

NSKC—1型粒度分析仪测定 水泥粒度分布及比表面积

金春强 马振华 简森夫

(南京化工大学)

1 引言

粉体粒度的测量方法很多,常见的有筛分析法、Coulter法、激光散射法和沉降法等。目前在水泥工业中比表面的测定采用勃式透气法,而粒度分布的测定一般用筛分析及沉降天平粒度仪。筛分析只适用于粗粒度的测定,70 μm 以下的颗粒筛分十分困难,因而通常采用沉降天平进行水泥粒度分布的测定。但目前所使用的沉降天平粒度仪操作比较繁琐,自动化程度低,需人工进行数据处理,因而误差较大,测量时间也较长。因此在水泥行业中引入一种操作简单、性能可靠、测量迅速、准确度较高的颗粒分析方法具有重要的实际意义。八十年代以来,我国陆续开发出了几种光透射式沉降粒度分析仪,由于其测量粒度分布,具有操作方便,易于自动化控制,目前已在许多行业中得到广泛应用,但分析精度仍不能满足要求,因此我们对光透射式分析法进行改进,采用特殊的光调制检测技术,配备PCE500微机,开发出相应的软件系统,研制出NSKC—1光透射式粒度分析仪,重现性好,综合测量精度达到进口仪器的实际指标,而且操作更方便,完全可以取代进口。本文就是利用我们最新研制的NSKC—1型光透射式粒度分析仪对水泥粉体粒度分布及比表面积进行了测定研究,以确定测试的基本条件,并着重研究样品制备方法对测量结果的影响及测试精度分析,讨论了光透法

测定比表面的计算问题。

2 NSKC—1型粒度分析仪的测试原理及特点

光透式沉降法测量粒度的基本理论主要基于颗粒沉降的斯托克斯公式及散射消光定律。由斯托克斯公式可求出颗粒沉降速度 V 和颗粒直径 X 的关系,给定沉降高度 H ,由 $t = H/V$ 可知时间 t 与粒径 X 的对应关系。通过一束平行光在沉降槽 H 高处透过悬浮液,记录不同时间光密度 $\ln(I_0/I)$ 的变化,即可得出光密度与粒径的关系。再根据Rose—Allen等人建立的散射消光定律,就可求出粉体粒度的整体分布。

NSKC—1型粒度分析仪主要由光源、信号处理接收系统和数据采样处理系统两部分组成,其结构见图1。测量过程是通过测量系统来测定沉降过程中光束通过分散介质的透

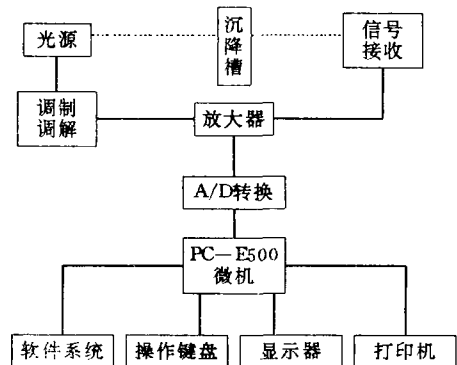


图1 NSKC—1型粒度分析仪基本结构

过率,然后信号经放大通过 A/D 转换送到数据处理系统,由用户输入的各种参数及记录下来的光通量与时间的关系便可计算出各种测试结果,如频度分布、累积分布、平均粒径及比表面等。

现在国内和引进的这类仪器的光源、信号处理接收系统中均采用恒定光源,而要是遮光操作,使得仪器复杂,操作不便,精度难以提高,我们开发新颖双积分式调制电路解决了这个问题。

采样处理系统由 NSKC 接口、PCE500 微机和 NSKC—1 软件组成,具有下述特点:

(1)采样的接口具有 12bit A/D 功能,分辨率高,性能稳定,采样精度高于 0.1%。

(2)采用 PCE500 微机和热敏微型打印机,既省电又便于交直流两用,而且功能强,具有较大的液晶显示屏,提供丰富的测量信息和操作提示,使观察和操作更加方便。

(3)软件的数据滤波平滑性能好,抗干扰能力强,测量可靠。

(4)对测量结果做了消光系数校正,小粒度测试精度提高。

(5)在综合分析国内外各种粒度测试系统操作基础上开发出的软件,具有使用方便、实用的特点,可很快学会操作。

3 应用

3.1 测试条件的选择

光透法测量精度除与测试的基本条件(仪器量程选择、分散介质选择等)有关外,样品的制备是关键。样品制备包括取样、样品的分散、测试浓度的选择及测试前样品的混匀,其中取样为分析的常用方法,可按有关要求进行。试验表明煤油对水泥颗粒有很好的润湿性,易于分散,一般仅需机械搅拌 10min 即可达到很好的效果,因而主要问题在于样品槽中悬浮液的混匀程度和样品浓度的选择。表 1 为不同拉杆速度对测量结果的影响。

