

控制参数对粉土粒度测量的影响

翁优灵, 沙爱民, 郑蕉林

(长安大学 特殊地区公路工程教育部重点实验室, 陕西 西安 710064)

摘要:利用 Mastersizer 2000 激光粒度仪测定河南商丘粉土的粒度, 研究样品浓度、泵速、超声预分散、分散介质、样品的光学系数等控制参数对测试结果的影响。结果表明, 粉土光学系数的选择对其影响不大; 样品浓度在 $0.9 \sim 1.3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 和泵速在 $2\,500 \sim 3\,000 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 范围内, 其结果具有较高的重复性; 分散是保证其结果准确性的必要条件, 合适的超声分散条件为端位移 20、分散时间 15 min; 分散介质对其结果影响较大, 该粉土在水中的测试结果要小于在无水乙醇中所测的结果。

关键词:道路工程; 粉土; 粒度分析; 激光粒度分析仪; 控制参数; 影响

中图分类号:U412.222

文献标识码:A

Effect of control parameters on particle size analysis of silt

WENG You-ling, SHA Ai-min, ZHENG Jiao-lin

(Key Laboratory for Special Area Highway Engineering of Ministry of Education, Chang'an University, Xi'an 710064, China)

Abstract: This paper studied the factors affecting the accuracy of silt particle size analysis by using Mastersizer 2000 laser particle size analyzer. These factors were concentration, pump and stirrer speed, pre-dispersion of ultrasonic, dispersion medium and optical properties of sample. The results show that there is little influence on particle size for optical index of silt. When sample concentration is in the range of 0.9 to $1.3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, and pump speed set between 2500 and $3000 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$, the results with good repeatability are obtained. Dispersion is very important for the accuracy of particle size analysis, the suitable operating dispersing conditions using ultrasonic for Shangqiu silt are 20 for displacement value and 15 minutes for ultrasonic time. The medium diameter of silt determined in distilled water is smaller than that in ethanol, which shows that dispersion medium is another important factor for the results. 1 tab, 9 figs, 6 refs.

Key words: road engineering; silt; particle size analysis; laser particle size analyzer; control parameters; effect

0 引言

道路工程中粉土的工程性质较差, 如压实困难、承载力小、抗剪强度低, 并且不易稳定。这些性质与粉土的组成、结构等密切相关, 而颗粒群的粒度分布

是其中重要的特性值, 它常常决定着粉土的物理、力学和化学性质。目前中国规范^[1]中规定粒径小于 0.074 mm 的土利用比重计法和移液管法进行粒度分析, 这两种试验方法所得的结果代表性较好, 理论性强, 但其操作繁琐, 测试时间长, 测试精度和重复

性都不够理想^[2]。激光粒度分析仪是一种快速、准确、非接触的粒子尺寸测量仪器。其原理是一定波长的激光光束照射到测量区,测量区中待测粒子群产生光散射,并形成一定的空间光强分布,通过测定散射光强分布计算出被测样品的粒度分布。

利用激光粒度分析仪进行粒度分析时,控制参数的选择对测试结果影响较大,因此有必要对样品测量过程中控制参数的选择加以研究与优化,以期得出符合实际的粒度分析结果。这些控制参数包括分散条件,如试样浓度、分散介质、泵速、超声波强度与超声分散时间,确定试样合理的光学特性系数等。

1 试验

1.1 原材料

试验粉土取自河南商丘地区,晒干碾散后过 2 mm 的筛。

1.2 仪器

采用 Malvern Mastersizer 2000 激光粒度分析仪测试粉土的粒度分布,测量范围为 0.02~2 000 μm ,利用分散附件 Hydro2000MU 自带的超声波探头进行超声分散试验,超声频率为 35 kHz,超声强度用端位移表示,超声发生时样品槽溶液的体积为 800 mL。采用 Sartorius BP121S 型电子分析天平称取粉土的质量,可以精确到 0.001 g; Malvern Zetasizer Nano Z 型 zeta 电位分析仪用于测定粉土溶液的表面电位;PHIPLPS XL20 型扫描电镜(SEM)用于观测粉土的形貌和粒度分布。

1.3 试验方法

粒度分析时,利用手动测量方式进行土样的重复性试验。手动确定参数步骤:先在样品槽中加入 800 mL 的分散介质,启动超声波分散器进行超声脱气 2 min 后,开启泵和搅拌器,加入一定质量的试样,设置超声时间和端位移值,启动超声,待样品浓度达到测量要求时,进行粒度测量。

