

论文二

粒度仪性能评价方法探讨

内 容 简 介

本文首先提出了“不应该用‘准确性’作为评价粒度仪性能的重要指标”的观点，并进行了论证。提议用（1）重复性、（2）真实性、（3）易操作性、（4）测量（动态）范围等指标组成粒度仪性能的评价指标体系。文章最后指出用户对粒度仪性能认识上的几个误区：

（1）“以洋为准”、（2）“先入为准”、（3）能不能“测最大粒”等。

粒度仪性能评价方法探讨

张福根

(珠海欧美克仪器有限公司 广东 珠海)

一. 引言

本文将探讨的粒度仪是指用来测量粉体颗粒、液体雾滴或液体悬浮颗粒的粒度大小的仪器,可以是激光粒度仪、沉降仪、电阻法(库尔特)计数器等等。在我国,粒度仪在各相关行业的普及还刚刚起步,加上粒度测量的间接性、复杂性和抽象性,广大用户对粒度仪的了解还很少,难以对粒度仪的性能作出正确、科学的评价;甚至有些粒度仪的研制和生产单位对粒度测试的一些基本问题也没考虑透彻,这必将影响我国粒度仪的使用和制造水平的提高,从而对相关行业的技术进步和经济效益造成负面影响。

作者根据多年来对激光粒度仪、图像处理仪、沉降仪和电阻法(库尔特)颗粒计数器的研究、生产和用户服务体会,结合各应用行业反馈的信息,试图提出一套粒度仪性能的评价指标和方法,以促进我国颗粒测试技术的进步。由于是初次尝试,疏漏和不当之处在所难免,请各位专家、同行和用户指正。

二、粒度仪器的准确性问题

准确性是指测量值相对真值的偏差;偏差的绝对值越小,就说测量的准确性越高。因此通常的测量仪器都有“准确性”这个指标。然而粒度测量仪器却是个例外,因为在绝大多数情况下,粉体粒度事实上没有真值,所以对它的测量也谈不上“准确性”。

一个粉体样品是由成万上亿个单个颗粒组成的。粒度是对样品颗粒大小的整体描述,通常用一个分布函数来表示(实际测量中,用粒度分布表或粒度分布曲线表示),这个函数称为粒度分

布(函数)。在同一个粉体样品中,各个颗粒的大小是互不相同的;除了球状颗粒这一特例之外,各个颗粒的形状往往也互不一样。单个颗粒的大小称为“粒径”。(微分)粒度分布是指单位粒径段上对应于该粒径的颗粒重量或数量。因此粒度测量的基础是粒径或颗粒大小。如果颗粒是圆球形的,那么粒径就是直径。其真值是明确的。然而对于占粉体材料绝大多数的形状不规则的颗粒而言,粒径的真值是什么呢?文献(1)作了如下定义:“通过颗粒重心,连接颗粒表面两点之间的线段的大小。因此,在这种情况下,直径不是单一的,而是一个分布,即连续地从一个上限值变化到一个下限值,这时的粒径只能是所有这些直径的统计平均值。……因此,对于一个给定的非球状颗粒,其粒度值还和计算的平均方法有关。这里已经从理论上指出了“粒径”值的不确定性。

在实际的粒度测量操作中,我们不可能如上述理论那样去测量或定义粒径。我们是用等效粒径这一参数去描述颗粒大小的,其定义是:“当被测颗粒的某种物理特性与某一直径的同质球体(组合)最相近时,就把该球体的直径作为被测颗粒的等效粒径^[2]。当然,如果被测颗粒是圆球形的,则等效粒径就是其真实直径。不同原理的仪器,采用不同的物理特性作为等效时的参考量^[3],例如,激光粒度仪利用颗粒对光的散射特性,沉降仪利用沉降速度,电阻法(库尔特)计数器用电压脉冲高度等等。既然作等效参考用的物理特性不同,就必然造成等效结果的不同,即粒径值的不同。甚至会出现一个颗粒等效于一组球体组合的现象^[3]。到底以那一种结果为准呢?或者说那一个代表真值呢?谁都不能说是,也不能说谁不是。

