

用激光粒度仪进行粘土的颗粒分析

谭晓慧^a, 沈梦芬^a, 张强^b, 李丹^a

(合肥工业大学 a. 资源与环境工程学院; b. 分析测试中心, 合肥 230009)

摘要:为获得细粒土的粒度分布,分别采用 Mastersizer 2000 激光衍射粒度仪和传统的密度计法测量合肥地区的粘土。根据激光法的测量原理和影响因素,用单因素试验法依次改变仪器的折射率、质量浓度、超声波端位移和时间、泵速,研究这些控制参数对颗粒粒径的影响,并确定了该仪器测量合肥地区粘土的最佳参数。通过比较最佳参数条件下的激光法和传统密度计法的测量结果,发现激光法在粘土颗粒分析中具有测量范围更广、准确度更高、重复性更好等特点。

关键词:粘土; 粒径分析; 激光粒度仪

中图分类号: TU411.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1674-4764(2011)06-0096-05

Particle Size Analysis of Clay by Malvern Laser Particle Analyzer

TAN Xiao-hui^a, SHEN Meng-fen^a, ZHANG Qiang^b, LI Dan^a

(a. School of Resources and Environmental Engineering;

b. Center for Analysis and Measurement, Hefei University of Technology, Hefei 230009, P. R. China)

Abstract: In order to study the particle size distribution of fine grained soil, the Malvern Mastersizer 2000 laser diffraction grain size analyzer and traditional densimeter method were used to test the clay in Hefei. According to the work principle and affecting factors of laser method, the parameters, such as the refractive index, concentration, ultrasonic displacement and time, pumping speed of the apparatus, were altered in turn. Then the influence of these control parameters on the particle size was investigated, and the best parameters for the clay in Hefei were identified. The grain size distributions measured by laser method under the best condition and traditional densimeter method were compared, which shows that laser method has a wider measuring range, higher accuracy and better repetitiveness in measuring the particle size distribution of fine grained soil.

Key words: clay; particle size analysis; laser diffraction grain size analyzer

土的粒径分布是土的基本属性,它对土的物理、力学及化学性质起着重要的控制作用^[1-2]。此外,土的粒径分布曲线还可以用来预测非饱和土的水土特征曲线^[3-5],这对于研究非饱和土的力学性质具有重要意义。

传统的土颗粒分析方法主要有筛分法及密度计法。筛分法适用于粒径大于 0.075 mm 的粗粒土,其试验结果较为准确。密度计法适用于粒径小于 0.075 mm 的细粒土,该法试验过程较为复杂,人为

因素影响大、重复性较差。文献[2]采用磁性流体作为溶液,对传统的分析法作了改进,但试验过程仍存在很多人为因素。文献[1,6-8]研究了激光粒度仪在化工、材料、地质等领域的应用,可以看出激光粒度仪具有准确、高效、重复性好、人为因素影响小的特点。文献[9]研究了激光粒度仪在软土颗粒分析中的应用,但关于仪器精度的影响因素方面分析不足。用激光粒度仪进行细粒土的颗粒分析(以下简称“激光法”),具有很多优点,但由于仪器设置参数较多,加

收稿日期: 2011-04-28

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(40972194); 合肥工业大学地质学博士后流动站资助项目(035030)

作者简介: 谭晓慧(1971-),女,教授,硕士生导师,主要从事岩土力学可靠度研究,(E-mail) tantan9666@126.com。

之土工测量经验的不足,还需大量研究各种类型土体的激光法最佳控制参数,为制定相应的土工试验规范积累经验。因此,该文以安徽省合肥市的粘土为试验对象,研究影响激光法测量结果的各种控制参数,并确定试验土体激光法的最佳试验条件。

1 激光法对粘土颗粒的试验研究

1.1 激光法简介

激光法基于 Mie 氏光散射理论,其基本原理是:激光被颗粒散射后,其散射角与颗粒的直径呈反比,通过探测器接收散射光的分布,利用合适的光学模型和数学程序来获得待测颗粒的粒度分布^[10]。