2 结果分析

2.1 粉土试样浓度对粒度测定结果的影响

以 800 mL 蒸馏水作为分散介质,端位移设为 20,泵速设为 3000 $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$,分别加入不同质量的粉土试样^[3],再用超声波分散器分散 3 min,然后进行粒度测定,所得结果见图 1。

由图 1 可以看出,随着土样浓度的增加,样品的遮光度逐渐增加,而样品的中位径先后呈现下降、平缓、增大的趋势。中位径,即累计筛下通过量为

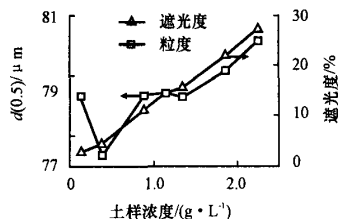


图 1 不同浓度下样品的粒度和遮光度

50%所对应的粒径,通常以 $d(0.5)$ 表示。浓度过小时,样品中的颗粒数大大减少,而太少的颗粒数会产生较大的取样及测量的随机误差,导致结果变异性大,使样品不具有代表性;土样浓度过大时,颗粒之间容易发生多次散射作用,使测得的粒径偏大、粒度分布范围较宽,测试结果误差较大。为满足仪器测试需要的最少样品量要求,遮光度下限设置为 10%。由图 1 可知,当遮光度处在 10%~15%之间时,粉土试样的浓度为 0.9~1.3 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 时,所测得结果重复性较高。然后,在此浓度范围内进行 20 次重复测量,所得 $d(0.5)$ 结果的标准差 $\sigma=0.79$,重复性相对误差 $\delta=0.98\%$ 。结果表明,在该浓度范围内进行粒度测试,其结果确实具有较好的重复性。

2.2 泵速对粒度测定结果的影响

使用泵和搅拌器的目的是在样品槽中保持均匀分散的悬浮颗粒,然后将所有粒度的颗粒输送至流量样品池。对于大颗粒和密度明显高于悬浮液的颗粒必须以足够高的速度流过导管和流量样品池,以防止最大颗粒沉淀下来;同时使最大的颗粒与较小的颗粒以近似相同的速度穿过流量样品池,以使速度偏移量的作用不会影响最终结果。可见,合适的泵速是保证测量结果可靠性的 1 个重要条件,不同泵速条件下所得的结果见图 2。

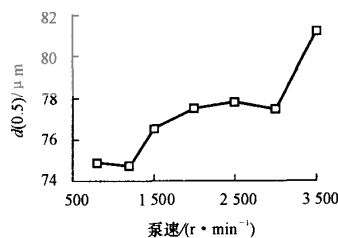


图 2 泵速对粉土粒度的影响

由图 2 可见,泵速太小,则大颗粒容易沉淀,且大、小颗粒不能以相同的速度通过流量样品池,造成所测的粒度偏小,结果变异性大;泵速太大,则会使样品槽中的液体出现涡流,而诱导气泡进入悬浮液中,使得测量结果失真。泵速为 3 500 $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$ 时,测量结果出现了端部上翘的现象(图 3)。

为了证实图3中端部上翘的现象是由于涡流产生的气泡引起的,设计如下试验:洗净样品槽和流量样品池后,在样品槽中加入600 mL蒸馏水(正常工作液位是800 mL),不设超声,开启泵速至3 000 $r \cdot \min^{-1}$,然后测量气泡的粒度。发现样品槽中的水在搅拌器和泵的作用下产生大量可见的气泡(图4)。由图4可知,气泡的粒径处于150~500 μm 和700~1 500 μm 之间。Loizeau等(1994)^[4]曾试验得出气泡的粒径处于150~500 μm 之间。此结果与试验得出的微细气泡的粒径范围相一致,而剧烈的搅拌可能会导致大气泡形成。对比图3、图4,不难看出图4端部翘起现象是由气泡引起的。