从更基本的角度上看,不规则物体客观上就不存在“直径”。所谓的“直径”都是人为定义

的。定义不同，“真值”就不同，不存在通常意义上的“真值”。没有通常意义上的“真值”，就谈不上测量的“准确性”。

如果非要使用“准确性”指标不可，只能对不同类型的仪器、不同形貌特征的粉体样品，分别给出其标准值作为“真值”，以统一粒度测量的数值；但这样做的工作量是巨大的，要得出为各方所认可的结果也很困难。

三、评价粒度仪性能的主要指标

粒度仪的用户在比较和选购粒度仪时，最关心的是性能价格比。在性能方面，用户首先想到的是测得准不准。上一节已经阐明，粒度测量不存在“准”这个概念，那么还有哪些指标可以衡量粒度仪性能呢？作者认为以下指标对粒度仪是非常重要的，即重复性、真实性、易操作性和测量范围。下面分别加以论述：

1. 重复性：重复性指的是仪器对同一样品进行多次测量所得结果的重复误差；误差越小，表示重复性越好。粒度仪的重复误差有其特殊性，表现在：

(a) 粒度仪测得的基本结果是粒度分布，是一组数，而不是一个数。从道理上说要考察每个数的重复误差，才能全面评价仪器的重复性。然而这样做是很繁琐的、也不能给人以明确的结论。所以现行的激光粒度仪国际标准建议，用 D_{50} （或 $D(4, 3)$ ）、 D_{10} 和 D_{90} ，即平均粒径，下限粒径和上限粒径的重复性来衡量仪器的整体重复性，作者认为这一评价方法也适用于其他粒度仪。

(b) 一般来说样品的分布宽度越宽，则重复性越差。如果有人告诉你，他的仪器重复误差小于1%，而不说明样品的分布宽度，处于量程的哪一段？是哪项指标？那么这种说法是不负责任的，甚至有商业欺诈的嫌疑。激光粒度仪的现行国际标准推荐，如果用分布宽度小于10（即最大粒与最小粒之比）或分布的标准偏差小于50%且粒度

处于仪器量程的中段的样品作检验样品，只要 D_{50} 的重复误差小于 $\pm 3\%$ ， D_{10} 和 D_{90} 的重复误差小于5%，那么仪器就是合格。另外还指出，如果粒径小于10mm，那么上述指标可以翻倍。后面对小粒子的补充说明是考虑到粒径越小，在绝对误差相同的情况下相对误差就越大。

(c) 上述方法的误差还包含了取样和样品预处理的误差。就是说即便仪器本身没有任何误差，不同次取样的测量结果也会有差别，这主要是因为不同次取样是有差别的，分散条件也不尽相同。为考察仪器重复性的真实情况，应设法减小取样和样品处理误差。

2. 真实性：前文谈到粒度测量不宜引用“准确性”这指标，但不意味着测量结果可以漫无边际地乱给，如果这样就失去了测量的真实性。不同仪器之间测量结果的差别，应在合理的范围之内。何谓合理？目前还没见有系统的研究，但有一些零星的结论，例如：各种原理的粒度仪对标准球形颗粒的粒度测量结果都应该一致；激光粒度仪测量的结果有一个合理的分布展宽^[3]等等。也有一些测量结果不真实的例子，比如非针状颗粒过筛后测得的粒径上限，比筛孔直径大3~7倍；测量10mm单分散的球形标准粒子时，在1mm附近出现一个分布峰^[4]；测量下限为0.1mm的仪器却不用米氏散射理论等等。

