

实验十二 粉体细度及粒度组成测定

一、实验目的

了解 NSKC-1 粒度分析仪的工作原理，通过实验掌握粉料的细度及粒度组成的测定方法，并分析了解对测试结果有影响的相关因素。

二、实验装置

主要仪器 NSKC-1 粒度分析仪、CSF-1A 型超声波仪、韦式液体比重天平和粘度计等。

三、测量原理

本仪器采用光透法重力及离心沉降原理进行粒度分析。

1、沉降法原理

颗粒在液体中沉降过程符合 STOKES 定律，其沉降速度由下式表示：

$$V_s = \frac{x^2(\rho_s - \rho_f)g}{18\mu} \quad (1)$$

式中 x : 粒子直径(mm); g : 重力加速度(cm/sec²);

ρ_s : 粒子密度(g/cm³); μ : 液体粘度(cm/sec²);

ρ_f : 液体密度(g/cm³);

通过上式可以求出颗粒沉降速度和颗粒直径的关系。

2、光透法原理

如给定沉降高度，可测量相应不同颗粒大小的不同沉降时间与光透过量的关系，此时光透过量和浓度的关系符合 LAMBERT-BEER 定律，即：

$$\log I = \log I_0 - k \int n_x x^2 dx \quad (2)$$

式中: k : 仪器常数;

n_x : 在光路上存在的直径为 X 的颗粒个数;

I_0 : 纯液体介质时光的透过量;

I : 加样品介质时光的透过量。

根据(1)式把时间换算成颗粒直径，根据(2)式可求出那一时间的光透过率对数，这样可

测量出颗粒直径与光透过率的关系曲线, 图1为 $\log I$ 与 X_i 的关系曲线, 在较大颗粒粒径条件下可忽略消光指数的影响故可进行以下处理:

$$W_i = X_i * \Delta \log I_i$$

$$\sum W_i = \sum (X_i * \Delta \log I_i)$$

$$W_i \% = \frac{W_i * 100\%}{\sum W_i}$$

$$p_i = 100 - \sum W_i$$

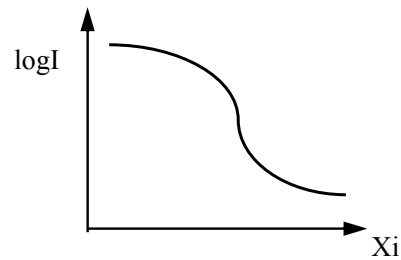


图1 $\log I$ 与 X_i 关系

便可求出粒度分布结果。

如果测量颗粒较小则要考虑消光系数的影响, 为准确地测量采用校正消光系数的方法, 考虑消光系数的解析基本公式为:

$$\log I = \log I_0 - k \int k_x n_x x^2 dx \quad (3)$$

式中: k : 常数;

k_x : 吸光系数, 是粒子直径的函数。

k_x 由于装置的结构而发生变化, 光透射式粒度测定仪的 k_x , 采用平均粒子直径和吸光系数(校正系数)的积来表示, 故实际计算时, 要乘以校正系数进行校正。本仪器已进行了校正处理。

3.离心法原理

由上述 STOKES 沉降公式可知沉降速度和颗粒直径的平方成正比, 故颗粒越小, 沉降速度就越慢, 测定的时间就会大大地加长, 而且当颗粒太小时, 其布朗运动显著干扰沉降, 所以采用离心机进行离心沉降可很好解决小颗粒的测试问题。

离心时间为:

$$T = \frac{18\mu}{(\rho_s - \rho_f)x^2\omega^2} \ln \frac{r}{s} \quad (4)$$

式中: r : 离心机轴心至测试点的距离;

x : 粒径;

S : 离心机轴心到沉降槽液面的距离;

ω : 离心机角速度。

四、实验步骤

首先，插上电源插头，按下电源开关。这时电源灯亮，uA 表有指示。然后接上微机接口电缆，按下微机的电源开关 ON，进入 windows 窗口，用鼠标点击测量系统图标 NSKC。进入测量系统窗口(下图):