激光粒度仪的检测方法分为湿法和干法,由于试验土体具有粘性,且存在非常细($<1\ \mu\text{m}$)的颗粒,故选择湿法测量。影响样品测试结果的因素主要有:光学参数、取样的影响及样品的分散。

光学参数,即分散介质的折射率、待测颗粒的吸收率及折射率。试验用水作为分散介质,其折射率为 1.33;土颗粒的吸收率设为 1;试验研究不同折射率对测量结果的影响。

取样的影响,即样品的代表性和浓度。在制样前,应将样品充分混合均匀,以获得代表性好的土样。试验研究不同质量浓度的土样对测量结果的影响。

样品的分散,即颗粒能够单个悬浮且稳定地存在分散介质中,其影响因素有分散介质、分散剂及分散作用力。土颗粒能很好地溶于水,则选用水作为分散介质;有研究表明激光法测量土颗粒粒径分布时,分散剂和超声波的作用相当^[9],故试验研究不同的分散作用力(即:超声波端位移、分散时间、泵速)对测量结果的影响。

试验用“单因素试验法”确定激光法的最佳条件,即针对各种可变因素先以经验值作为条件,固定其余因素仅研究一个可变因素,当确定该因素的最佳水平后,则以这个水平作为下一个可变因素的条件。确定顺序为:折射率—质量浓度—超声波端位移和分散时间—泵速。

1.2 激光法的试验研究

试验采用 Mastersizer 2000 激光粒度仪,仪器参数见表 1。仪器还配备湿法测量的附件:Hydro 2000MU 标准样品分散器,其带有功率和速度可调的搅拌棒和循环泵,外置 1 000 mL 的烧杯即样品槽。

试验用土取自合肥市宁国路附近的黄褐色粘土,土深约为 4 m,硬塑,稍湿,干密度和韧性较高。

为与传统密度计法进行对比,试验按照规范^[11]的要求制备土样:取烘干土 300 g,过 2 mm 筛,求出筛上土样的质量百分比,取筛下土样 30 g 用于激光法分析,剩余的筛下土样用于密度计法试验(详见下文)。将 30 g 的土样烘干、充分混合均匀后,用精度为 0.000 01 g 的电子天平称量规定质量的土样,并用玻璃棒将其溶于 10 mL 的水中,每次搅拌应尽量保证相同的搅拌力度和时间,最后将 10 mL 悬液移入样品槽中,加满 1 000 mL 水供仪器超声和量测。

表 1 马尔文激光粒度仪参数指标

指标	指标值
遮光度范围	10%~20%
超声波端位移/ μm	0~20
泵速范围/($\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$)	0~4 000
测量范围/ μm	0.1~1 000
平均测量时间/min	1~2
准确性	误差小于 $\pm 1\%$
重复性	偏差小于 $\pm 0.5\%$

1.2.1 折射率的确定 一般来说,待测物质的平均粒径越小($<10\ \mu\text{m}$),光学参数对试验结果的影响就越大^[12]。对于未知样品,可先估计其光学参数,再利用软件的编辑结果功能改变折射率,通过比较“残差 R”,即理论数据和实测所得光强数据的最小二乘拟合差值,来判断光学参数设置的好坏。

据仪器工程师的推荐,预先设定:折射率 1.52(仪器默认值),质量浓度 0.15 g/L,超声波端位移 20 μm ,分散时间 5 min,泵速 3 000 r/min。先在此条件下进行量测,再根据粘土矿物相关化学组成物质的折射率指导值^[10](见表 2),将试验结果的折射率分别改为 1.48,1.54,1.58,1.65,1.765,比较 6 种折射率条件下的残差值(R): $R_{1.765} < R_{1.48} < R_{1.54} = R_{1.65} = R_{1.58} < R_{1.52}$,可知折射率为 1.765 时试验的残差最小,且小于 1.0%,在有效测量结果允许的残差值范围内。因此,确定土样的最佳折射率为 1.765。

表 2 粘土矿物相关化学组成物的折射率指导值

项目	折射率	项目	折射率
仪器默认值	1.52	高岭石	1.52~1.58
Al_2O_3	1.765	伊利石	1.54~1.61
SiO_2	1.48~1.54	$\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$	1.65

