

马尔文激光粒度分析仪粒度检测方法及其优化研究

杨道媛¹, 马成良¹, 孙宏魏¹, 胡金明²

(1. 郑州大学高温材料研究所, 河南 郑州 450052; 2. 河南省质量技术监督局, 河南 郑州 450000)

摘要:介绍了英国马尔文激光粒度分析仪的工作原理, 研究了该仪器对不同粒度、已知和未知光性参数的粉料进行粒度检测时最佳参数的确定方法, 对比了干法测量和湿法测量的结果, 并将分析结果与 SEM 照片相对比, 研究了该仪器分析结果的准确性。

关键词:粒度分析; 工作原理; 优化

中图分类号: O141.4 **文献标识码:** A

文章编号: 1008-5548(2002)05-0027-04

Research on Particle Size Determination Method and Optimization of Malvern Lazer Particle Analyzer

YANG Dao-yuan¹, MA Cheng-liang¹,
SUN Hong-wei¹, HU Jin-ming²

(1. Institute of High-temperature Materials, Zhengzhou University,
Zhangzhou 450002; 2. Henan Bureau of Quality and Technical
Supervision, Zhengzhou, 450002, China)

Abstract: The work principle for Malvern laser particle analyzer imported from England is introduced, the optimized analyzing method is also studied by powder with different particle size and by powder with known or unknown optical parameter, using dry method and wet method, we contrasted the analyzing result with the SEM photo to insure that the result given by this instrument is reliable.

Key words: particle analysis; work principle; optimization

郑州大学高温材料研究所就近从英国进口一台激光粒度分析仪, 该仪器是英国马尔文(Malvern)仪器有限公司 1998 年推出的最新型号, 它具有以下优点:

(1) 测量范围为 $0.02 \sim 2\,000\ \mu\text{m}$, 单量程, 无需更换镜头;

(2) 具有高稳定性红光主光源和高能量固体蓝光辅助光源;

(3) 检测速度最快, 扫描速度为 $1\,000\ \text{次/s}$;

(4) 非均匀交叉排列扇形主检测器, 附加大面积辅助检测器和大角度向前、背向检测器, 检测角高达 135° ;

(5) 具有软件独有的标准操作规程(SOP)功能和远程故障诊断功能;

(6) 智能化干、湿法进样平台转换;

(7) 全量程米氏(Mie)计算理论, 数据可向 Word, Excel 等软件动态输出统计。

该仪器能检测 $0.02 \sim 2\,000\ \mu\text{m}$ 范围内液体、固体和乳化液的粒度分析, 广泛适用于石油、化工、制药、陶瓷、水泥、涂料、冶金、造纸、地质、矿物加工、食品、化妆品等行业, 符合 ISO13320 国际标准。

1 工作原理

激光粒度仪的功能如图 1 所示^[1~2]。

激光器 → 滤波扩束系统 → 样品窗 →

光电探测 → 计算机处理系统

图 1 激光粒度仪组成框图

激光器产生单色相干性极好的激光, 经滤波扩束系统后, 得到一个扩展的、照明散射颗粒理想化的光束, 分散好的颗粒在样品窗内被激光光束照射产生衍射, 并形成一定的空间光强分布, 设在探测区的非均匀交叉排列扇形主检测器, 附加大面积辅助检测器和大角度向前、背向检测器, 将光信号转变为电信号并送入计算机, 按事先编制的程序根据衍射理论进行数据处理, 把衍射谱的空间分布反演为颗粒大小的分布。

2 粒度测量方法

粒度测量方式有两种, 即手动方式或使用标准操作规程(SOP)方式

收稿日期: 2002-03-06

(第一作者简介: 杨道媛(1983-)女, 讲师, 博士研究生。

©1994-2023 China Academic Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

SOP 是易于进行软件编程的用户自定义过程,它允许在关于测量策略的所有困难决定做出之后,采用一致的方法对相同类型的样品进行测量。但是如何知道哪些数值或设置适用于 SOP 标准操作规程,需要通过手动测量方式,通过多次试验来找出,也就是说,通过手动操作确定测量参数以后,软件允许用户在手动操作的基础上提取一个标准操作规程(SOP),以进行大批量同种样品的粒度测量。因此,在这里我们着重讨论手动测量的有关问题,而且由于湿法测量较干法测量常用,所以以讨论湿法手动测量为主。

