

实验十 沉降法测定胶粒的大小和分布

一、实验目的

学习沉降分析法的基本原理，测定CaCO₃粉末粒子的大小及分布。

二、实验原理

悬浮粒子在分散介质中一方面受到重力的作用，作加速运动而下沉，另一方面受到介质的阻力。当此二力相等时，粒子将匀速下沉。设粒子为球形，则有

$$\frac{4}{3}\pi r^3(\rho - \rho_0)g = 6\pi\eta r$$

因而
$$v = \frac{2r^2}{9\eta}(\rho - \rho_0)g$$

$$r = \sqrt{\frac{9\eta v}{2(\rho - \rho_0)g}} \quad (1)$$

上式即为stokes沉降公式。式中：r为粒子半径，η为介质粘度，v为沉降速度，ρ为粒子密度，ρ₀为介质密度，g为重力加速度。若H表示t时间内粒子沉降的距离

则
$$r = \sqrt{\frac{9\eta H}{2(\rho - \rho_0)gt}} = 2.121\sqrt{\frac{\eta H}{(\rho - \rho_0)gt}} \quad (2)$$

或
$$d = 4.24\sqrt{\frac{\eta H}{(\rho - \rho_0)gt}} \quad (3)$$

d为粒子的直径。若粒子不是球形，由上式求得之r为等效半径。

实际的悬浮粒子往往是多分散的，粒子大小有一分布。用沉降分析法测定粒子大小分布，是在离开液面一定高度处测定沉降量(P)随时间(t)的变化，作P~t曲线(沉降曲线)，再用此曲线进行处理，得到粒子大小的积分和微分分布曲线。

常用的处理方法是将每一时间t的沉降量P分为两部分；半径大于用(2)式计算得的粒子的重量S和半径小于按(2)式计算之粒子的部分沉降量q，在图1所示的P~t曲线上作与t₁相应之C₁点的切线，交P轴于A₁、C₁A₁线之斜率为(dP/dt)_{t=t₁}，q=t₁(dP/dt)_{t=t₁}=A₁B₁，与t₁相对应的已完全沉降的粒子重量为S，因为

$$S + q = P$$

所以 $S=OA_1$ 。

若 P_c 表示悬浮粒子的极限沉降量，半径大于某 r (相当于在时间 t_1 内完全沉降)的粒子的百分含量(用 Q 表示)可用下式表示

$$Q = \frac{OA_1}{P_c} \times 100\% \quad (4)$$

沉降分析法用普通扭力天平即可进行实验，也可用其它的类似装置进行，仪器的使用方法详见各仪器的说明书。

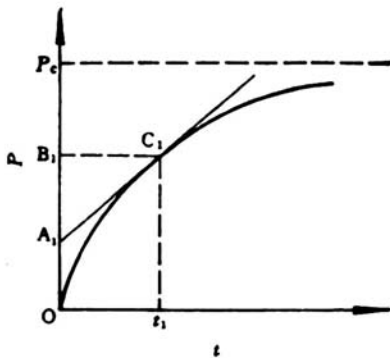


图 1 沉降曲线图

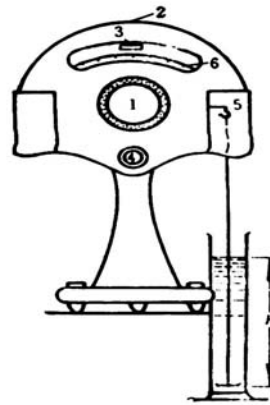


图 2 扭力天平示意图

1-旋扭；2-水平仪；3-指针；4-开关旋
5-天平臂；6-转盘

扭

三、实验仪器设备及流程

扭力天平，停表，台秤。

1000ml 量筒，带小钩玻璃丝，玻璃小棒，金属小盘。

$CaCO_3$ 粉末。

四、实验操作步骤

(1) 扭力天平的结构及使用

扭力天平的结构见图 2。使用方法是，调整螺旋支架使天平保持水平。打开天平开关旋扭 4，使天平臂 5 悬空，即可进行称量，用旋扭 1 调节转盘 6，使转盘落在指示的某个重量处(相当于在天平上加所指示重量的砝码)，当天平已达到平衡时，平衡指针 3 应与零线重合。

(2) 测定空盘重量及小盘至水面高度 h

将大量筒、小盘等洗净，放水至一定高度(约 30cm，所用水是经加热煮沸后，冷却至室温的)将金属小盘用玻璃丝挂在天平臂 5 上，悬在水中，打开开关 4，旋转 1，使指针 3 处于

