

激光粒度仪颗粒联测的结果与评价

谭立新¹, 蔡一湘¹, 余志明², 梁泰然¹, 刘 辛¹, 谢焕文¹

(1. 广州有色金属研究院, 广东 广州 510651; 2. 中南大学 材料科学与工程系, 湖南 长沙 410083)

摘要: 为了解不同激光粒度仪的硬件、软件等方面差异对粒度测量结果的影响, 用 4 种颗粒形状不同的粉末在不同公司生产的激光粒度仪上进行测试。结果表明: 激光粒度仪测试结果重复性很好; 对于球形粉末和形状较规则的粉末, 大部分激光粒度仪测得的中位径值之间可以比较; 而粒径范围较宽和不规则形状粉末, 个别仪器测量的中位径值有差异。

关键词: 激光衍射; 粒度分布; 颗粒联测

中图分类号: TB302.1

文献标志码: A

文章编号: 1008-5548(2011)01-0084-04

Results and Evaluation of Particle Conjunction Measured by Laser Diffraction Particle Size Analyzer

Tan Lixin¹, Cai Yixiang¹, Yu Zhiming²,
Liang Tairan¹, Lu Xin¹, Xie Huanwen¹

(1. Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou, 510651; 2. College of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: In order to know the effects of difference of hardware and software in different laser particle size analyzers on the measurement results, several kinds of powder samples were chosen to compare by laser particle size analyzers from different companies. The results indicated that the data measured by laser diffraction method exhibited a good repeatability. For spherical or regular particles, the median diameter measured by a majority of instruments could be compared. For irregular particles with wide particle size range, the values of median diameter measured by these instruments were difference.

Key words: laser diffraction; particle size distribution; particle conjunction measurement

在众多的粒径测量方法中, 光散射法是目前为止发展最快应用最广的方法。与其它粒径测量方法相比, 光散射法的适用性广(可以测量固体颗粒、液滴、气体), 粒径测量范围宽广, 测量准确精度高, 重复性好, 测量速度快, 需要知道的被测样品颗粒及分散介质的物理参数数量少, 可实现在线测量。光散射法中又

以激光粒度仪的应用最为广泛^[1-5]。根据国际、国内对激光粒度仪的性能及生产还无规范要求, 不同的激光粒度仪在硬件、软件等方面存在较大差异的现状, 本文中选取 4 种颗粒形状不同的粉末, 采用不同厂家生产的激光粒度仪对同一样品进行测试, 并对测试结果进行分析和评价。

1 测试仪器与样品

本研究中所用的激光粒度分析仪是: 英国马尔文公司的 Mastersizer 2000 型激光粒度仪; 美国贝克曼库尔特公司的 LS 230 型激光粒度分析仪; 日本 HORIBA 公司的 LA-950 型激光粒度分析仪; 珠海欧美克科技有限公司的 LS603 型激光粒度分析仪。

样品: 聚苯乙烯球(国产球形标样)、钨粉、 Al_2O_3 粉、 SiO_2 粉。所有的样品均为干燥的粉末状颗粒, 测试之前在质量分数为 0.2% 的六偏磷酸钠水溶液或去离子水中经过超声波分散处理(测试钨粉时可添加分析纯甘油)。

2 结果与讨论

2.1 测量结果的重复性

重复性是指同一样品经过多次测量, 所得测量结果之间的重合程度, 它是反映仪器精度的一个重要指标。在颗粒测量中, 对一种测试技术或测试仪器性能的评定标准主要就是测量结果的重复性和准确性。目前对激光仪重复性的考核国际上只有指导性的标准, 即连续几次测量同一试样, 样品中位径 d_{50} 值误差在 $\pm 5\%$ 之内, 便认为该仪器合格。

为了研究仪器测试结果的重复性、稳定性, 选取一个样品放入仪器中重复测试 3 次的分析方法进行比较, 分别将以上 4 种粉体试样在不同厂家的激光粒度仪上进行了重复测试。表 1 给出了试样分别在不同仪器上测试得的粒度特征尺寸中位径 d_{50} 值。表中用 A、B、C、D 分别随机代表一个上述公司的激光粒度仪。