2.1 已知光学特性参数样品的湿法粒度测量

如果检测已知名称样品(即样品的光学特性参数已知)的粒度,在手动操作情况下,易水解或易与分散剂发生反应的物质,应用干法测量,否则用湿法测量。湿法测量时,在清洗干净的样品槽中加入分散剂,启动超声波消除气泡后,打开泵的开关,使分散剂在系统中开始循环。打开测量软件,定义文件名后,在界面上选择“测量”、“手动”,软件将会自动进行电子背景测量,然后等待继续执行测量过程。打开测量“选项”对话框,在物质列表中指定要测量的物质,以确定该物质对红光和蓝光的折射率和吸收率。如果物质列表中没有该物质,可查阅该物质的光学性能参数,在“物质”一览中选“添加”该物质。另外,还要从“分散剂”名称框中选择分散剂,也可以通过按“分散剂”按钮来指定新的分散剂。最后,在“测量”选项卡中进行选择或相关更改,以指定测量样品和背景所需的时间。所有这些都确定以后,即可点击“开始”按钮,则系统根据需要自动进行光学调整并进行光学背景测量。下一步系统会提示添加样品,加入适量样品后,系统将进行样品测量,结果计算并保存计算结果。整个操作过程中最重要的步骤是确定分散条件,如选择分散介质、确定是否加添加剂、超声波开启的时间长短和大小、泵的转速以及加入样品后等待超声波分散样品的时间等。以 Al_2O_3 为例,在样品槽中加入纯净水作分散剂,启动超声波分散器,强度为 7, 2 min 后打开泵的开关,调节泵速为 2 680 r/min,在选项卡中指定该物质,并指定水作分散剂,等其他参数确定以后,点击“开始”测量样品,并保存结果。然后改变测量条件,重新测量,直至下一次的测量结果基本与上一次的测量结果符合为止,如图 2 所示。则最后一次的测量结果即为该粉末的粒度测量结果。若用中值粒径($d_{0.5}$)来衡量两次测量的误差,相应地,下一次的测

量结果 $d_{0.5} = 0.451 \mu\text{m}$, 上一次的测量结果 $d_{0.5} = 0.454 \mu\text{m}$, 误差 $< 3\%$, 在误差允许范围内。这里要说明一点,就是有效测量结果的残差值应小于 1.0% , 若残差值高于 3% , 则有必要检查样品分散条件及光学参数选择是否合适。

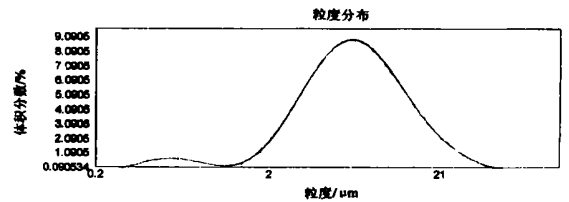


图 2 氧化铝超细粉粒度分析曲线

2.2 对未知光学性能参数样品的湿法粒度检测

在通常情况下,送检样品的光学性能参数无法得知,或者虽然送检样品的光学性能参数可以查到,但实际样品与标准样品的光学性能相差较大,反映在检测结果上,检测结果的残差较大(超过 1.0%),甚至在某些情况下,送检样品是未知样品,则检测过程较为复杂。一般来说,若待测样品的中值粒径大于几微米时,光学参数的选择对结果的影响不大,当中值粒径小于 $10 \mu\text{m}$ 时,粒径越小,光学参数对结果影响越大。通过反复实践,作者认为判定样品可用湿法测量后,在测量未知光学性能参数的物质时,检测过程同上述所述体测过程的重要区别在于对确定物质的光学性能参数。可在“物质”选项卡中添加“新物质”,并暂取该物质的红光折射率为 1.52,吸收率为 0.1(均为默认值),系统默认蓝光折射率和吸收率与红光相同,其他参数取经验值,确定分散条件合适,并得到重复性较好的结果后,利用软件中的结果后处理功能,改变物质的折射率和吸收率,直至测量结果的残差最小,即可认为此时的测量结果即代表了待测物质的粒度。如送检样品分子式为 LiCoO_2 , 且其中加了一些能改变物质光学性能的微量元素,因此待测样品的光学参数只能先假定为:红光折射率 1.52,吸收率 0.1,依照上述方法测定粒度,结果为 $d_{0.5} = 8.834 \mu\text{m}$, 残差 $1.207\% > 1.0\%$, 不符合要求。因此改变光学参数直到红光折射率 1.81,红光吸收率 0.1 时, $d_{0.5} = 8.204 \mu\text{m}$, 残差 $= 0.310\% < 1.0\%$ 。然后改变其他测量条件,直到得到最后两次的测量结果曲线基本重合为止(如图 3 所示),最后结果 $d_{0.5} = 7.993 \mu\text{m}$, 残差 $= 0.625\% < 1.0\%$ 。