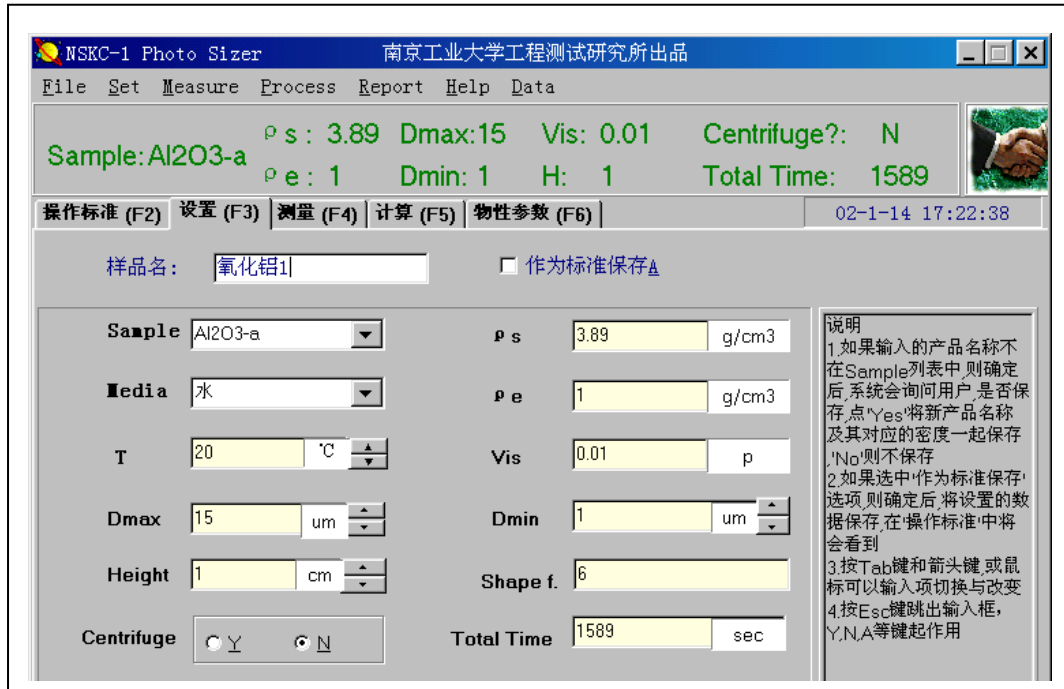


图 2 测试系统设置窗口

可选择:

- ① 点击操作标准或按 **F2** 进入操作标准;
- ② 点击设置或按 **F3** 进入设置;
- ③ 点击测量或按 **F4** 进入进行测量;
- ④ 点击计算或按 **F5** 进入计算对测量结果进行计算处理和计算结果列表、输出。

进行粒度分析，必须先进入设置状态，然后再进入测量状态，最后进入计算，列表。

1. 设置参数

启动时进入或按 **F2** 键或点击鼠标进入。


屏幕窗口中样品名称框:

可以输入样品名名称和相关序号，用于在报表中的名称，不一定是化学名可以输入任意的字符，如 L1，或默认原值。

屏幕窗口中样品种类框:

可以点击 ，选择下拉框中样品的化学名，对应的 ρ_s 密度框中的数值也随着改变。也可以输

入表中没有的化学名(中文和英文任意字符均可)。

屏幕窗口中粉体密度框: 

可以输入颗粒的真密度数值, 也可由样品种类表带入。

屏幕窗口中介质名称框: 

选择、输入沉降介质名称, 其下拉框中已有的介质名称, 计算机中已经存有普通介质常用温度下的粘度值。

屏幕窗口中温度框: 

显示沉降介质(液体)的温度, 可以用鼠标和键盘改变。用鼠标点▲▼可以增加减少温度值, 也可以用鼠标点温度框后或用 Tab 键使得温度框变蓝色后, 按方向键改变。如系统存有该种介质的粘度值, 在粘度框 Vis 中对应值就会随之变化。若没有可靠的粘度值, 系统就给与提示。则要在粘度框 Vis 中输入相应的粘度值

屏幕窗口中粘度框: 

可以用鼠标点击后或用 Tab 键使得框中变蓝色后, 输入沉降液的粘度值, 单位为泊。

屏幕窗口中介质密度框: 

