

§ 6 其他常见粒度测量仪器的原理和性能特点

§ 6.1 颗粒图像处理仪

§ 6.1.1 工作原理

颗粒图像处理仪(简称“图像仪”)是现代电子技术、数字图像处理技术和传统显微镜相结合的产物。它由光学显微镜、CCD摄像机、图像捕捉卡(通常插在计算机的机箱内)和计算机组成,见图19。

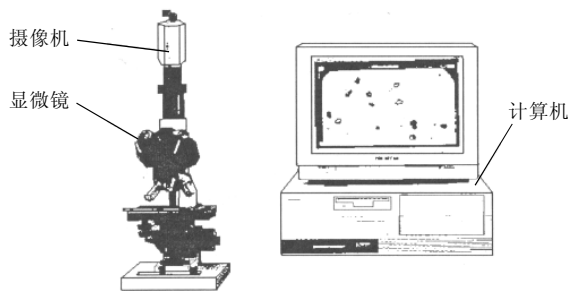


图19 颗粒图像处理仪外形照片

光学显微镜首先将待测的微小颗粒放大,并成像在CCD摄像机的光敏面上;摄像机将光学图像转换成视频信号,然后送给图像捕捉卡;图像卡将视频信号由模拟量变成数字量,并存储在计算机的内存里。计算机根据接收到的数字化了的显微图像信号,识别颗粒的边缘,然后按照一定的等效模式,计算各个颗粒的粒径。一般而言,一幅图像(即图像仪的一个视场)包含几个到上百个不等的颗粒。图像仪能自动计算视场内所有颗粒的粒径并统计,形成粒度测试报告。当测到的颗粒数不够多时,可以通过调整显微镜的载物台,换到下一个视场,继续测试并累计。

§ 2节已经讨论过,一般而言,被测颗粒不是球形的,我们所说的粒径是指等效圆的直径。

在图像仪中,可以根据客户需要取不同的等效方式,例如:等面积圆、等效短径、等效长径等等;这种灵活性是其他原理的粒度仪无法比拟的。下面简单介绍几种等效方式。

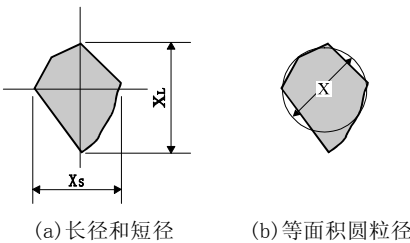


图20 图像仪等效粒径示意图

等面积圆 参考图20(b),图形表示颗粒的投影。设其面积为S,等面积圆直径x,则有

$$S = \pi x^2/4$$

故

$$x = (4S/\pi)^{1/2}$$

等效长、短径 参考图20(a),长径是指连接颗粒边缘上两点的最长对角线,如图中 x_L 。短径则是垂直于长径、连接颗粒边缘相对两点的最长线段,如图中 x_s 。

在图像仪中,待测颗粒经过光学放大,成为光学图像,然后又经过摄像机变成视频图像,中间经过了两次变换。每次变换都使颗粒形貌信息有所损失,对图像仪而言,主要表现为颗粒边缘的逐渐模糊。真实边缘的确认和合理修正,是图像仪技术的关键之一。处理不好时,会造成同一颗粒在不同光学放大倍率下测试结果不同的现象,严重影响测试结果的可靠性。

§ 6.1.2 性能特点

优点:除粒度测量外可以进行一般的形貌特征分析,直观、可靠,既可直接测量粒度分布,也可作为其他粒度仪器测试可靠性评判的参考仪器。

缺点： 操作相对比较繁琐、测量时间长(典型时间为30分钟)、易受人为因素影响, 取样量少, 代表性不强, 只适合测量粒度分布范围较窄的样品。

扩展的功能： (1) 处理电子显微镜图片的功能。(2) 进行高级图像分析的功能。

§ 6.2 电阻法(库尔特)颗粒计数器

§ 6.2.1 小孔电阻原理

电阻法颗粒计数器(以下简称“计数器”)又称库尔特(Coulter)计数器, 是基于小孔电阻原理, 见图21。设小孔内充满电解液, 其电阻率为 ρ , 小孔横截面积为 S , 长度为 L , 当小孔内没有颗粒进入时, 小孔两端的电阻为:

$$R_0 = \rho \frac{L}{S}$$

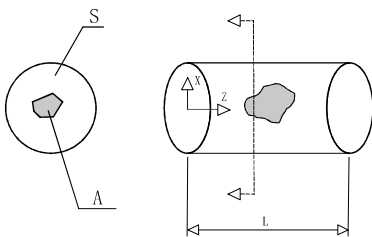


图21 小孔电阻原理示意图

当绝缘颗粒进入小孔, 占去一部分导电空间时, 电阻将变大。设颗粒是形状不规则的, 取小孔的任一轴向位置 z , 在该位置颗粒的横截面积为 A (显然, A 是 z 的函数), 则该截面上小孔的有效导电面积为:

$$S - A(z),$$

故该位置一小段长度 dz 上的电阻值为:

$$dR = \rho \frac{dz}{S - A(z)} = \rho \frac{dz}{S} \frac{1}{1 - A(z)/S}$$

$$= \rho \frac{dz}{S} \left(1 + \frac{A(z)}{S} + \frac{A^2(z)}{S^2} + \dots \right).$$

$$\text{当 } \frac{A(z)}{S} \ll 1 \text{ 时,}$$

$$dR \approx \rho \frac{dz}{S} + \rho \frac{A(z) dz}{S^2}$$

故小孔总电阻:

$$R = \int_0^L dR \approx \rho \frac{L}{S} + \frac{\rho}{S^2} \int_0^L A(z) dz$$

因为

$$\rho \frac{L}{S} = R_0$$

$$\int_0^L A(z) dz = V$$

其中 V 为颗粒体积。故

$$R = R_0 + \frac{\rho}{S^2} \cdot V = R_0 + \Delta R$$

其中, 电阻增量

$$\Delta R = \frac{\rho}{S^2} \cdot V \propto V$$

即电阻增量正比于颗粒体积。

假定颗粒是圆球形的, 直径为 x , 则

$$V = \pi x^3 / 6$$

$$x = (6V / \pi)^{1/3}$$

§ 6.2.2 仪器结构和工作原理

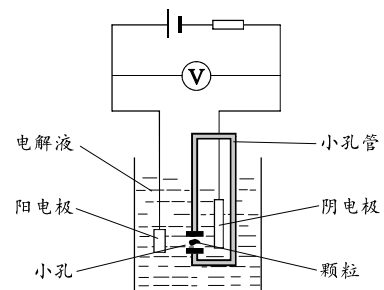


图22 电阻法颗粒计数器原理图

如图22, 小孔管浸泡在电解液中。小孔管内外各有一个电极, 电流可以通过孔管壁上的小圆孔从阳极流到阴极。小孔管内部处于低气压

状态，因此管外的液体将源源不断地流到管内。测量时将颗粒分散在液体中，颗粒就跟着液体一起流动。当其经过小孔时，两电极之间的电阻增大。当电源是恒流源时，两极之间会产生一个电压脉冲，其峰值正比于小孔电阻的增量，即正比于颗粒体积；在圆球假设下，脉冲峰值电压可换算成粒径。仪器只要准确测出每一个电压脉冲的峰值，即可得出各颗粒的大小，统计出粒度分布。

§ 6.2.3 性能特点

优点：

(1) 分辨率高：由于该仪器类似于图像仪，是一个一个地分别测出各颗粒的粒度，然后再统计粒度分布的，所以能分辨各颗粒之间粒径的细微差别。分辨率是现有各种粒度仪器中最高的。

(2) 测量速度快：测一个样品一般只需15秒左右。

(3) 重复性较好：一次要测量1万个左右的颗粒，代表性较好，测量重复性较高。

(4) 操作简便：整个测量过程基本上自动完成，操作简便。

缺点：

(1) 动态范围较小：对同一个小孔管(对应于一个量程)来说，能测量的最大和最小颗粒之比约为 20:1，例如，对100mm的小孔管只能测量粒径2~40mm的颗粒。

(2) 容易发生堵孔故障：当样品或电解液(一般为生理盐水)中含有大于小孔的颗粒时，小孔就容易被堵住，使测量不能继续进行。虽然新型的计数器具有自动排堵功能，但测量进行到一半被迫停下来排堵，毕竟影响了测量的顺畅。