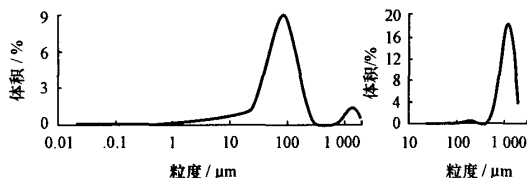


图3 泵速为3 500 $r \cdot \min^{-1}$ 时测得的粒度分布

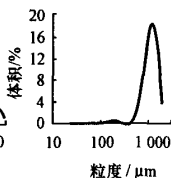


图4 蒸馏水气泡的粒度分布

因此,将泵速设为2 500~3 000 $r \cdot \min^{-1}$ 是合适的,由图2可知,在此条件下测量结果的重复性也比较好。

2.3 超声强度对粒度测定结果的影响

分散介质在超声波的作用下,产生强烈的空化作用,致使液体微粒在1 s内可以发生上万次的激烈碰撞,单位面积上的碰撞力可达100 MPa之高。由此产生的剪应力穿过悬浮液可以破坏颗粒之间的连接,从而达到分散团聚颗粒的目的^[5]。相同浓度的样品在不同的超声强度下(端位移为10、20),分别测试其粒度随超声时间的变化,测试结果见图5。

由图5可知,在不同的超声强度下,其粒度随超声时间的变化规律基本相同,即颗粒的中位径随超声时间的增大而减少,这说明颗粒渐趋分散;在相同的超声时间,端位移20条件下测得的粒径明显要比端位移10条件下测得的粒径小,说明超声强度越高,其颗粒分散效果越好。因此,将超声强度的端位

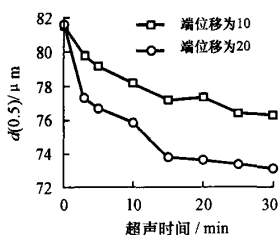


图5 超声强度对粉土粒度的影响

移设为20是合适的。

2.4 超声时间对粒度测定结果的影响

将超声强度的端位移设为20,泵速设为3 000 $r \cdot \min^{-1}$,配制1.1 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的粉土溶液,分别测试其不同超声时间(0,3,5,10,15,20,25,30 min)条件下的粒度,同时用zeta电位分析仪测定其相应的zeta电位值,测试结果见图6。

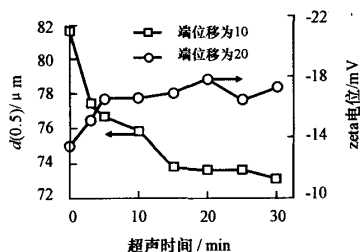


图6 超声时间对粒度和zeta电位的影响

悬浮液的稳定性与其在水中的动电性质密切相关,胶粒的zeta电位高,表明其表面电荷密度高,颗粒之间的排斥力大,体系容易稳定。由图6可以看出:超声时间越长,粉土溶液分散体系的zeta电位绝对值越大,但在25 min时略有变小,而后30 min再一次增大,原因可能是分散的土颗粒在超声25 min时出现了轻微的团聚现象,然后在超声的进一步作用下,30 min时又趋于分散,这种变化与粒度结果相对应;超声时间对粉土粒度的影响在15 min后趋于稳定。

多次重复试验还发现,超声20 min后,其粒度测量结果容易出现类似于图3的现象,原因可能是长时间的超声和搅拌,使得样品槽中的温度升高(试验开始时溶液温度为30 $^{\circ}\text{C}$,超声20 min后溶液升至34 $^{\circ}\text{C}$,30 min后升至38 $^{\circ}\text{C}$),溶液中容易出现涡流,诱导气泡进入流量样品池,导致结果变异性较大。综合上述原因,可将超声时间设置为15 min。

2.5 分散介质对粒度测定结果的影响

图7是粉土在不同分散介质中(蒸馏水,无水乙醇)的测定结果,其他条件相同。由图7可知,分散介质对结果影响较大,该粉土在蒸馏水中的测试结果(中位径)要小于在无水乙醇中所测的结果。这说明粉土在蒸馏水中的分散效果要好于在无水乙醇中的分散效果。这是由于粉土的界面电荷即zeta电位所致,同在超声15 min时(其他条件相同),粉土在蒸馏水中的zeta电位为-16.88 mV,而在无水乙醇中的zeta电位为6.46 mV,由于 $|\text{zeta}|_{\text{水}} > |\text{zeta}|_{\text{无水乙醇}}$,故粉土在蒸馏水中由其表面电荷产生的斥力较大,因此分散性更好。

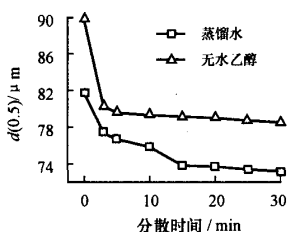


图7 不同分散介质对粒度的影响

2.6 光学参数对粒度测定结果的影响

确定合适的分散条件后,利用软件中的结果后处理功能,改变物质的折射率和吸收率,直到测量结果的残差最小,即可认为此时的测量结果即代表了待测物质的粒度^[5,6]。结果见表1。从表1中可以看出,对于中值粒径大于50 μm的样品而言,光学参数的选择对粉土测试结果影响不大。