可以用鼠标点击后或用 Tab 键使得框中变蓝色后, 输入沉降液的密度值, 或默认值。

屏幕窗口中大粒径框: 

显示要测的大粒径, 可以用鼠标和键盘改变。用鼠标点▲▼可以增加减少, 也可以用鼠标点框后或用 Tab 键使得框中变蓝色后, 按方向键改变。改变最大粒径时, 相应的沉降高度、测量时间会发生变化。

屏幕窗口中小粒径框: 

显示要测的小粒径, 可以用鼠标和键盘改变。用鼠标点▲▼可以增加减少, 也可以用鼠标点框后或用 Tab 键使得框中变蓝色后, 按方向键改变, 改变小粒径时, 相应的测量时间, 是否离心随之改变。

屏幕窗口中沉降高度框: 

显示需要的沉降高度。可以用鼠标和键盘改变。用鼠标点▲▼可以增加减少, 也可以用鼠标点框后或用 Tab 键使得框中变蓝色后, 按方向键改变。沉降高度的确定由沉降工况和分析粒径范围要求, 以及沉降槽来确定。一般选默认值, 也可输入实际选择的沉降高度。

屏幕窗口中形状系数框: **Shape f.** 6

可以用鼠标点击后或用 Tab 键使得框中变蓝色后, 输入颗粒的形状系数值, 球形颗粒为 6。形状系数是用来测量计算比表面积的, 实际的粉体形状系数需要通过测量标定来确定。

屏幕中离心与否选择: **Centrifuge** Y N

可以用鼠标点击选择和按键 Y、N, 中心有黑点的为选中。相应的测量时间, 随之改变。

屏幕中设置确定按钮: **确定** **确定**

设置完成用鼠标点击确定按钮转入测量, 或用 Tab 键使得确定按钮上有一个虚框(按钮右图)后按 Enter 即可转入测量。

将测定设置存为标准设置: 作为标准保存A

如果想要将测定设置作为标准测试设置, 用鼠标在框中点击, 作为标准保存A 框中现N或直接按 A键也可; 或用 Tab 键使得作为标准保存 A上有一个虚框按 Enter即可。

2.测量

a.测量空白

由设置进入或按 F4键进入, 等待几秒后进入以下窗口。

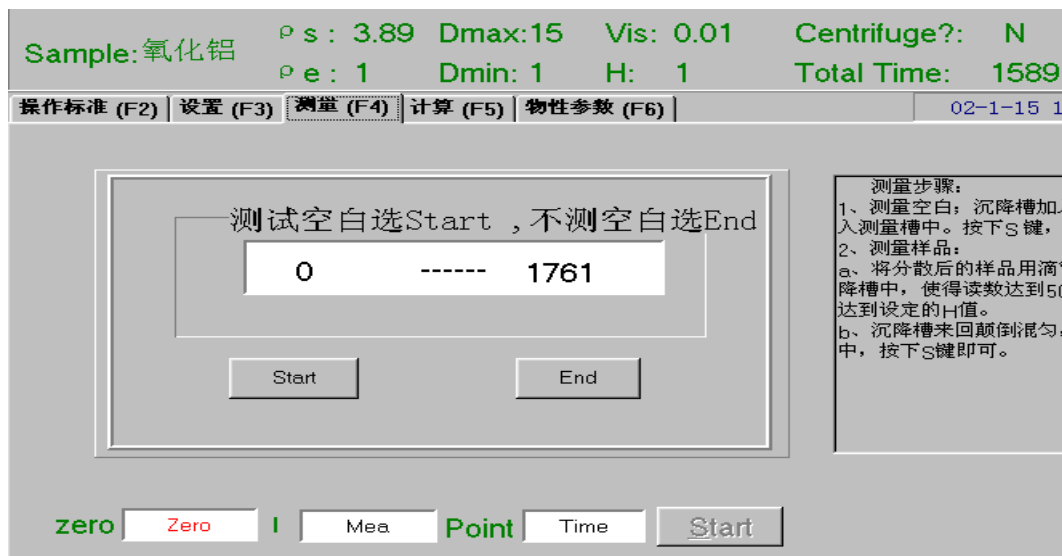


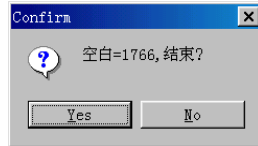
图3 测量窗口图

屏幕窗口提示见上图,框中左侧的数字表示测点数(数字不变时表示在测量准备状态, 即仅作测量, 不计, 不计算也不存储); 右面为测量值。未用鼠标点 **Start** 前, 点数不变, 而测量正常时在测量值最后一位上有 1~2 个字的跳动。