图 1 为 4 个粉体样品的扫描电镜图像。图 1(a)为单分散性的聚苯乙烯球标准颗粒, 粉体均为球形且粒径大小很接近, 粒径分布范围很窄; 图 1(b)为形状较

收稿日期: 2010-06-07, 修回日期: 2010-08-15。

第一作者简介: 谭立新(1966-), 女, 工程硕士, 高级工程师, 研究方向为粉体粒度表征技术。电话: 020-61086622, E-mail: tlx2288@163.com。

规则的块状钨粉颗粒,其粒径分布范围不宽;图 1(c) 为不规则形状的 SiO₂ 颗粒,粒径大小相差较大,粒径分布范围较大;图 1(d) 为不规则形状的 Al₂O₃ 粉,高放大倍数下可以看到氧化铝粉体颗粒上有很多的孔隙。用不同型号的激光粒度仪对上述 4 种粉体中同一种粉体进行测试所得的粒度分布曲线见图 2 所示。

从测试结果可以看出:单分散性的标准颗粒聚苯乙烯球($d=(1.43\pm0.07)\text{ }\mu\text{m}$)分别在 A、B、C 3 台激光粒度仪上测量的结果重复性都非常好,这几台仪器各测量 3 次的中位径值完全相同,且测得的中位径 d_{50}

值也在粒径合格范围内,表明这几台激光粒度仪的测量重复性及准确性都很好。仪器 D 测得的中位径 d_{50} 明显偏大,远远偏离了实际粒径值,从扫描电镜图像和图 3(a)的粒度分布曲线状况可推测,可能是因为该标样粒径较小容易团聚,在粒径测试之前未能将粉体颗粒充分分散造成的。

其余 3 种粉末分别在几台激光粒度仪上测得的中位径 d_{50} 值 3 次测量结果的重复性都分别很好,远远小于 $\pm 5\%$ 的误差范围。激光粒度仪测量结果的稳定性还可以从表 1 中标准差上反映出来。仪器 A 的测量

表 1 不同型号激光粒度仪测得的中位径 d_{50} 值
Tab.1 Median diameters measured by different laser particle size analyzers

样品	参数	A 仪器			B 仪器			C 仪器			D 仪器
聚苯乙烯球	$d_{50}/\mu\text{m}$	1.41	1.41	1.41	1.46	1.46	1.46	1.47	1.47	1.47	2.95
	标准差 $\sigma/\mu\text{m}$	0			0			0			/
钨粉	$d_{50}/\mu\text{m}$	10.50	10.50	10.49	10.81	10.74	10.72	10.45	10.44	10.45	10.44
	标准差 $\sigma/\mu\text{m}$	0.005			0.038			0.005			/
SiO ₂ 粉	$d_{50}/\mu\text{m}$	12.63	12.63	12.61	14.68	14.63	14.65	14.53	14.41	14.48	11.13
	标准差 $\sigma/\mu\text{m}$	0.009			0.021			0.049			/
Al ₂ O ₃ 粉	$d_{50}/\mu\text{m}$	5.44	5.44	5.44	6.76	6.80	6.77	8.12	8.06	7.99	7.23
	标准差 $\sigma/\mu\text{m}$	0			0.017			0.053			/

