

© А.С. Шишкин, С.Ф. Шишкин, Т.В. Илюнина, 2012 г.
ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»
г. Екатеринбург
dr.ash@uralweb.ru

СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ФОТОСЕДИМЕНТАЦИИ И ЛАЗЕРНОЙ ДИФРАКЦИИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ТОНКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ

Гранулометрический состав представляет собой распределение частиц по размерам и является очень важной характеристикой, определяющей физико-химические свойства дисперсных материалов. Гранулометрический состав многих материалов строго регламентируется различными отраслевыми стандартами, ГОСТами и техническими условиями.

В настоящее время разработано много методов гранулометрического анализа дисперсных материалов, они непрерывно совершенствуются и широко применяются. На рынке представлены приборы таких известных фирм, как Shimadzu, Horiba, Fritsch, Malvern, Micromeritics, Retch, Coultronics и др.

Различные методы анализа гранулометрического состава используют различные физические принципы и законы, поэтому сравнивать результаты этих анализов не корректно. Например, при ситовом анализе в результате отсева фактически происходит определение наименьшего (из трех размеров) геометрического размера частицы, прошедшей через сетку с определенным размером ячейки. При классическом седиментационном анализе по скорости осаждения определяется размер эквивалентной сферической частицы, имеющей такую же скорость осаждения, как и реальная частица. Понятно, что результаты анализа не должны совпадать, хотя если частицы имеют сферическую форму (что достаточно редко) то, как показывает опыт, результаты измерений достаточно близки. Если рассматривать лазерные анализаторы, основанные на дифракции света частицами, то на результатах анализа будет сказываться микрорельеф поверхности частицы. Эти методы могут только дополнять друг друга, а при использовании результатов анализов необходимо учитывать, каким способом и на основе каких физических принципов получены результаты. Корректно сравнивать результаты можно только при проведении однотипных методов анализа.

Большинство выпускаемых вышеупомянутыми фирмами приборов использует принцип лазерной дифракции. Многие дифракционные

анализаторы позволяют определять дисперсионный состав частиц в диапазоне крупности от 0,1 до 2000 мкм. Лазерная дифракция (или более точно Low Angle Laser Light Scattering – LALLS) становится стандартным методом определения дисперсности частиц во многих отраслях промышленности. Суть этого метода основывается на том, что регистрируются не сами частицы, а рассеянный свет от этих частиц (дифракционная картина) и угол рассеяния света универсально пропорционален размеру частиц. Рассеянное частицами излучение регистрируется под разными углами с помощью высокочувствительных многоэлементных детекторов – фотодиодных матриц.

Поскольку данный метод является косвенным, то поверка приборов осуществляется с помощью стандартных эталонных порошков. Международные нормативные документы регламентируют представление основных результатов измерений анализаторами размеров частиц в виде d_{10} , d_{50} и d_{90} , что соответствует процентному содержанию весовой доли частиц заданного размера менее 10, 50 и 90 в % от общего содержания. В соответствии с ISO 13320 действуют следующие требования к стандартным образцам:

- форма частиц – сферическая;
- известное распределение частиц по размерам;
- погрешность аттестованного значения d_{10} , d_{90} должна быть не более $\pm 5\%$, а для $d_{50} \pm 3\%$;
- распределение частиц по размерам должно устанавливаться абсолютными методами;
- известен показатель преломления.

Как видим, одно из требований к эталонным порошкам – распределение частиц по размерам должно устанавливаться абсолютными методами.

Как известно седиментация основывается на осаждении в соответствие с классическим законом Стокса, и поэтому относится к абсолютным методам. На кафедре ОАСП «Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» разработан прибор для гранулометрического анализа дисперсных материалов Сканирующий фотоседиментограф СФ-2М, который внедрен более чем на 30 предприятиях (рис. 1). Данный прибор использует современную элементную базу (лазерные диоды, компьютерную обработку сигнала). Программное обеспечение позволяет подбирать широкий спектр аналитических функций распределения, например *инфинитные* функции $Ri(x_i)$:

Функция Плитта:

$$Ri(x_i) = \frac{100}{1 + (x_i/x_{50})^p}, \quad (1)$$

где x_i – размер частиц, м; x_{50} – средний (медианный) размер частиц, м; p – параметр аппроксимации (безразмерная величина);

Приведенная функция Розина – Рамлера:

$$Ri(x_i) = 100e^{-\ln 2 \cdot (x_i/x_{50})^p} \quad (2)$$

Нормально-логарифмическая функция распределения

Данное распределение может быть представлено через интеграл вероятности:

$$Ri(x_i) = 100 \left(1 - \frac{p}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^t e^{-\frac{p^2}{2} \ln^2 t} dt \right), \quad (3)$$

где $t = \ln \frac{x}{x_{50}}$.