测量空白用鼠标选 **Start**,或按 S 键, 进行空白测量。

若已经测过空白，不想再测，可用鼠标选 **End**，或按 **E** 键，表示仍用上次测量所用空白值。

当放入装有清洁的沉降液的沉降槽放入后，按 **S** 键，这时测量点数从 1 开始增长，直



到 20 为止。然后显示测得的空白值：用鼠标点击 Yes 键，或按 Y 键认可；若觉得有问题，可用鼠标点击 No，或按 N 键返回。

在测零点状态下，可以调整系统零点和满度。其方法是：用一个不透光的物体插入检测槽，完全遮住检测光，然后用起子调节零点电位器，使计算机显示的数字尽可能的接近 0。拿掉遮光物体，用起子调节满度电位器，使计算机显示的数字在 1600~1800 之间。

若对以上设置参数和空白测量不满意，仍可在主窗口上选择设置，重新设置参数和测量空白值。

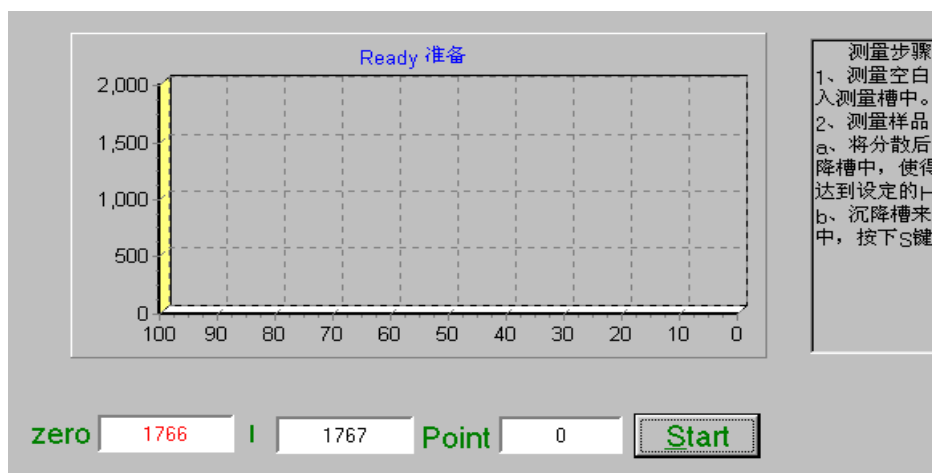
空白测试完成后方可进入测量，显示见下页图。



屏幕下方为：

左面第一框显示的是空白，第二框显示的是测量值，第三框显示的是测量序号。

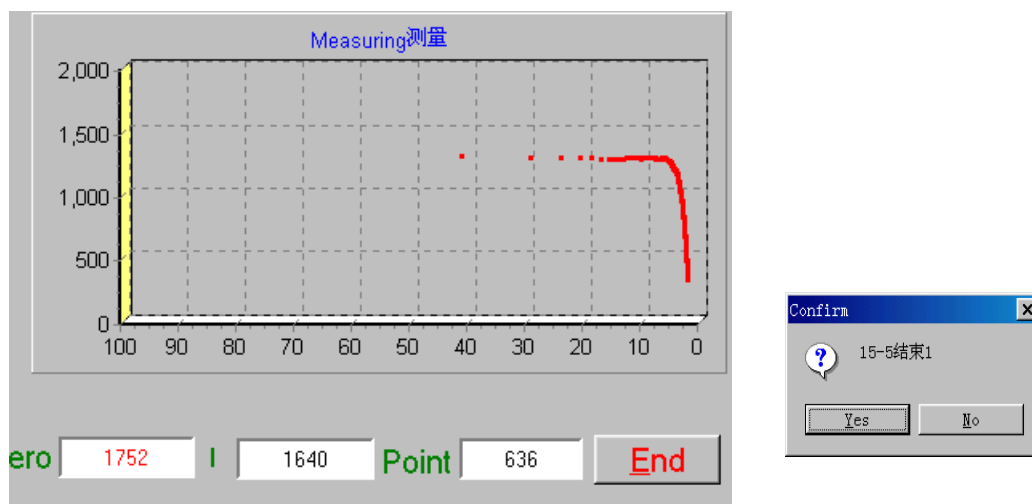
右面的按钮为测量按钮。用鼠标点击或按 **S** 键开始测量；测量开始后，测量点数开始增长，此时按钮上的字符变成红色，鼠标点击或按 **E** 停止测量。坐标图上横轴表示测量粒径，纵坐标表示透光率。因为随测量时间延长，所测到的粒径越小，按时序横轴上粒径由大到小排列。