注:D 仪器每个样品只测试了一次。

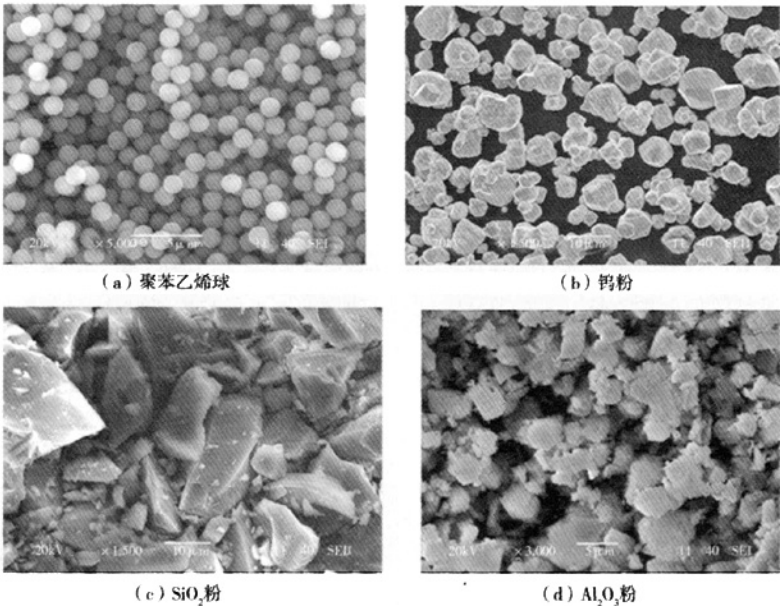


图 1 不同颗粒形貌粉体的扫描电镜图像
Fig.1 SEM images of samples with different morphology

结果标准差最小,比仪器 B、C 小了一个数量级,说明仪器 A 的测量结果重复性、稳定性最好;其次是仪器 B 及仪器 C。总的看来,这几台仪器的测量结果标准差都很小,3 次测量结果之间的偏差远远小于 $\pm 5\%$,说明这几台仪器的测量结果重复性好,这也验证了激光粒

度仪测试结果重复性好的特点。
2.2 不同激光粒度仪测量的中位径 d_{50} 的对比
从表 1 中单分散性的聚苯乙烯球形颗粒在 4 台不同激光粒度仪上测得的中位径 d_{50} 值看,仪器 A、B、C 测量的结果很稳定,与它的标准值($d=(1.43\pm0.07)\text{ }\mu\text{m}$)

