔文分析中也认为其中的约20%在200 μm以上。造成以上结果的原因在于:大量的微小颗粒凝聚成团未能筛分下去,而在马尔文中经过分散被检测到;不规则的大颗粒在某个方向下能够通过筛网,而在马尔文中对其粒径的认定可能来自于该颗粒另外一个方向上的长度。

为验证前述关于颗粒凝聚成团以及不规则形状的推测,对5号和6号灰样中不同粒径段的颗粒进行了显微照相,结果如图2所示。可以看出,大部分粒径段的颗粒中都存在细小颗粒凝聚成团的现象。尤其90 μm以下粒径段的颗粒,可以明显地看出凝聚成团的细小颗粒占了一半以上的比重;另外,125~150 μm粒径段的颗粒也存在小颗粒凝聚成团的现象。照相的结果印证了马尔文激光粒度测量方法的相对可靠性,同时证明了筛分法在分散团聚颗粒方面的不足。

从图2中还可以看出,颗粒形状的不规则性十分显著,细长及其它不规则形状的颗粒大量存在。在照片(4)、(5)、(6)、(7)中都看得非常清楚。这样的结果可以加深对筛分结果的认识,同时也可以解释为什么筛分的颗粒在马尔文激光粒度测量系统下会出现超过筛分粒段的颗粒粒径。

从照片还可以看出,颗粒的球形度比较差。因为

表 1 筛分所得各粒径段灰分的马尔文分析结果

Tab.1 Malvern analysis results of particles of different size regions from Sieving method

马尔文 分析	筛分得到灰分的粒径段 / μm						
	20~45	45~65	65~90	90~125	125~150	150~200	200~
D[4, 3]	18.6	21.1	55.4	114.2	54.0	201.7	275.4
0~20	64.94	60.59	70.30	51.59	39.42	29.73	36.74
20~45	29.22	28.77	18.97	15.07	11.05	14.42	13.72
45~65	5.57	8.56	7.96	6.95	4.84	5.78	6.16
65~90	0.27	2.08	2.66	6.56	3.37	4.91	4.70
90~125	0	0	0.11	6.96	5.61	7.20	4.75
125~150	0	0	0	3.76	5.17	5.83	3.55
150~200	0	0	0	5.07	10.76	11.39	7.81
200~	0	0	0	4.04	19.79	20.74	22.59