Для описания полимодальных составов используются многопараметрические комбинированные аппроксимации, например пятипараметрическая функция:

$$R(x) = \frac{k}{1 + \left(\frac{x_i}{x_p} \right)^p} + \frac{1-k}{1 + \left(\frac{x_i}{x_q} \right)^q}, \quad (4)$$

где k, p, q, x_p, x_q – параметры аппроксимации.



Рис. 1. Сканирующий фотоседиментограф СФ-2М конструкции кафедры «Оборудование и автоматизация силикатных производств», УрФУ

Для сравнения лазерного метода и метода фотоседиментационного анализа была проведена серия опытов на приборах HORIBA LA-300 и Сканирующий фотоседиментограф СФ-2М. Исследования проводились на

тонкодисперсном шамоте ОАО Богдановичские огнеупоры. На рис. 2 приведены дифференциальные распределения в виде частных остатков узких классов крупности на данных приборах.

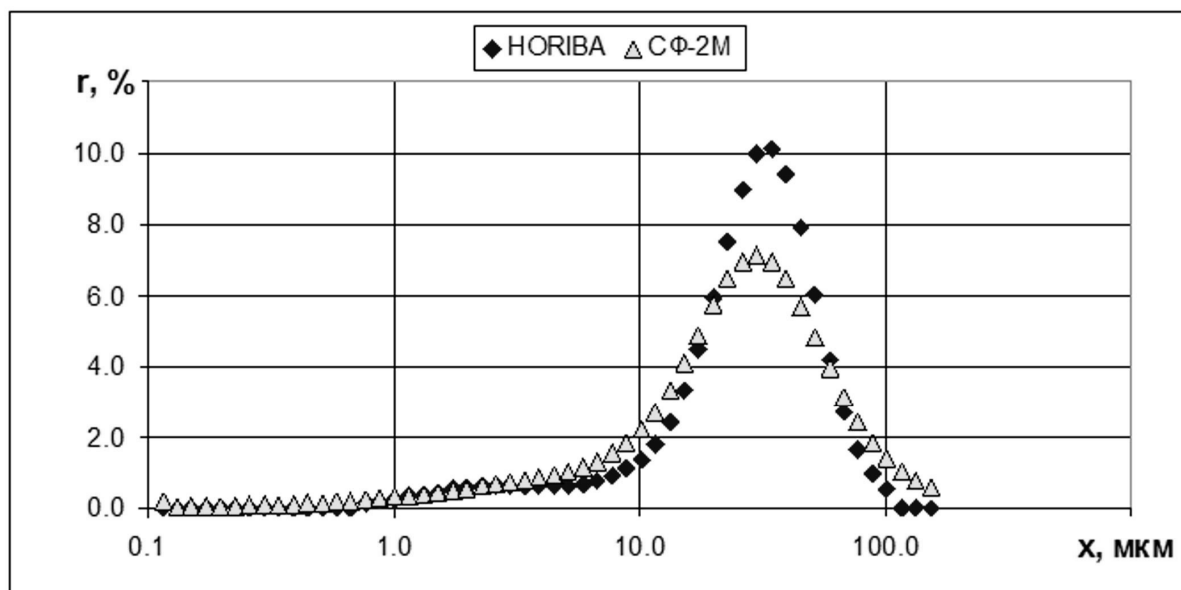


Рис. 2. Сравнение данных HORIBA LA-300 и Сканирующий фотоседиментограф СФ-2М

Как свидетельствуют представленные данные, оба метода анализа дают неплохое совпадение по моде и среднему размеру частиц. В тоже время лазерный метод показывает более сосредоточенную зерновую структуру. В табл. 1 приведены сравнительные значения среднего размера частиц d_{50} , содержание D_5 частиц менее 5 мкм и содержание D_{10} частиц менее 10 мкм.

Таблица 1

Сравнительные данные анализа гранулометрического состава замкнутого цикла измельчения шамота

Продукт	Параметр	HORIBA LA-300	СФ-2М
Циклон	d_{50} , мкм	13.24	14.18
	D_5 , %	22.67	26.85
	D_{10} , %	39.89	39.55
Возврат	d_{50} , мкм	7.12	10.27
	D_5 , %	12.04	18.60
	D_{10} , %	27.38	24.25

Таким образом, несмотря на разные принципы измерения, экспериментальная проверка показала удовлетворительное согласие гранулометрического состава тонкодисперсного материала определенного на приборах HORIBA LA-300 и Сканирующий фотоседиментограф СФ-2М.