(3) 测量下限不够小：理论上只要小孔足够小，就能测到任意小的颗粒。实际上不然。小孔越小，越容易堵孔，对电解液的杂质含量要求就越严，有时甚至空气中飘浮的尘埃掉进电解液，就会引起堵孔。现实中能用的小孔管最小孔径为 60mm左右，因而测量下限为1.2mm左右。

§ 6.3 沉降仪

在激光粒度仪出现以前，沉降仪曾经是最流行的粒度测量仪器，它是通过测量分析颗粒在液体中的沉降速度来检测粉体的粒度分布的。常见的沉降仪有移液管、沉降天平、沉降管、光透重力沉降仪、光透离心沉降仪、X线扫描式沉降仪等，其中光透重力沉降仪和光透离心沉降仪已经实现了智能化，目前还比较流行，本小节主要介绍这两种仪器。

§ 6.3.1 沉降仪的基本原理

——Stokes定律

Stokes 定律告诉我们，在重力场中、在合理的粒径范围内，球形颗粒在液体中的沉降速度为

$$v = \frac{(\rho_s - \rho_f) g x^2}{18\eta}$$

或者

$$x = \sqrt{\frac{18\eta v}{(\rho_s - \rho_f) g}}$$

式中， v 表示颗粒的沉降速度， x 表示颗粒直径， ρ_s 和 ρ_f 分别表示颗粒和沉降液的密度， g 表示重力加速度， η 表示液体的粘度系数。可见我们只要能测得颗粒的沉降速度，就可知道颗粒直径。

需要注意，上述公式成立的条件是：

(1) 颗粒足够小，其沉降的雷诺数小于0.2。所谓雷诺数就是颗粒在流体中运动时惯性力与粘滞力之比。以非金属矿粉末为例，在重力沉降条件下，在20℃的水中，粒径不能超过大约60μm，否则雷诺数就会超过0.2，从而使Stokes定律失效。

(2) 颗粒不能太小，否则颗粒在沉降介质中的布朗运动会较明显地干扰沉降过程。设密度为2的颗粒在21℃的水中，当直径为1mm时，布朗运动的速度为0.745mm/sec，而重力沉降速度为0.554mm/sec，前者大于后者。这时不能再使用Stokes定律测量粒度。

(3) 颗粒浓度不能太高，否则颗粒间的相互作用会干扰沉降过程。研究表明，颗粒直径不能超过两个相邻颗粒间中心距的1/10。

§ 6.3.2 沉降速度的光透法测定：Beer定律

沉降式粒度仪是通过测量颗粒的沉降速度来测量颗粒大小的。不同种类的沉降仪，采用不同的方法测量沉降速度，例如，沉降管根据收集管内颗粒的堆积高度随时间的变化测量沉降速度，沉降天平根据天平托盘上颗粒的重量随时间的变化测量沉降速度。用光透法测量沉降速度是目前比较流行的方法，本小节主要介绍这种方法。

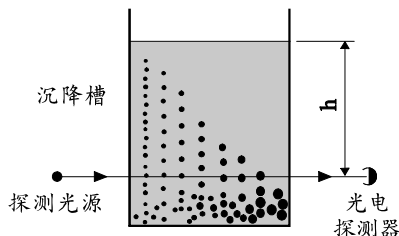


图23 光透沉降法示意图

参考图23，沉降池内充满沉降液和被测粉末的混合液，在液面下的一定位置，有一束平行于液面的探测光透过混合液。我们把液面至

探测光束的距离称为沉降高度 h 。透过混合液的光强被一个光电探测器测量，其输出的电信号送给后续的电脑处理。当混合液刚配制好时(t_0 时刻)，池内的混合液是均匀的。随着时间的推移，池内颗粒逐渐下沉，并且粗颗粒的下沉速度比细颗粒快。当混合液表面的最大颗粒沉到探测光束以下后，探测光路附近区域的颗粒浓度逐步减小，光线的透过率逐步变大，光强变强。

Beer定律指出，透过沉降池的光强与入射光强、颗粒直径及颗粒浓度之间的关系如下：

$$\log(I_i) = \log(I_0) - K \int_0^\infty n(x) x^2 dx,$$

式中： K 表示与沉降池厚度、玻璃的透光率、消光系数等因素有关的常数； $n(x)$ 表示单位体积的混合液、单位粒径区间内粒径为 x 的颗粒个数； I_0 表示沉降槽内只有沉降液，没有被测颗粒时探测器接收到的光强； I_i 表示加入待测颗粒后探测器接收到的光强。