颗粒测试与表征

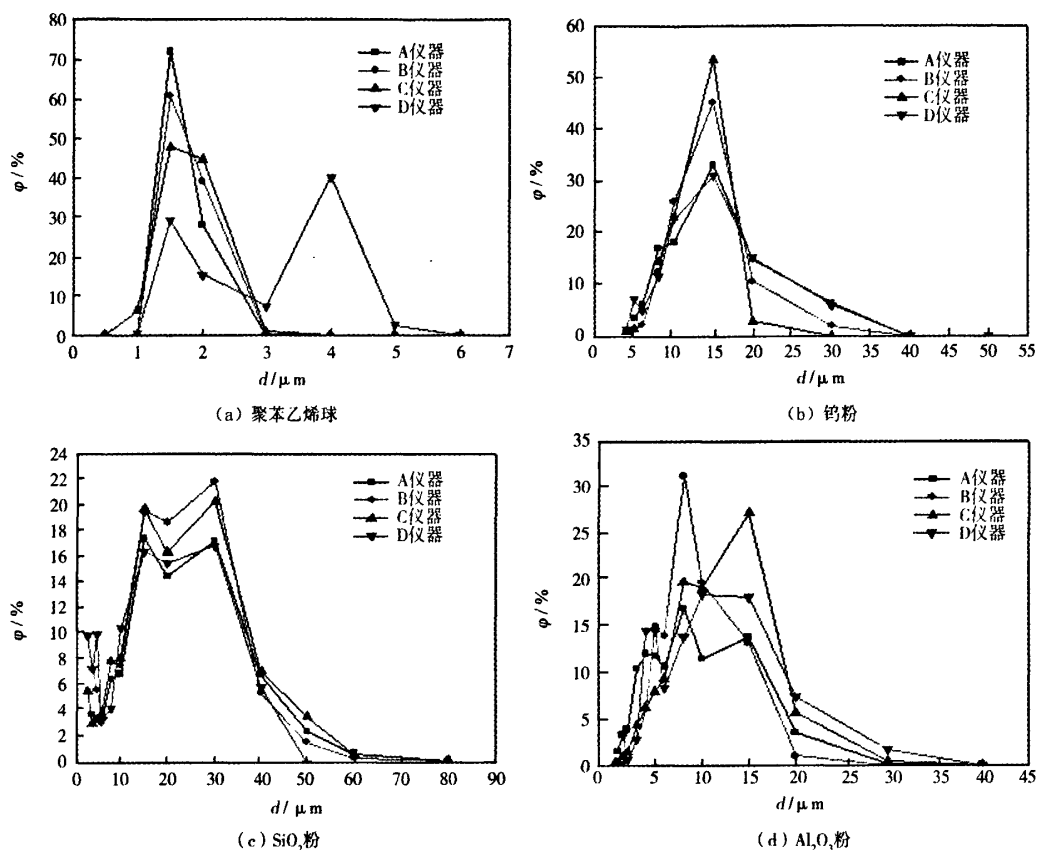


图 3 不同激光粒度仪测得的粒度分布曲线
Fig.3 Particle size distribution curves of different samples measured by different laser analyzer

吻合得很好,4 台仪器的测试结果之间具有可比性;仪器 D 测量的 d_{50} 值偏大很多,从扫描电镜图像和图 3(a) 的粒度分布曲线状况可知,该颗粒粒径在 1~3 μm 的范围之内,参考仪器 D 测试其它粉体的粒度分布曲线结果可以推断,测量结果偏大主要是因为有部分团聚颗粒未能充分分散所致,测量结果偏大是由于人为因素导致,与仪器方面无关。因此可以认为对于粒径分布范围较窄的球形粉体,不同仪器公司的激光粒度仪的测试结果(d_{50} 值)之间具有可比性。

由表 1 中的数据还可知道:对于块状的钨粉颗粒 ($d=4\sim 30\ \mu\text{m}$),4 台激光粒度仪分别测量得的中位径 d_{50} 值在 10.44~10.81 μm 之间,测得的粒径值较接近,各仪器测量结果的相对偏差小于 $\pm 5\%$,这说明不同型号的激光粒度仪对形状规则的粉体颗粒的测量结果还是很吻合,测试的中位径值之间均具有可比性。

不规则形状的 SiO_2 粉 ($d=1\sim 60\ \mu\text{m}$) 和不规则且多孔隙的 Al_2O_3 粉 ($d=0.8\sim 30\ \mu\text{m}$) 在 4 台仪器上测量的结果表明;有的激光仪测试结果接近,如仪器 B 和仪器 C 测得的 SiO_2 粉的 d_{50} 值相符合,但仪器 A 和仪

器 D 测得的 SiO_2 粉的 d_{50} 值比仪器 B 和仪器 C 测得的偏小,测试结果超出了 $\pm 5\%$ 的误差范围,不具备可比性。 Al_2O_3 粉在 4 台仪器上测得的中位径 d_{50} 值均不具备可比性。这说明颗粒的球形度对测试结果有很大的影响,当各粒度仪硬件和软件都存在较大差异时,颗粒的非球形性会使得不同型号的激光仪最后的计算结果之间有差别。所以对一些粒径范围较大且不规则形状的粉体颗粒,部分仪器的测试结果可比;对多孔隙颗粒,在不同公司的激光粒度仪上测试的结果几乎不具备可比性。

2.3 粒度分布曲线的对比

从 4 台不同型号的激光粒度仪对同一种粉体进行颗粒测试所得的粒度分布曲线(图 2)可以看出:各型号的激光仪测量所得的粒度分布曲线是不重合的,各粒度区间的体积分数有差异,峰值相差较大。其中聚苯乙烯、钨粉、 SiO_2 粉的粒度分布曲线,除仪器 D 测试聚苯乙烯时由于人为因素导致粒度偏大外,这几种粉体的粒度曲线的形状大致相同,说明各仪器测得的粒度分布曲线还是有一定的可对比性。多孔隙 Al_2O_3 粉体粒度分布曲线相差最大,4 台仪器测出的曲