为了便于与其它检测法的结果相比较,我们将检测结果(体积分数)用数量百分比来表示,得到该

样品的粒度分析曲线如图 4 所示,在这种情况下,样品的 $d_{0.5}=0.920\text{ }\mu\text{m}$ (残差仍为 0.625%)。用扫描电镜对样品进行分析,如图 5 所示可知,样品大部分粒度为 $1\text{ }\mu\text{m}$ 左右,可以认为这一结果与激光粒度分析法得出的结果基本相符,从而也说明了采用激光粒度分析仪分析未知样品时,用上述方法是可行的^[3]。

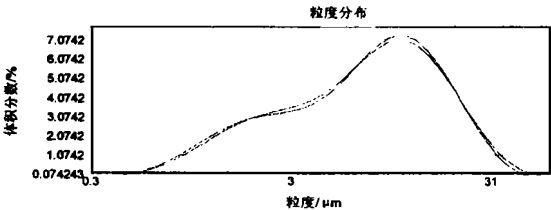


图 3 LiCoO₂ 超细粉粒度分析曲线

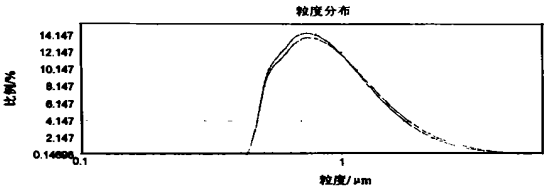


图 4 LiCoO₂ 超细粉粒度分析曲线

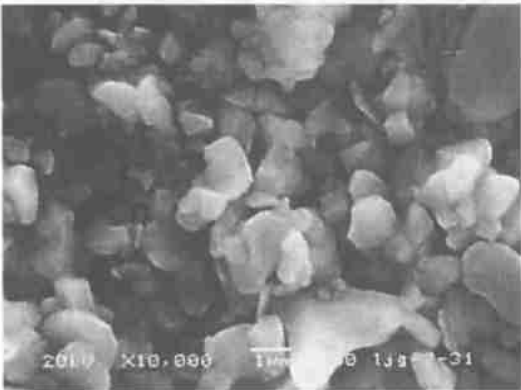


图 5 LiCoO₂ 超细粉 SEM 照片

需要说明的是,上述 LiCoO₂ 样品颗粒比较大,能够分散在水中。测量时还发现,如果样品的粒度小到纳米级,则样品全部飘浮于水的表面,不便于测量。通过扫描电镜(图 6)可以知道,样品团聚比较厉害。在这种情况下,需要在分散剂中加入半滴表面活性剂,并通过调整超声波的大小,获得较为准确的粒度结果。以 LiCoO₂ 纳米粉末为例,在分散剂超声波脱气后缓缓加入半滴洗洁精,超声脱气 2 min 后,加大超声波值,开始检测,然后逐渐加大超声波值,直到两次测量的结果比较接近,残差值和误差值达到要

求为止。LiCoO₂ 纳米粉末激光粒度分析仪分析结果如图 7 所示,基本与透射电镜下观察到的粒度相符。检测过程中还发现,用强档超声波将纳米粉末分散开后,纳米粉末与分散剂反应的活性增加,如果超声波作用时间过长,可能会生成水化大分子,从而造成分析结果失真,因此,测量时应加以注意。



图 6 LiCoO₂ 纳米粉团聚颗粒 SEM 照片

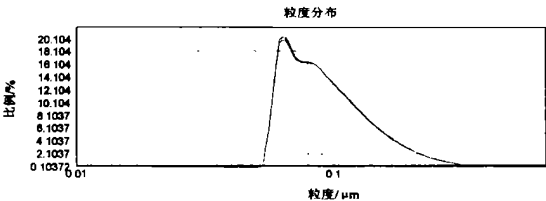


图 7 LiCoO₂ 纳米粉粒度分析曲线

2.3 铝粉干法测量与湿法测量的对比

将金属铝粉装入干法样品槽中,选择最佳操作条件,测得其粒度 $d_{0.5}=16.408\text{ }\mu\text{m}$,如图 8 中下面一条线所示。为了做一对比,本实验还采用湿法快速法分析了铝粉的粒度,结果如图 8 所示线, $d_{0.5}=16.177\text{ }\mu\text{m}$,相对误差=1.8%。由此可见,该仪器在干法和湿法测量时可比性较高。当然,在实际测量时,采用湿法测量还是干法测量,应以样品的物性为准。