3. 易操作性：仪器是否便于操作，是其性能好坏的重要软指标之一。

4. 测量范围：测量范围（又称量程）是衡量仪器性能的重要指标。粒度仪的量程一般用测量上限与下限之比来表示，例如(1000:0.5)，(200:0.2)；也可表达为0.5~1000，0.2~2000等。有时见到有的仪器用“0~XX”来表示，是不妥当的。因为0代表无限小，哪一种仪器也不可能测到无限小。

粒度仪的量程有两种不同的意义，一指全量程，二指分段量程，一般仪器在性能介绍中都强调其全量程。但事实上早期的激光粒度仪，如

Marlven 的早期产品，都是分段测量的，现在还有部分国产粒度仪也有分段的。在全量程一样的情况下，只用一档就可以测完全量程显然比分段测要方便得多。

相对来说测大颗粒要比测小颗粒容易，例如激光粒度仪只要把付里叶透镜的焦距拉长，就能测到较大的颗粒。测小颗粒就要难得多。对激光粒度仪而言，当粒径小于0.2mm时，单光束照明的前向散射光能分布基本上是不变的，所以只能接收前向散射光的仪器不可能测到0.2mm 以下的粒子。又如沉降仪，如果只采用重力沉降，那么当粒径小于2mm时，布朗运动对沉降过程的影响已达到难以忽视的程度，如果用来测更小的颗粒，会有很大误差，或根本不可能。

对用户来说，要验证测量下限是困难的，原因是多数情况下用户不知道自己的产品的粒径下限究竟是多少。用户应尽可能多地理解仪器的原理，并要求制造商解释他是如何去扩展测量下限的，然后用户根据自己掌握的知识判断制造商解释的可信程度。

四、对仪器性能认识上的误区

在同用户的长期接触中，我们发现用户对仪器性能的认识有几个误区，分别叙述如下：

1. “以洋为准”的误区：很多人都想当然地认为外国的仪器一定比国产的好。国产仪器测得的结果与进口仪器的结果不同时，就会很肯定地认为国产仪器不准。其实不一定。以激光测粒技术为例，我国经过近二十年的发展，基本性能与国外相比已不差上下，差距只在外观及附件的齐全和完备上。相反地，国外的早期产品的性能就比不上国产的新产品；国外的最新产品如果使用和维护不当，也测不出可靠的结果，下面举两个例子：

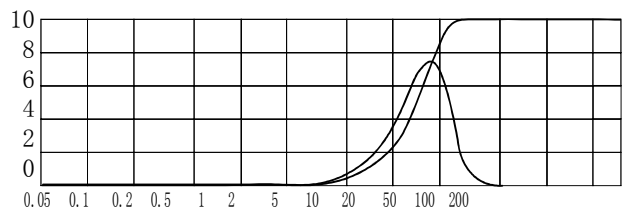
(1) 谁测的上限粒径更真实？欧美克的 LS-CWM(I) 型仪器与某国外仪器在某水煤浆厂作对

比实验。结果欧美克仪器测得的上限 D_{99} 就是没有进口仪器那么大。该厂当然认为是欧美克的仪器不好，测不到粗颗粒。后来我们让被测水煤浆先过160目(97mm)的筛，测筛下物。