表 1 不同拉杆速度对测量结果的影响

| 搅拌速度(次/min) | 15 | | | 30 | | |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|
| 代表粒径(μm) | 20 | 30 | 40 | 20 | 30 | 40 |
| 平均偏差(%) | 3.46 | 2.03 | 1.60 | 1.12 | 1.43 | 1.05 |
| 测量均值(%) | 42.8 | 71.3 | 85.6 | 49.1 | 75.5 | 87.7 |

注:起始光透率读数为 50,共测定 5 次。

由表 1 可见拉杆速度高时测量偏差小,且测得的细度细,表明高速混匀效果较好,测量比较稳定。而低速搅拌时,已经沉下去的粒子不易浮起,特别是底层的粒子不易搅拌到上层来,因而使得整个沉降槽中的试液呈不均匀状态,这样结果波动大,测量结果也将偏粗。图 2 为浓度对测量结果的影响。

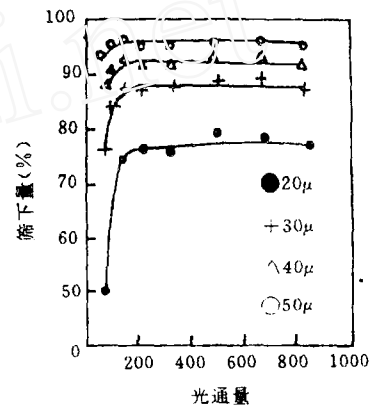


图 2 浓度对测量结果的影响

从图 2 可看出当浓度高、光通量小时测得各粒级筛下量明显偏低,当浓度变小至光通量读数 >150 以后测量结果基本稳定。这是由于浓度过高颗粒沉降彼此干扰严重,沉降时细颗粒受到粗颗粒的夹带作用明显而使其沉降加速,导致测量结果偏粗,同时,浓度过大时,使光透测定法的光透过率与浓度成线性关系的基本假定不能满足,引起测量误差。因此测定浓度要控制一定的上限范围,由实验结果可知其浓度的上限值光通量读数为 150。

图 3 为浓度对测量稳定性的影响。

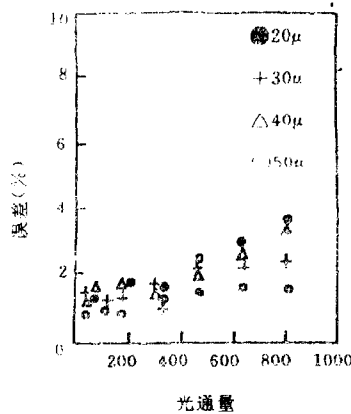


图3 浓度对测量稳定性的影响

从图3可看出光通量读数在500以后测量的偏差开始增大。由于浓度小到一定程度时，测量的样品中颗粒已大大减少，这时的样品已不能代表母样的实际分布值，而且太少的颗粒数会产生较大的取样及测量随机误差，因此实际测量时也要控制浓度的下限范围。由图3可知浓度的下限值光通量读数为500。因此，测试浓度值，其光通量读数在150~500范围内，测试精度高，测量稳定性好。

3.2 测量精度的评价

在以上实验基础上，采用30次/min 拉杆混均速度，浓度范围取光通量为150~500条件下，进行了30次重复测定实验，并采用了颗粒分析领域常用的80%频率的最大偏差指标，对NSKC—1型光透式粒度分析仪测量水泥粒度分布的精度进行测试分析，测量结果的最终统计见表2。

表2 重复性试验统计

| 粒级 (μm) | 测量均值 (%) | 平均偏差 (%) | 80%频率的最大偏差 (%) |
|---------|----------|----------|----------------|
| 7 | 34.95 | 2.63 | 4.0 |
| 10 | 45.97 | 2.23 | 3.6 |
| 20 | 78.08 | 2.17 | 4.0 |
| 30 | 88.29 | 1.99 | 3.7 |
| 40 | 92.10 | 1.97 | 2.9 |
| 50 | 94.45 | 2.11 | 3.5 |
| 60 | 96.38 | 2.10 | 3.5 |

由表中结果可知测量精度比较理想，各粒级平均偏差小于2.6%，80%频率的最大偏差小于4%，达到进口仪器水平。精度分析的另一项指标是测试的准确性，本仪器经GBW120009标准样品检测，与标样值的偏差在3%以内，表明测定结果是可靠的。