零点，这时转盘指示的重量即为空盘在水中的相对重量 P_0 。同时量出平衡时小盘至水面的高度 h ，测水温。查出水的密度及粘度(见附录 2~3)。

(3) 配制悬浮液及进行测量

称取约 10g的 CaCO_3 粉末，放在小烧杯内，用少量大量筒中的水搅拌均匀使成稀浆状。全部转移到大量筒中，用玻璃棒上下搅动(搅动时要避免产生气泡、气泡附着在金属盘上会影响结果的正确性)；迅速地将量筒放在天平旁侧(参看图 26-2)；将小盘浸入量筒内，玻璃丝挂在天平臂的小钩 5 上，在小盘浸入 $h/2$ 高度时打开停表，开始记录时间。称量沉降在小盘上的重量，并记下对应的时间。在 30s时读取第一个数，以后的读数时间皆为前一时间的 $\sqrt{2}$ 倍，即 42”、1’、1’25”、2’……，直至大部分液体基本变清(约需 2.5h)，相邻二读数变化很小为止。

(4) 结束实验(关闭天平，清洗玻璃丝及小盘等)

在实验中应注意在将小盘浸入量筒中时，使其位置在横截面中心，并保持水平，靠近筒壁的颗粒在沉降时不遵守 stokes 公式。

五、数据处理

(1) 实验数据记入下表前 3 项

序号	读数时间	天平读数	沉降重量	颗粒直径	Q%	100/t
	t/s	n/mg	P/mg	dr/m		
1						
2						
3						
4						

(2) 画沉降曲线，求出总沉降量。

作 $P-t$ 图，左边作 $P-100/t$ 图。前者为沉降曲线。 $P-100/t$ 图在 $100/t$ 很小时大致为直线，将其外延至与 P 轴相交，交点 P_0 即为总沉降量。

(3) 颗粒大小分布的计算

如在原理部分所述，经过 t 时间后，在小盘上沉降的固体粒子重量 P 可分为 2 部分；大于和等于按(3)式求的直径的粒子完全沉降，比此直径小的粒子则部分沉降，这两部分分别以 S 和 q 表示，本实验数据不用画图作切线处理，而用下面的简便方法求 S 。

① 前后两次读数时间相差 $\sqrt{2}$ 倍, 即

$$t_r = \sqrt{2} t_{r-1}, \quad t_{r+1} = 2t_{r-1}$$

对应于 t_r 的 d_r 值可由(3)式求出, 即经过 t_r 后大于 d_r 的粒子皆已完全沉降。

② 完全沉降部分的重量 S_r 为

$$S_r = 2P_{r-1} - P_{r+1}$$

大于 d_r 的颗粒在样品总量 P_c 中占的百分比为

$$S\%(d \geq d_r) = \frac{S_r}{P_c} \times 100 = \frac{2P_{r-1} - P_{r+1}}{P_c} \times 100$$

③ 对于其它任一时间都可求出相应于某 d 值的百分含量。将计算结果列于前表中。

(4) 作积分分布曲线和微分分布曲线

①积分分布曲线。根据表中数据, 以颗粒直径(μm)为横坐标, 直径大于该值的粒子占的百分含量 S 为纵坐标, 作图即为积分分布曲线。从此曲线可求得在一直径范围内之百分含量。如 d_1 至 d_2 内之含量为 $S_1 - S_2$ 。(图 3)

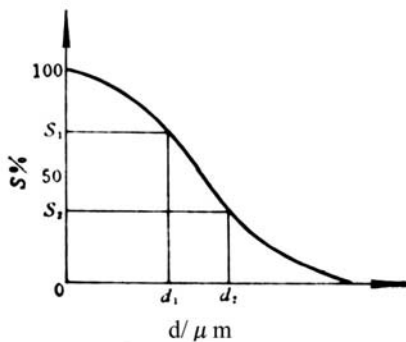


图 3 积分分布图

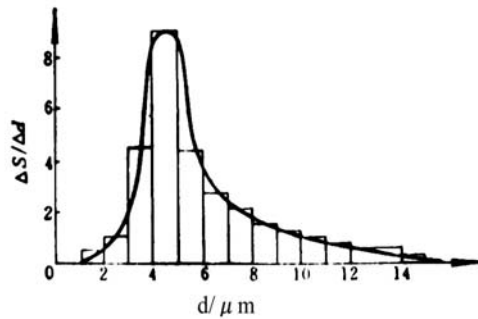


图 4 微分分布图

②微分分布曲线。以粒子直径为横坐标, 分布函数 ds / dd 为纵坐标作图为微分分布曲线。 d_1d_2 间曲线下之面积与曲线下总面积之比表示直径在 d_1 到 d_2 之间的粒子所占的相对含量。曲线峰值所处之 d 值是样品中含量最多的粒子直径值(图 4)。

微分分布曲线求法。从积分分布曲线求 $\Delta S / \Delta d$ 列入下表, 本实验 Δd 取 2mm 。显然, Δd 越小, 则 $\Delta S / \Delta d$ 越接近于 ds/dd 。

直径范围	ΔS	Δd	$\Delta S / \Delta d$
0~2 μm			
2~4 μm			

作 $\Delta S / \Delta d$ 对 d 之曲线即微分分布曲线。

六、分析讨论题

1. 沉降法测定胶粒大小的原理。
2. 实验中的注意事项有哪些？
3. 试分析实验中影响 CaCO_3 胶粒大小和分布的因素。