这时可以**制样**：待测样品与配好粘度的沉降介质配成浓度约 0.1-0.02%的沉降液，经充分分散，搅拌均匀后倒入沉降槽中，其数量需正好到达测量高度。沉降液的浓度也可通过

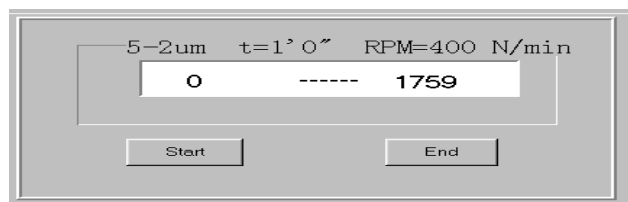
测量来确定。将分散、搅拌均匀的沉降液倒入沉降槽中，插入测量槽中，看计算机的读数在 500~700 间为宜。在沉降槽中配制沉降液时浓度从低到高较为方便。

当把装好定量充分分散、搅拌均匀的沉降槽放入测量槽中，立即按下 S 键，这时测点序号从 1 开始不断增长，测量值也开始不断增大，从屏幕上开始出现不断延长的测量曲线。



到了要求离心沉降的粒径时，机器发出声响，并提示自然沉降结束，确认为 Yes 按钮；否则 No 按钮。可以用鼠标点击或用按键 Y、N。见右图。

确认后，屏幕提示继续测量粒径所需离心沉降的时间及速度。在离心机运转前应先



在 A#离心筒内放置装有同等高度介质的测量皿，然后将待测样品测量皿从测量槽取出放置在 B#筒内，注意放置时两测量皿测量面与径向垂直。然后按 POWER 打开电源，设置离心时间，按 START 键后，旋转转速调节钮，使转速表指针至设定转速上，注意调节转速上升时间按所给时间表进行。

然后将离心沉降后样品放至检测槽中，按 S 键测量。其操作方式与测量空白相同。测量完成后，屏幕提示下一粒径的离心机转速及时间，然后按以上同样方法操作，直至测量结

束。这时屏幕窗口中测量按钮 Start 变灰：

此时，可以进入计算。

3.计算

当测量完成之后，方可进入计算。在选项上按 **F3** 选择**计算** 进入计算。结果见下图。

DATE	Sample	ρ_s	Dstokes	D50	D90	D75
02-01-16/17:33	aa	3.89	8.98	9.07	12.58	11.33
02-01-16/16:33	t2	3.3	0	0	0	0
02-01-16/11:41	t	3.3	0.11	0.02	0.19	0.03
02-01-14/10:25	A1203-a	3.89	11.07	11.14	13.39	12.35
02-01-08/11:55	CAC03	2.71	15.89	16.24	22.12	19.07
02-01-04/10:27	A1	2.71	14.48	14.8	20.15	18.1
01-12-30/11:05	高岭土	2.65	9.09	9.49	12.69	11.55

按Tab键和箭头键，或鼠标可以选择测试结果

测量结果以表中第一行特征参数表显示，可以用鼠标点击或用图中提示的键选择报告页，可以显示、打印详细结果。

特征参数表中分别为 DATA 日期、样品名、密度、Dstokes 斯托克斯径、D50、D90、D75。其中：D50 表示中位径；D90 和 D75 分别为 90%筛下的粒径和 75%筛下的粒径；Dstokes 为斯托克斯径，即重量平均径。