上式可改写为：

$$\begin{aligned} \log(I_0) - \log(I_i) &= K \int_0^\infty n(x) x^2 dx \\ &\approx K (n_1 x_1^2 + n_2 x_2^2 + \dots + n_m x_m^2) \end{aligned}$$

式中，我们将连续的积分用离散的累加来近似， $n_i = n(x_i) \Delta x_i$ ($i=1, 2, 3, \dots, m$)，表示单位体积混合液内粒径为 x_i 至 x_{i+1} 的颗粒个数， $\Delta x_i = x_{i+1} - x_i$ ， x_1 和 x_m 分别表示被测样品中颗粒的最大和最小直径。按照Stokes定律，同一大小的颗粒，在液体中有同样的沉降速度，因此对初始均匀分布于沉降池中的某一大小的颗粒来说，当位于沉降液液面上的颗粒沉到探测光束以下后，这种大小的颗粒就全部降到探测光束以下。在沉降开始后的 t 时刻，若某一粒度的最后一个颗粒越过探测光束，则该颗粒的沉降速度为

$$v = h/t$$

据此由Stokes定律可算出该种颗粒的粒径 x 。当样品中的最大颗粒通过探测光束后，有

$$\log I_0 - \log I_i(t_1) = K (n_1 x_1^2 + n_2 x_2^2 + \dots + n_{m-1} x_{m-1}^2)$$

当直径为 x_{m-1} 的颗粒通过探测光束后，有

$$\log I_0 - \log I_i(t_2) = K (n_1 x_1^2 + n_2 x_2^2 + \dots + n_{m-2} x_{m-2}^2)$$

当直径为 x_2 的颗粒通过探测光束后，有

$$\log I_0 - \log I_i(t_m) = K (n_1 x_1^2)$$

将上述各式两两相减，可得

$$(\log I_i(t_1) - \log I_i(t_2)) x_m = K' w_m$$

$$(\log I_i(t_2) - \log I_i(t_3)) x_{m-1} = K' w_{m-1}$$

$$(\log I_i(t_{m-1}) - \log I_i(t_m)) x_1 = K' w_1$$

式中， $K' = 6K/\pi$ ，仍为常数； $w_i = n_i x_i^3 \pi/6$ 表示直径为 x_i 的颗粒重量。由于我们关心的是各种大小颗粒的相对重量，所以 K' 可以通过归一化求得，这样就可得出粒度分布

$$w_1, w_2, w_3, \dots, w_m。$$

§ 6.3.3 离心沉降法

根据沉降原理，细颗粒沉降的速度慢，因此测量细颗粒需要较长的时间，例如30mins. 甚至更长。另外细颗粒在沉降过程中受对流、扩散、布朗运动等因素的影响较大，致使测量误差变大。为解决以上问题，人们在沉降光透法中引进离心方法，即将沉降槽置于高速旋转的圆盘中，使池内的颗粒在离心力作用下以较快的速度沉向池底，从而缩短测量时间，提高测量精度。

力学原理告诉我们，当转盘旋转的角速度为 w ，沉降池离转盘中心距离为 r 时，质量为 m 的颗粒受到的离心力为

$$F = m \omega^2 r，$$

故离心加速度为

$$c = \omega^2 r，$$

离心沉降时离心机转盘的典型转速为1000转/分，沉降池离中心的距离为10cm，由此可得 $c=1096 \text{ m/s}^2$ ，远远大于重力加速度 $g (=9.8 \text{ m/s}^2)$ ，故可显著加快沉降速度，并且重力加速度的影响可以忽略不计。此时，只需以 $w^2 r$ 代替Stokes公式中的 g ，就可移用重力沉降中的所有公式。

离心沉降仪的理论测量下限为 $0.1 \mu\text{m}$ 。

§ 6.3.4 性能特点

优点：

- (1) 造价较低，
- (2) 目前还比较流行。

缺点：

- (1) 操作较麻烦，往往要根据不同的粒度范围配置不同的沉降液；
- (2) 测量结果容易受环境温度，操作手法等因素的影响，实际重复精度较低。