1.2.2 最佳质量浓度的确定 受激光粒度仪分辨率的限制,试验时应将土样的质量浓度控制在合适的范围内。质量浓度过低,仪器无法获得足够的测量信号,且量太少代表性差;浓度过高,土颗粒可能为团聚状态或发生多次散射而影响试验精度^[13]。

激光法中常用“遮光度”，即测量光束中样品的百分含量，作为质量浓度的指示。

称取不同质量的土样按 2.2 节的方法溶于 1 000 mL 水中，分别配成浓度为 0.08 g/L, 0.1 g/L, 0.125 g/L, 0.15 g/L, 0.175 g/L, 0.2 g/L 的土样供激光法测量。试验条件为：折射率 1.765，超声波端位移 20 μm ，分散时间 5 min，泵速 3 000 r/min。试验结果见图 1，图中平均粒径 d_{50} 表示小于该粒径的土粒质量占土样总质量的 50%，由于 d_{50} 能够比较平均地反映土样的粒度信息，故后文均以 d_{50} 作为衡量激光法各因素变化规律的指标。

由图 1 可知：遮光度随着土样浓度的增加而增加，二者基本呈线性关系，故遮光度可以作为土样质量浓度变化的指标； d_{50} 随着土样浓度的增加而增加，且两头变化较陡，中间变化较为平缓；在浓度为 0.1~0.15 g/L 时，颗粒粒径变化幅度较小，可以获得较为稳定的结果。因此，可以确定最佳浓度的范围为 0.1~0.15 g/L，本试验选择 0.125 g/L 的质量浓度进行后续试验。

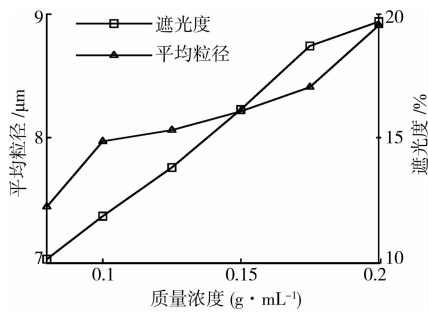


图 1 不同的质量浓度对 d_{50} 和遮光度的影响

1.2.3 超声波端位移和分散时间的确定 超声波分散是指用超声波振荡来破坏土颗粒团聚体。若超声波强度太低，土颗粒仍呈团聚状态；强度太高，则可能使土颗粒破碎。一般而言，超声波端位移越大、分散时间越长，土颗粒的分散效果就越明显。但颗粒长时间的多次碰撞会使分散体系的温度升高，分子的布朗运动剧烈，导致土颗粒进一步的团聚而影响测试结果^[14]。

预先设定：折射率 1.765，质量浓度 0.125 g/L，泵速 3 000 r/min。分别测定在超声波端位移为 10、15、20 μm 的条件下，经过 2.5、5、7.5、10、12.5、15、17.5、20、22.5、25 min 的分散时间，土样平均粒径的变化。图 2、图 3 分别表示不同超声波端位移及分散时间的作用下，土样的平均粒径和遮光度的变化。图 4、图 5 分别表示在 15 μm 和 20 μm 超声波端位移作用下土样的频度分布曲线，其横坐标为土