表1 光学参数对粒度测定结果的影响

参考物质	折射率	吸收率	$d(0.5)/\mu\text{m}$	残差
China clay(av)	1.555	0.1	74.635	0.293
新物质1	1.600	0.1	74.891	0.301
新物质2	1.700	0.1	75.109	0.309
新物质3	1.500	0.1	74.629	0.298
新物质3	1.555	0.5	74.631	0.303

2.7 粉土的扫描电镜分析

分别对未经分散的粉土和经超声分散15 min后(端位移为20,泵速为3000 r·min⁻¹)的粉土进行扫描电镜观察,结果见图8,其中图8(a)为未经分散的粉土SEM图,图8(b)为经超声分散15 min后的粉土SEM图。可见,未经分散的粉土颗粒之间团聚现象比较严重,尤其是50 μm以下的颗粒,几乎都是与其他大颗粒粘连在一起;而经超声分散后的粉土中不存在明显的团聚现象,大小颗粒边界清晰,颗粒充分分散,其粒径主要集中在50~110 μm之间,这与激光粒度分析仪所测得的结果相吻合(图9),表明合适的分散条件使粉土颗粒获得更好的分散性。

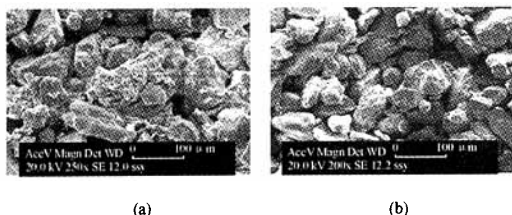


图8 粉土在不同条件下的SEM图

3 结 语

(1)利用激光粒度分析仪对河南商丘地区的粉土进行粒度测试,其最佳的样品浓度应为0.9~1.3

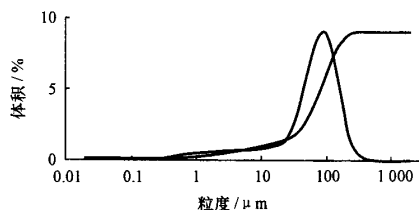


图9 合适条件下测得的粉土粒度分布图

$\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$,合适的泵速为2 500~3 000 r·min⁻¹。

(2)超声预分散是保证结果准确性的必要条件,合适的分散条件为超声强度端位移设为20,超声分散时间为15 min。

(3)进行粉土的粒度测试时,所选择的分散介质应能使粉土得到最好的分散,蒸馏水的分散效果明显好于无水乙醇。

(4)对该粉土而言,光学参数的选择对其测试结果影响不大。

(5)确定合适的控制参数,创建粉土的SOP(标准操作规程),便于采用同一方法对相同类型的样品进行测量。对其他粉土或粘土的SOP可通过相类似的重复试验,以便确定其较优的测量参数。

参考文献:

References:

- [1] JTJ051-93. 公路土工试验规程[S]. 1993.
JTJ051-93. Test methods of soil for highway engineering[S]. 1993.
- [2] 陈秀法,冯秀丽,刘冬雁,等. 激光粒度分析与传统粒度分析方法相关对比[J]. 青岛海洋大学学报, 2002,32(4):608~614.
CHEN Xiu-fa, FENG Xiu-li, LIU Dong-yan, et al. Correlation comparison between laser method and pipette sieve method of grain size[J]. Journal of Ocean University of Qingdao, 2002,32(4):608-614.
- [3] Adrian Chappell. Dispersing sandy soil for the measurement of particle size distributions using optical laser diffraction[R]. Catena: Catena University, 1998.
- [4] Loizeau J L, Arbouille S, Santiago S. Evaluation of wide range laser diffraction grain size analyzer for use with sediments[J]. Sedimentology, 1994,41: 353~361.
- [5] Malvern Instruments Corporation. Users Guide of Mastersizer 2000[Z]. Malvern: Malvern Instruments Corporation, 2000.
- [6] 李 哲,王芝银,谢永利. 粗粒土类别的分形图解[J]. 长安大学学报(自然科学版), 2004,24(6):15-19.
LI Zhe, WANG Zhi-yin, XIE Yong-li. Fractal graphic of sands categories[J]. Journal of Chang'an University (Natural Science Edition), 2004,24(6):15-19.