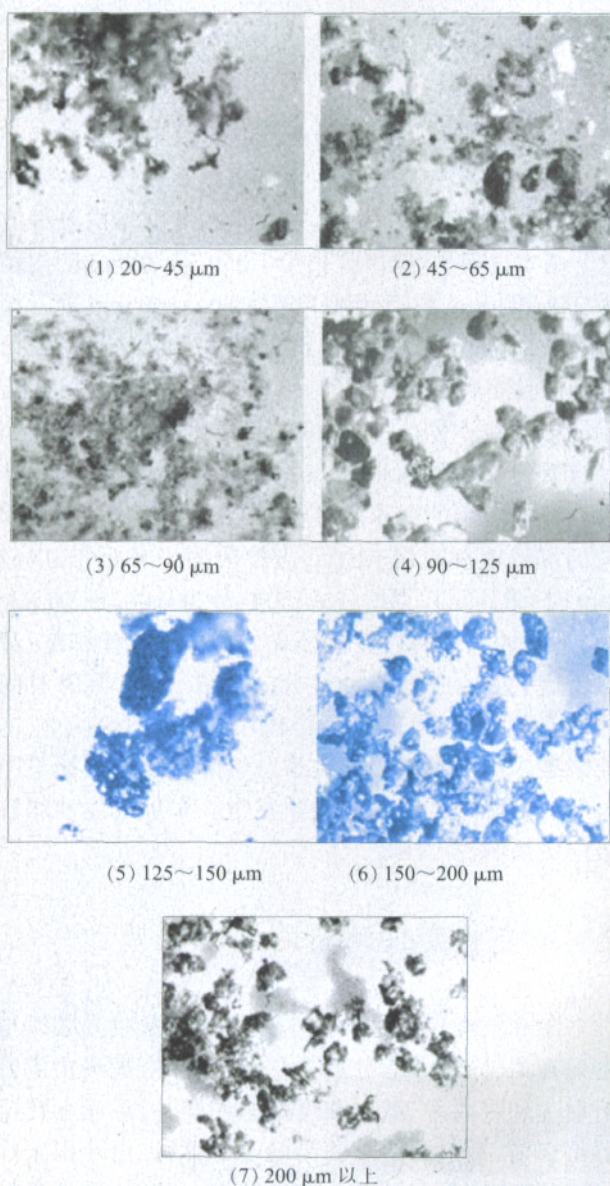


图 2 不同粒径段灰样颗粒的显微照片

Fig. 2 Micrograph of particles of different size regions

马尔文激光粒径测量的原理是对激光投射方向上颗粒形状的感应, 而筛分法区分颗粒粒径段的标准是颗粒外表曲面的最大内切球直径, 所以在颗粒的球形度较差时, 两种测量方式将不再具备可比性。这也是两种测量手段结果差异较大的一个重要原因。

4 结论及展望

筛分法和马尔文激光粒度测量法对颗粒粒径的区分依据的不同和样品自身的一些特性(如吸水、荷电特性等), 造成了两种粒径测量方式下所得结果的巨大差异。具体表现为: (1) 马尔文激光粒度方法和筛分法对测量颗粒粒径分布的原理不同, 在颗粒球形度较差时两种测量手段不具有可比性。(2) 筛分法对微细颗粒的区分能力较差, 但用于大颗粒时较为准确, 且筛分结果意义明确, 具有很好的实际指导意义。(3) 一些颗粒在吸水或摩擦荷电情况下极易聚集成团, 对筛分法测量结果的准确性造成影响。(4) 马尔文激光粒度测量方法相对于筛分法操作简便, 且重复性好。

鉴于实验条件所限, 有些研究工作有待进一步开展, 包括通过标准球形颗粒对比实验, 检验筛分法和马尔文法的准确性; 通过单因子实验方法分别探求颗粒形状的不规则等因素对于筛分法和马尔文法测量结果的影响; 通过对激光粒度方法原理的仔细探讨, 获得其测量不规则颗粒时的偏差方式及大小。

参考文献(References):

- [1] 焦淑红, 邹若飞, 李文化, 等. 氢氧化铝粉体粒度测量技术[J]. 计量与测试技术, 2004(3): 19-20.
- [2] 杨道媛, 马成良, 孙宏魏, 等. 马尔文激光粒度分析仪粒度检测方法及其优化研究[J]. 中国粉体技术, 2002, 8(5): 27-30.
- [3] 焦淑红, 邹若飞, 郭晋梅, 等. 激光粒度分析仪测定氢氧化铝细颗粒方法的探讨[J]. 理化检验 - 物理分册, 2004, 40(7): 344-346.
- [4] 张炳花, 唐太平, 杨正红. 马尔文激光粒度分析技术 3 术及其在石化行业中的应用优势[J]. 现代科学仪器, 2000(2): 68-71.
- [5] 王振新, 钱彦虎. 激光粒度仪测定 PTA 粒径分布[J]. 聚酯工业, 2004, 17(3): 50-52.
- [6] 程鹏, 高抒, 李徐生. 激光粒度仪测试结果及其与沉降法、筛析法的比较[J]. 沉积学报, 2001, 19(3): 449-455.
- [7] JONASZ M. Size, shape, composition and structure of microparticles from light scattering[M]. Syvitski JPM, ed. Principles, Methods and Application of Particle Size Analysis. Cambridge University Press, New York, 1991.143-162.
- [8] MAISELSA, KRUISFE, FISSAN H. Coagulation in bipolar aerosol chargers[J]. Aerosol Science, 2004, 35(2): 1333-1345.