点击特征参数表项进入报告页，显示对应的详细参数表：



左边三项为显示方式；中间四项为翻页按钮；其次两项为打印机设置和打印；再两项为报告存储和打开；最后一项为关闭报告页。

显示方式：第一项为全高显示；第二项为 100%显示；第三项为全宽显示。

打印设置可以设置打印机的各种参数。本系统的报告参数为：B5 纸，打印质量标准，打印机选择按用户需求。

4.表中各项解释

NSKC-1 Photo Sizer						
Sample	aa	Med.visc	0.01	ccp	Date	2002.01.16/17:33
Samp.Den	3.89 g/cc	Med.Den	1	g/cc	Sed.H	1 cm
D50	9.07 um	Dstokes	8.98 um	um	D97	14.19 um
D03	1.79 um	D25	6.85 um	um	D90	12.58 um
D10	5.42 um	D75	11.33 um	um	S.area	1963 cm2/g

Mass		Distribution		Distribution	
D(um)	C (%)	D(um)	C (%)	D(um)	C (%)
0.03	0.03	1.00	2.02	40.00	100.00
0.04	0.04	2.00	3.25	45.00	100.00

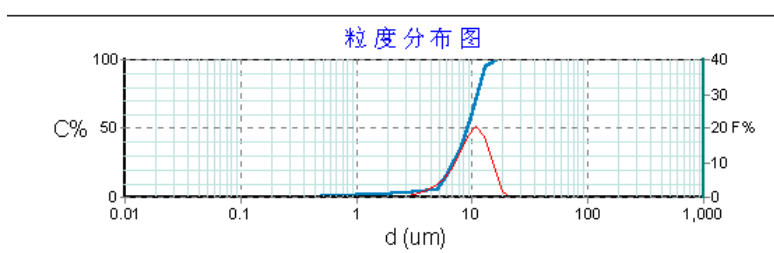
Sample aa ——样品名称

Samp Den 3.89 g/cc ——样品比重

Data 2002.01.16/17:33 ——测量时间 为 2002 年 1 月 16 日 17 点 33 分

Med. Den	1	g/cc	——介质比重
Med. Visc	0.01		——液体粘度
Shape f.	6		——粉体形状系数
D50	9.07	um	——中位径
Dstokes	8.98	um	——重量平均径
D03	1.79	um	——3%通过径
D97	14.19	um	——97% 通过径
D10	5.42	um	——10% 通过径
D90	12.58	um	——90% 通过径
D25	6.85	um	——25% 通过径
D75	11.33	um	——75% 通过径
S.area	1963	cm ² /g	——比表面积
Mass Distribution			——质量累积分布表
D(um)			——粒径
C(%)			——从 0 粒径至 D(um)的重量累积，通过率， 筛下量

5. 粒度分布图



左边纵坐标为累积分布 C%;

右边纵坐标为频度分布 F%;

横坐标为粒径，单位为微米。

五、测试操作要点

1. 悬浮液浓度的选择

悬浮液浓度对颗粒测量误差影响较大，悬浮液浓度高，颗粒难以分散也容易引起再凝聚，同时也大大干扰沉降，得不到高精度。本仪器所采用的光透法与重量法不同，可以在低

浓度下测量,故仅需很少样品。一般测试时浓度可取 0.1-0.02% 范围,以光通量的计算机读数在 500~700 间为宜。

2. 分散介质的选择

一般来说,作为分散介质应该对粉末有浸润作用,而且还要无毒,无腐蚀性,并保证对测量样品不发生凝结、溶解等现象。对于不同粉末以及粒度的粗细和密度等不同因素,分散介质的选择是不一样的,但最常用的分散介质是水和乙醇,有时还要在其中加入不同比例的甘油来调整分散介质的粘度,有些样品要用其他的分散介质。对分散介质的要求还需要高纯度,不含其他杂质,以免影响粒度测试。