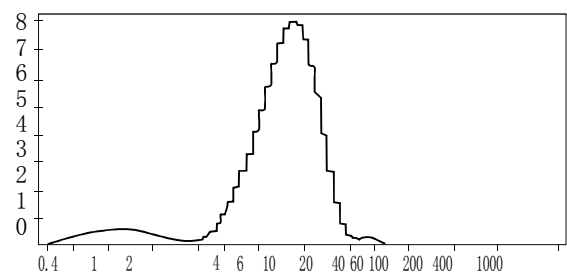
欧美克的结果是： $D_{99}=121.5\mu\text{m}$

国外仪器的结果是：500~700 μm 尚有2.60%考虑到煤粉颗粒有少量侧身通过筛孔的情况，欧美克的结果显然更加符合真实情况。

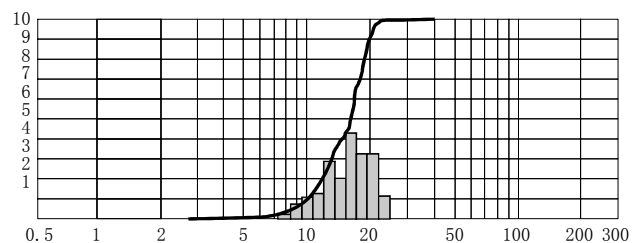
(2) 真的有这条尾巴吗？欧美克LS800型仪器在某军工厂与某国外仪器作对比。样品是国外仪器自带的标准样。图(a)表示欧美克800型仪器的结果，图(b)则表示国外仪器结果。相比之下后者在1mm附近多出一个小峰。谁对谁错？图(c)是欧美克图像仪的结果，并没有小峰。由于图像处理方法测颗粒属于直接方法，对某区间“有”还是“没有”颗粒的判断非常可靠。所以图(c)表明国外仪器给出的小峰实际上是不存在的。这种“无中生有”是国外仪器使用了衍射模型的缘故^[4]。



图(a) 欧美克激光粒度仪测试结果



图(b) 某国外激光粒度仪测试结果



图(c) 欧美克图像仪测试结果

2. “先入为准”的误区：人们在潜意识中总认为先接受的东西就是正确的。粒度测量中比较典型的例子是碳酸钙的双90中的粒度指标，即小于2mm的颗粒要多于90%。实际上这一指标是针对沉降仪来说的。在正常条件下(合适的遮光比，不加人为的坐标移动)，激光粒度仪测的结果肯定比这个结果要粗，即达不到90%，这时用户就会说激光粒度仪不准。实际上2mm附近或以下的颗粒由于受布朗运动影响，用沉降法测量时下沉的平均速度比 Stokes公式预言的速度要低，因此测量结果并不是真正意义上的沉降结果。要说不“准”，应该是原来的“90”不准（即测试条件偏离了Stokes原理要求的条件），正确结果本该小于“90”。

3. 最大粒测量：在有的行业(例如磨料)，很关心最大粒。经常问：你的仪器能否测最大粒，或者说“某某”仪器能测量最大粒。实际上最大粒是测不到的。任何一个样品的粒度分布都是有一定的宽度的。即小颗粒、中颗粒、大颗粒按一定的比例(概率)分布着。按照概率论，再大的颗粒都可能存在，只是出现的概率极低而已。所以理论上的最大粒是无限大。要想测到某一产品的最大粒，就要把粉体产品的颗粒都拿来测才能办到。否则，因为最大粒出现的概率近乎零，只测少量的样品是不可能具有代表性的。因此可以说，最大粒的提法本身就不科学。

最大粒事实上是不能测量的。你如果想表达粉体产品的粒径上限，应该用 D_{90} 、 D_{95} 、 D_{97} 、 D_{99} 等等(如果是从小到大累积)来表示，不过应该清楚下标越大，测量值的可靠性也越差，误差越大。如果最大粒需要特别关注，应该通过生产工艺控制。

五、 结 束 语

本文尝试提出一套能用来客观、科学地描述粒度测量仪器性能的指标体系。文中特别讨论了“准确性”问题，认为在粒度仪中引用这一指标是不具有一般意义的。最好改用“真实性”代替“准确性”。“真实性”如何定义还有待完善。本文还指出了使用者评价粒度仪的若干误区。

参考文献

- [1] 胡荣泽，等. 粉末颗粒和孔隙的测量，冶金工业出版社，1982， P4.
- [2] 张福根，等. 粒径测量及用于磨料的各种颗粒仪器，中国粉体技术，2000，6(1).
- [3] 张福根，等. 棒状和片状颗粒在激光粒度仪中的等效粒径<一>、<二>，中国颗粒学会首届年会论文集，1997.
- [4] 张福根，等. 用激光散射法测量大颗粒时使用衍射理论的误差，粉体技术，1996，2(1).