线的峰值和峰值所对应的粒径大小差别较大,这说明对于多孔隙的粉体颗粒,不同型号的激光粒度仪测量结果之间差别最大,测得的粒度分布曲线没有可比性。

综上所述,在粉体颗粒得以充分分散的前提下,由表1中激光粒度仪测得的中位径 d_{50} 值分析可知:对粒径分布范围不宽的球形颗粒和块状颗粒,不同型号的激光粒度仪测试中位径 d_{50} 值之间具有可比性;对不规则形状的粉体颗粒,部分仪器的测试结果有可比性;对多孔隙颗粒,不同公司的激光粒度仪上测试的结果不具备可比性。对于粒度分布曲线,除多孔隙粉体颗粒外,各型号激光粒度仪的粒度分布曲线形状大致相同,但各粒度区间的体积分数和曲线峰值有差异。虽然同为目前最先进的激光粒度测试法,各激光粒度仪的硬件和软件配置的不同,会对粉体颗粒的测量结果会带来一定的影响。

3 结论

通过对4台激光粒度仪联测结果的分析 and 对比,得出如下结论:

- 1)激光粒度仪测量结果的重复性、稳定性好。
- 2)对粒径分布范围不宽的球形颗粒和块状颗粒,

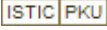
不同型号的激光粒度仪测试结果(中位径 d_{50} 值)之间具有可比性;对不规则形状的粉体,部分激光粒度仪的测试结果之间有可比性。对多孔隙的粉体颗粒,各激光粒度仪测试结果之间无可比性。

3)除多孔隙粉体颗粒外,各型号激光粒度仪测得的粒度分布曲线形状大致相同,但各区间的体积分数和曲线峰值有一定差异。

4)各仪器公司生产的激光粒度仪因硬件、软件等方面不同的原因,致使对粉体粒度测试结果带来一定的影响。

参考文献(References):

- [1] 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
- [2] 谭立新, 余志明, 蔡一湘. 激光粒度法测试结果与库尔特法、沉降法的比较[J]. 中国粉体技术, 2009, 15(3): 60-63
- [3] 喇华璞, 童三多, 施娟, 译. 颗粒大小测定[M]. 3版. 北京: 中国建筑工业出版社, 1984: 197-225
- [4] 李文凯, 吴玉新, 黄志民, 等. 激光粒度分析和筛分法测粒径分布的比较[J]. 中国粉体技术, 2007, 13(5): 10-13
- [5] 张敏. 光散射法测量超细颗粒粒度的研究[D]. 天津: 天津大学, 2005

作者: [谭立新](#), [蔡一湘](#), [余志明](#), [梁泰然](#), [刘辛](#), [谢焕文](#), [Tan Lixin](#), [Cai Yixiang](#),
[Yu Zhiming](#), [Liang Tairan](#), [Lu Xin](#), [Xie Huanwen](#)
作者单位: [谭立新](#), [蔡一湘](#), [梁泰然](#), [刘辛](#), [谢焕文](#), [Tan Lixin](#), [Cai Yixiang](#), [Liang Tairan](#), [Lu Xin](#), [Xie Huanwen](#) (广州有色金属研究院, 广东, 广州, 510651), [余志明](#), [Yu Zhiming](#) (中南大学, 材料科学与工程系, 湖南, 长沙, 410083)
刊名: [中国粉体技术](#) 
英文刊名: [CHINA POWDER SCIENCE AND TECHNOLOGY](#)
年, 卷(期): 2011, 17(1)

参考文献(5条)

1. [张敏](#) [光散射法测量超细颗粒粒度的研究](#) 2005
2. [李文凯](#); [吴玉新](#); [黄志民](#) [激光粒度分析和筛分法测粒径分布的比较](#) [期刊论文]-[中国粉体技术](#) 2007(05)
3. [喇华璞](#); [童三多](#); [施娟](#) [颗粒大小测定](#) 1984
4. [谭立新](#); [余志明](#); [蔡一湘](#) [激光粒度法测试结果与库尔特法、沉降法的比较](#) [期刊论文]-[中国粉体技术](#) 2009(03)
5. [王乃宁](#) [颗粒粒径的光学测量技术及应用](#) 2000

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgftjs201101023.aspx