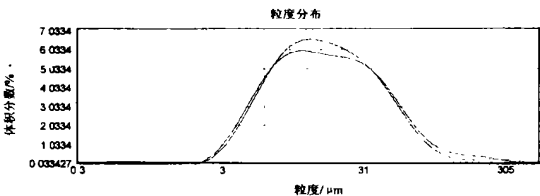


图 8 铝粉干法与湿法测量曲线

3 结 论

英国马尔文仪器有限公司生产的 Mastersize 2000 激光粒度分析仪,分析范围较为广泛(0.02~2000 μm),尤其是它可用于超细粉及纳米粉的粒度测量,结果较为准确。该仪器分析软件功能强大,测量过程能实现自动化。但在某些需要手动操作的情况下,需要对样品测量过程的控制参数加以优化设

置,才能得出符合实际的粒度分析结果。

[参考文献]

- [1] 马尔文仪器有限公司·激光粒度分析仪 Mastersize 2000 操作手册[Z].1999.
- [2] 王玉泰,激光测粒仪的散射理论研究[J].山东教育学院学报,1999,75(5):85-88.
- [3] 杨初平,颗粒粒度测试技术[J].工科物理,1999,9(4):1-4.

欢迎订阅《新世纪水泥导报》双月刊

欢迎刊登广告 欢迎来稿

《新世纪水泥导报》双月刊是全国性建材科技期刊。由新型干法水泥生产技术研究会和成都建筑材料工业设计研究院共同主办。

国家建材工业协会张人为会长为本刊题词:“面向新世纪,倡导新技术,奋力实现水泥工业现代化”。本刊始终致力于贯彻这一宗旨。

本刊主要栏目有:新世纪论坛、专题论述、试验与研究、粉磨技术、装备纵横、地方水泥、耐火材料、电气自动化、工程设计与建设、矿山技术、环境保护、经验之谈、探讨与争鸣、启迪与思考、环球扫描、企业管理、信息简讯等。这些栏目,作者可以纵横经纬,读者能够取经释疑。不少国内外水泥界人干和企业给予了本刊“技术含量和文献价值高”的好评,众多水泥工作者已视本刊为其事业发展的良师益友。

本刊采用国际标准大 16 开本,精印彩色装备信息。国际标准刊号:ISSN1008-0473,国内统一刊号:CN51-1510/TU;邮发代号:62-63;定价:每期 6 元,全年 6 期,共 36 元;

广告经营许可证:蓉工商广字 5101034000030。

欲订阅本刊的读者和订户,届时可到就近邮局订阅;若错过邮订期限或邮订有困难,也可直接向编辑部订阅,但务请清楚填写订单寄到编辑部,以便准确寄刊,订刊款从邮局或银行汇寄均可,款到后即将发票和刊物寄出。

欢迎来稿,来稿务请字迹清楚,插图规范;欢迎电子稿件。

欢迎刊登广告,请客户直接与编辑部联系,我们定将竭诚为您服务。

编辑部地址:四川省成都市新鸿路 331 号(成都建材设计研究院内);邮编:610051;电话:(028)84333777-269,84365513;传真:028-84333545;<http://www.cement-guide.com>;<http://xisndb.periodicals.net.cn>;e-mail:cement-guide@cement-guide.com;或 cement-guide@cdi-china.com.cn;xisndb@periodicals.net.cn。

开户银行:中行成都市锦江支行猛追湾分理处;帐号:01092108091001;户名:新世纪水泥导报编辑部。

书 讯

由中国化工学会精细化工专业委员会和中国石油和化学工业协会培训中心主持召开的第二届全国超(微)细粉体工程与精细化学品开发成果推广会暨全国粉体新型设备技术产品展示会于 2002 年 7 月 28 日在重庆市顺利召开。会议主题:依靠超细、超微细粉体工程和纳米技术与现代化化工技术交叉融合改造传统化工产业、发展高附加值精细化工、促进粉体技术成果的产业化。会议出版的论文集择优收录了 40 多篇论文。该论文集可作为从事着方面研究、生产、使

用的工程技术人员及研究生的参考书。现还剩余少量论文集,欲购者从速联系。邮购方法:2001 年、2002 年论文集合订本 150 元/本;2002 年论文集 100 元/本。

邮购地址:上海市天山路 461 弄 18 号中国化工学会培训中心

联系人:章卫星

联系电话:021-62733056 62596690 邮编:200336