样的粒径，纵坐标为各粒径土样的质量占总质量的百分数（为图件的清晰起见，图中仅绘出 2.5、7.5、12.5、17.5、22.5 min 作用下的 5 条曲线）。

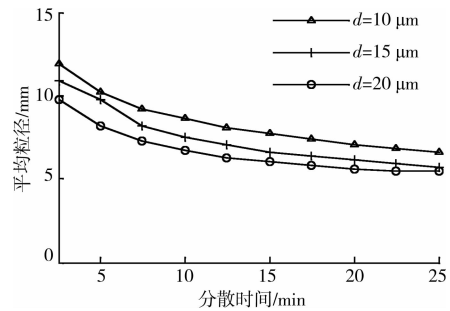


图 2 超声波端位移和分散时间对 d_{50} 的影响

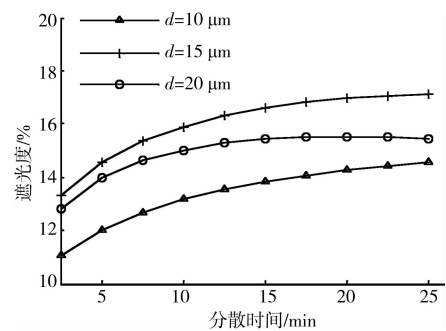


图 3 超声波端位移和分散时间对遮光度的影响

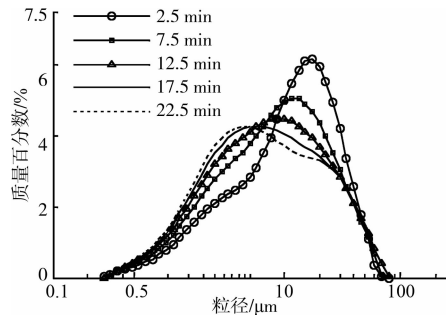


图 4 超声波端位移为 15 μm 的粒径分布曲线

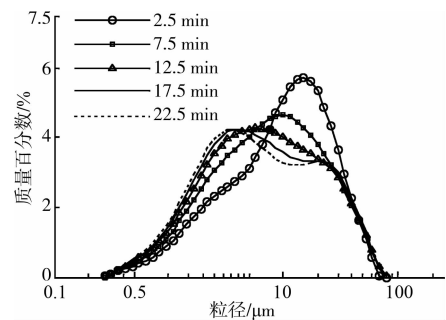


图 5 超声波端位移为 20 μm 的粒径分布曲线

由图 2 可知：超声波端位移不变，土样的平均粒径随着分散时间的增加而变小；超声波端位移越大，测得的平均粒径越小；在分散 12.5 min 之后，所测

粒径较为稳定,增加分散时间效果变得不明显。

由图3可知:超声波端位移不变,土样的遮光度随着分散时间的增加而增加;分散时间不变,土样的遮光度随着超声波端位移的增加呈现出先增大后减小的规律,这是因为刚开始土颗粒被超声波分散开而使遮光度上升,之后因为分散时间过长,破坏了土颗粒的内部结构而使部分颗粒溶于水中,导致了遮光度的下降。

由图4、图5可知:在15 μm 的超声波端位移作用下,分散10~15 min时,粒度分布曲线总体上呈均匀对称的单峰形态;而在20 μm 的作用下,分散7.5 min后,粒度分布曲线就出现双峰形态。双峰形态表明:对于同样的分散时间,随着超声波端位移的增大,小颗粒减小,大颗粒明显增多,土颗粒发生了进一步的团聚。

结合图2—5可知,土样的最佳超声超声波端位移为15 μm ,最佳分散时间约为12.5 min。以此最佳超声条件进行后续试验。

1.2.4 最佳泵速的确定 激光粒度仪利用搅拌棒和循环泵将样品槽中的待测物质输送至仪器内部的样品池。泵速的大小决定了超声波对样品的物理分散程度。泵速太小,分散力过低,大颗粒容易沉淀,待测物质不能均匀地进入样品池;泵速过大,样品槽中容易产生细小气泡,使得测量结果失真。

预先设定:折射率1.765,质量浓度0.125 g/L,超声波端位移15 μm ,分散时间12.5 min。由于泵速小于1500 r/min时,在上述条件下分散土样的遮光度达不到仪器最低的检测要求;而当泵速为4000 r/min时,仪器的噪声太大,且大量悬液从样品槽中溢出,影响测量,故试验分别研究泵速为1500、2000、2500、3000、3500 r/min时,土样平均粒径 d_{50} 的变化。

图6为不同的搅拌泵速对土样平均粒径的影响。当泵速小于2500 r/min时, d_{50} 随着泵速的增加而减小;当泵速为2500~3000 r/min时,测得的 d_{50} 较为稳定;当泵速大于3000 r/min时, d_{50} 有变大的趋势,此时样品槽中有较多的气泡,测试结果不够可靠。故土样的最佳泵速约为3000 r/min。