3.3 比表面积的计算

有关水泥的粒度分布研究表明，基本遵循 Rosin-Ramler-Sperling-Bennet 分布定律，即粒度分布由均匀性系数 n 和特征粒径 X' 两参数决定，由这一对参数可计算水泥的比表面积。希腊 S. Tsivlis 和 S. Tsimas 用统计方法研究了水泥粒度分布和比表面积的关系：

$$S = \frac{41048}{X'^{1.032} n^{0.195} \gamma^{1.078}}$$

式中：

S —— 水泥的比表面积， cm^2/g ；

X' —— 特征粒径， μm ；

n —— 均匀性系数；

γ —— 比重。

研究已经表明，用上式计算比表面积与勃式比表面透气法测定结果较为一致。由测试得到的粒度分布数据经 RRSB 方程拟合处理，可得到 $X' = 14.5\mu\text{m}$ ， $n = 1.2$ ， $\gamma = 3.0$ 。代入上式计算可得比表面积为 $4200\text{cm}^2/\text{g}$ ，由勃式比表面透气测定结果为 $4460\text{cm}^2/\text{g}$ ，两个结果相近，同现有研究结论相一致，因此采用上式计算比表面积是适宜的。

5 结论

利用 NSKC—1型光透式粒度分析仪测量水泥粒度分布，样品的制备是保证测试准确的关键因素，试验得出样品混匀要控制拉杆搅拌速度30次/min 为适宜，浓度范围应取光通量值在150~500。为与透气法相符，比表面积采用上式计算。用 NSKC—1型光透式粒度分析仪测量水泥粒度分布及比表面积具有操作方便、自动化程度高、分析重现性好、测量迅速等特点，因此对于提高水(下转第13页)

表5 碱-集料反应膨胀值 (%)

| | PC | SLC ₁ | SLC ₂ |
|-----|-------|------------------|------------------|
| 蛋白石 | 1.324 | 0.704 | 0.362 |
| 燧石 | 0.17 | 0.060 | 0.080 |

注:水泥:集料=10:1, W/C=0.30。

表5结果说明钢渣水泥碱-集料反应膨胀值远低于硅酸盐水泥,它具有较强的抑制碱-集料反应的能力。

3.5 孔结构实验

在水泥水化过程中,随着水化的进行,毛细孔减少,孔隙率降低,强度增加,水泥石中孔隙的大小、形状和分布,不仅影响水泥石的强度,还影响水泥石的抗侵蚀性能力即直接影响水泥石的使用耐久性。表6列出了钢渣水泥孔结构性能实验结果,从中分析得到如下结果。

表6 水泥净浆测孔实验结果

| | 7d | | | 28d | | | 3年 | |
|-------------------------|------|-----------------|-----------------|------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| | PC | SL ₁ | SL ₂ | PC | SL ₁ | SL ₂ | SL ₁ | SL ₂ |
| 孔隙率(%) | 14.8 | 15.9 | 15.7 | 13.6 | 14.8 | 15.1 | 7.64 | 10.8 |
| 孔体积(mm ³ /g) | 70.1 | 77.2 | 74.3 | 65.3 | 76.8 | 76.6 | 35.8 | 50.2 |
| >100nm(%) | 13.8 | 12.5 | 11.8 | 10.0 | 18.4 | 14.3 | 4.3 | 0.0 |
| 100~50nm(%) | 3.8 | 15.1 | 12.9 | 6.2 | 18.3 | 7.8 | 12.8 | 17.9 |
| 50~10nm(%) | 60.1 | 53.3 | 60.8 | 69.1 | 40.5 | 58.6 | 55.9 | 64.8 |
| <10nm(%) | 21.9 | 18.8 | 14.4 | 14.5 | 22.6 | 9.1 | 26.0 | 17.3 |
| 中值孔径(nm) | 21.7 | 29.2 | 28.7 | 26.4 | 31.0 | 25.0 | 9.9 | 14.5 |

(1)随水化时间的增加,水泥石中总孔隙率降低,抗压强度提高。

(2)和普通硅酸盐水泥相比,钢渣水泥7d和28d孔隙率略高,但它们的孔分布大致相似。从钢渣水泥水化3年的孔结构性能看,孔隙率大幅度下降,孔体积只有28d的50%,中值孔径由28d的31.0nm和25.0nm分别下降到9.9nm和14.5nm,这表明钢渣水泥的后期水化改善了水泥的孔结构性能,水化产物填充在水泥石的孔隙中,使水泥石结构更加致密,从而提高了钢渣水泥的耐久性。

4 结论

(1)钢渣水泥采用外加剂技术解决了早期强度低、凝结时间长的问题,使28d强度和孔结构性能与硅酸盐水泥相似,但后期性能优于硅酸盐水泥。

(2)钢渣水泥具有一系列优良的物理性能,如耐磨、抗硫酸盐侵蚀、抗碳化及具有抑制碱-集料反应的能力,因此钢渣水泥具有较好的化学稳定性和使用耐久性。

(编辑 沈新)

(上接第16页)

泥工业粉体工程的分析水平,具有较大的应用前景和推广价值。

参考文献

- (1) 关于水泥的细度,宋祖培.水泥技术,1993.(5)
- (2) 艾伦T著.颗粒大小测定.喇华理等译.第三版.中国建筑工业出版社,1984.

(编辑 沈新)