3. 分散剂的选择及用量

测量时通常会出现颗粒不能较均匀地以单颗粒分散于分散介质中,有时也会发生分散介质对颗粒浸润作用较差的情况,因此要加入分散剂。分散剂的合理选择对精确测量影响也很大,分散剂的种类很多,如六偏磷酸钠、磷酸三钠、氨水、柠檬酸钾、葡萄糖等,具体选择可参见有关测试手册。通常使用较多的是六偏磷酸钠。

分散剂的用量也是应注意的问题,加入太少分散作用不明显,加入太多则可能反过来产生凝聚作用。通常较适合的范围是 0.001%-0.1%(重量)。具体可由经验掌握。

4. 取样及试样的分散方法

为保证测量精度,取样要具有代表性,可按缩分法取样 1-2 克加入分散介质及分散剂,可用机械搅拌方法分散 10-20 分钟,然后取出均匀悬浮液放置于沉降槽中,再将沉降槽上盖反置并用手压紧,上下倒置数次,见图 3,然后放入检测槽开始测定。如果颗粒本身粘附性较大较难分散,则此时要考虑用超声分散方法即将装有悬浮液的容器放置于超声分散器中,视不同样品情况分散 2-5 分钟。

六、实验数据处理与分析

根据“四、实验步骤”计算得到的即为细度及粒度分布测试结果,应了解相关特征参数的物理意义,并在此基础上,进行分析讨论。

七、仪器使用注意事项

1、仪器安装

(1)本仪器一套:包括仪器主机一台,有机玻璃沉降槽两只:80×50×20 及 120× 50×20;离心机一台,有机玻璃沉降槽两只:90×30×20,离心机配件一套;超声波分散器一台;说明书一套。

(2)仪器主机接通电源, 电流表的指示应在 90% 左右, 用遮光物体插入仪器检测槽中, 其光电流几乎为零, 表明仪器的光电接收部分正常。

(3)接通计算机电源, 计算机可按正常操作步骤进行, 仪器可投入使用。

2、仪器使用注意事项

(1)仪器启动时, 应先开主机电源, 再开计算机电源, 否则计算机可能出现停止运行的故障。

(2)计算机出现故障时, 应关掉计算机电源后重新开机。

(3)沉降槽为精密光学部件, 应轻拿轻放, 不要用手摸触光学面, 不干净时要用擦镜头专用工具擦试。

(4)遇到不能解决的问题请及时与指导老师联系。

(5)非专业人员请不要打开仪器面板检修。

八、思考题

- 1、影响粉体粒度分布测试结果的因素有哪些？
- 2、在测试水泥样的粒度分布时, 是否可以用水作为液相介质? 为什么?
- 3、在微细颗粒做粒度分析时, 为什么要采用离心沉降?

附 录:

1.物料比重表

序号	物料名称	比重	序号	物料名称	比重
1	铝	3.99	46	聚氯乙烯	1.4
2	钡锶碳酸盐	3.54	47	重晶石	4.4~4.7
3	浆土	2.65	48	研碎燃料灰	2
4	方解石	2.71	49	石英	2.65
5	碳酸钙盐	2.7	50	有机松香 树脂	1.07
6	碳黑	1.8	51	二氧化硅	2.58
7	油中碳黑	1.8	52	氧化锌	5.5
8	粘土	2.65	53	银溴化合物	6.2
9	铜氧化物	3.8	54	镍粉	8.9
10	铜硅酸盐	4.22	55	土	2.7
11	硬脂酸锌	1.095	56	溜族化合物	1.17
12	硫酸钙	2.3~2.8	57	滑石	2.78
13	苯丙酮酸钙	2.05	58	钛氧化物	4.2
14	红色铁氧化物	5.24	59	钨	19.3
15	黄色铁氧化物	4.03	60	钨碳化物	15.6