2 激光法和密度计法的比较

为验证激光法试验结果的准确性和可靠性,另设2组传统的密度计法试验,以对试验结果进行比较。

按照规范^[10]中对密度计法的操作要求,将1.2节所述制备得的土样,用甲种密度计进行2组平行试验,历时约为3 d,试验结果见图7和表3。图7为

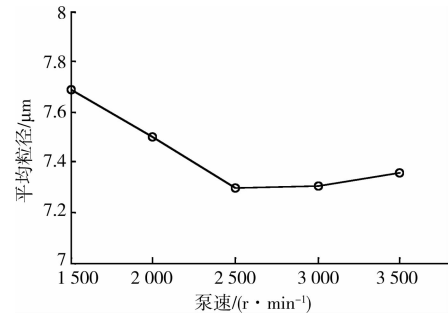


图6 泵速对平均粒径 d_{50} 的影响

最佳参数条件下激光法及传统密度计法的4条累积分布曲线,其横坐标为土颗粒的粒径,纵坐标为小于该粒径土样的累积质量占总质量的百分数。表3为由累积分布曲线求得特征粒径值。

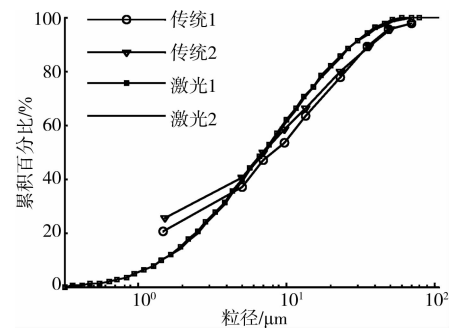


图7 密度计法和激光法的粒径分布曲线

表3 密度计法和激光法测得的特征粒径 / μm

特征粒径/ μm	激光1	激光2	传统1	传统2
d_{30}	3.6	3.7	3.5	2.6
d_{50}	7.0	7.2	8.4	7.1
d_{60}	9.6	9.8	12.4	10.7
d_{90}	28.4	29.1	37.3	37.8

由图7及表3可见:1)激光法和传统法的测量结果具有较高的可比性。当颗粒粒径小于5 μm 时,传统法测得的粒径大于激光法,主要是因为传统法依据的斯托克斯定理成立的前提条件难以完全满足^[15],且仅适用于重力沉降,小粒径物质布朗运动大于重力沉降作用,因此传统法对于小粒径成分的测量结果不是很准确。而激光法依据的Mie氏光散射理论则不受粒径大小限制,结果较为准确。2)由于传统密度计法的各次试验无法保证完全相同的条件,因而其试验结果的离散性大,重复性差。3)在相同试验条件下,激光法各次试验结果离散小,且仪器测量范围广,所得粒度数据密集,粒度信息丰富。此外,当确定了土样的最佳参数后,激光粒度仪还具备SOP(标准操作规程)功能,使每种样品的测量步骤标准化,可以避免控制参数的设置不一而导致的测试结果的难以比较,并且SOP可以一键操作,方便、高效。

3 结论

以安徽合肥的粘土为研究对象,分别采用密度计法和激光法进行了土的粒径分析,得到了相应的粒径分布曲线。大量的试验研究表明:

1)进行粘土的颗粒分析时,传统密度计法操作复杂,人为影响因素较大,重复性不高。激光粒度仪法操作简便、试验结果准确、重复性高,是一种理想的粒径分析方法。

2)采用单因素试验方法,得到合肥粘土的激光法粒度分析的最佳参数为:折射率 1.765,质量浓度 0.125 g/L,超声波端位移 15 μm ,分散时间 12.5 min,泵速 3 000 r/min。

3)为了使激光粒度仪法在土工颗粒分析中得到推广应用并制定操作细则,今后需取更多不同类型的土样为研究对象来进行试验研究。

参考文献:

- [1] FERREIRO J P, VÁZQUEZ E V, MIRANDA J G V. Assessing soil particle-size distribution on experimental plots with similar texture under different management systems using multifractal parameters[J]. *Geoderma*, 2010, 160: 47-56.
- [2] DIKANSKY Y, ZAKINYAN A, BEDGANIAN B. Use of a magnetic fluid for particle size analysis by a sedimentation method[J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2009, 321: 1433-1435.
- [3] FREDLUND M D, WILSON G W, FREDLUND D G. Use of the grain-size distribution for estimation of the soil-water characteristic curve [J]. *Canadian Geotechnical Journal*, 2002, 39: 1103-1117.
- [4] MBONIMPA M, AUBERTIN M, MAQSUD A, et al. Predictive model for the water retention curve of deformable clayey soils [J]. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 2006, 132(9): 1121-1132.
- [5] 李志清, 李涛, 胡瑞林, 等. 非饱和土土水特征曲线(SWCC)测试与预测[J]. *工程地质学报*, 2007, 15(5): 700-707.
- LI ZHI-QING, LI TAO, HU RUI-LIN, et al. Methods for testing and predicting of SWCC in unsaturated soil mechanics[J]. *Journal of Engineering Geology*, 2007, 15(5): 700-707.
- [6] 李德建, 贾雪娜, 苗金丽, 等. 花岗岩岩爆试验碎屑分形特征分析[J]. *岩石力学与工程学报*, 2010, 29(1): 3280-3289.
- LI DE-JIAN, JIA XUE-NA, MIAO JIN-LI, et al. Analysis of fractal characteristics of fragment from rockburst test of granite[J]. *Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering*, 2010, 29(1): 3280-3289.
- [7] 罗颖, 李乐, 王衍戈, 等. 透析法制备载羟基喜树碱-聚乳酸纳米粒及其理化性质研究[J]. *厦门大学学报: 自然科学版*, 2010, 49(6): 832-837.
- LUO YING, LI LE, WANG YAN-GE, et al. Preparation and characteristic of hydroxycamptothecin-loaded PLA nanoparticles using dialysis method[J]. *Journal of Xiamen University: Natural Science*, 2010, 49(6): 832-837.
- [8] 唐卫平, 高军林. 超细炸药粉体粒度测试条件的优化[J]. *火炸药学报*, 2008, 31(1): 45-47.
- TANG WEI-PING, GAO JUN-LIN. The optimum of test condition on particle size of ultrafine explosive powder [J]. *Chinese Journal of Explosives & Propellants*, 2008, 31(1): 45-47.
- [9] 殷杰, 邓永锋, 徐飞. 激光衍射粒度仪在连云港软土颗粒分析中的应用[J]. *河海大学学报: 自然科学版*, 2008, 36(3): 379-383.
- YIN JIE, DENG YONG-FENG, XU FEI. Application of a laser grain size analyzer in grain analysis of the soft clay in Lianyungan[J]. *Journal of Hehai University: Natural Sciences Edition*, 2008, 36(3): 379-383.
- [10] GB/T 19077.1—2008/ISO 13320—1:1999 粒度分析激光衍射法[S].
- [11] GB/T 50123—1999 土工试验方法标准[S].
- [12] 杨道媛, 马成良, 孙宏魏, 等. 马尔文激光粒度分析仪粒度检测方法及其优化研究[J]. *中国粉体技术*, 2002, 8(5): 27-30.
- YANG DAO-YUAN, MA CHENG-LIANG, SUN HONG-WEI, et al. Research on particle size determination method and optimization of Malvern Lazer Particle Analyzer[J]. *China Powder Science and Technology*, 2002, 8(5): 27-30.
- [13] 刘引定, 霍彩霞, 滕秋霞. 激光粒度测试技术的应用[J]. *甘肃联合大学学报: 自然科学版*, 2009, 23(4): 57-60.
- LIU YIN-DING, HUO CAI-XIA, TENG QIU-XIA. Application on the laser granularity test technology[J]. *Journal of Gansu Lianhe University: Natural Sciences Edition*, 2009, 23(4): 57-60.
- [14] 李翔, 戴亚堂, 邓贇. 用光子相关光谱法测定纳米TiO₂ 粒度分布的分散方法研究[J]. *四川大学学报: 工程科学版*, 2004, 36(4): 62-66.
- LI XIANG, DAI YA-TANG, DENG YUN. Research on the particle-size distribution of Nano-titanium dioxide by photon correlation spectroscopy [J]. *Journal of Sichuan University: Engineering Science Edition*, 2004, 36(4): 62-66.
- [15] 高向阳. 土力学[M]. 北京: 北京大学出版社, 2010.