16	乳胶	1.1	61	锌碳化物	5.6
17	兰红块颜料	1.5	62	锆	4.68
18	碱性油墨颜料	1.255	63	水泥	3
19	酞花青兰	1.6	64	水泥生料	2.68
20	红色颜料	1.4	65	石墨	2.25
21	硼酸锌	2.75	66	钛铁矿	4.2
22	镉硫-硒	4.88	67	氧化铁	3.3
23	紫色和黄色颜料	1.5	68	铅氧化物	10.5
24	铅铬酸盐 铬黄	5.3	69	呱嗪维生素	1.6
25	黄紫颜料	1.5	70	四氯化三硅	3.18
26	聚醋酸乙烯酸	6.2	71	粉煤灰	2.4
27	钡铬酸盐	4.4	72	锆英砂	4.2~4.3
28	金红石	4.2~4.3	73	碳化硅(60%左右)	3.18
29	叶蜡石	2.65~2.90	74	Mg(OH) ₂	2.36
30	白刚玉	3.95~4.10	75	Al(OH) ₃	2.43
31	高岭土	2.62~2.63	76	锐钛型钛白粉	3.8
32	铁钒石榴石	4.32	77	金红石型钛白粉	3.9
33	锰钒石榴石	4.19	78	钛酸钡(已烧)	6.02
34	红石榴石(氧化铝系)	3.58	79	碳化硅(磨料)	3.2
35	石榴石(石灰系) 绿	3.59~3.86	80	氧化铝	3.95
36	卤粉(荧光粉)	3.14	81	白炭黑	2
37	磷酸氢钙	2.857	82	二水石膏	2.3~2.37
38	苯估卡因	1.09	83	熟石灰	2.05
39	AC(发泡剂)	1.65	84	氢氧化镍	3.82
40	AP(发泡剂)	1.65	85	磷酸氢钙(无水)	2.4
41	硫酸钡	4.8	86	磷酸氢钙(二水)	2.31
42	立得粉	4.3	87	煤	1.36~1.4
43	膨润土	1.6~1.8	88	硅胶	2.22
44	α— 氧化铝	3.89	89	轻钙,重钙(方解石,霞石)	2.7~2.9
45	γ— 氧化铝	3.4	90	莫来石	3.33

2.水的粘度表

单位: (g/cm×sec)

温度 (°C)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0.0179	0.0173	0.0176	0.0162	0.0157	0.0152	0.0147	0.0143	0.0139	0.0135
10	0.0130	0.0127	0.0124	0.0121	0.0118	0.0115	0.0112	0.0109	0.0106	0.0103
20	0.0101	0.0098	0.0096	0.0094	0.0092	0.0089	0.0087	0.0085	0.0084	0.0082
30	0.0080	0.0078	0.0077	0.0075	0.0074	0.0072	0.0071	0.0069	0.0068	0.0067

3、水的比重

单位: (g/cm³)

温度(°C)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
--------	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

0	0.99987	0.99993	0.99997	0.99999	1.00000	0.99999	0.99997	0.99993	0.99988	0.99981
10	0.99973	0.99963	0.99952	0.99940	0.99927	0.99913	0.99887	0.99880	0.99862	0.99845
20	0.99823	0.99802	0.99780	0.99757	0.99733	0.99707	0.99681	0.99654	0.99626	0.99597
30	0.99568	0.99537	0.99505	0.99473	0.99440	0.99406	0.99371	0.99336	0.99299	0.99263

4.工程技术筛孔尺寸对照表

目	μm	目	μm	目	μm	目	μm
2.5	7925	12.0	1397	60.0	246	270	53
3.0	6580	14.0	1168	65.0	220	325	47
3.5	5513	16.0	991	80.0	198	425	33
4.0	4599	20.0	833	100.0	165	500	25
5.0	3962	24.0	701	110.0	150	625	20
6.0	3327	27.0	589	115.5	124	800	15
7.0	2794	32.0	495	170.5	88	1250	10
8.0	2362	35.0	417	180.0	83	2500	5
9.0	1981	40.0	350	200.0	74	6250	2
10.0	1651	47.5	295	250.0	61	12500	1

5.规则颗粒的形状系数

颗粒形状	球形	立方体	正圆锥体	正四面体	正八面体
形状系数	6	6	9.71	9.96	8.49

6.不规则颗粒的形状系数

颗粒形状	浑圆形	薄片形	极薄片形	粉磨的角状形
形状系数	8.34~8.29	16.67~17.5	55.67~160	11.43~12.5

(执笔人：方莹、简森夫、于学成)