

改进的沉降天平法测定粒度 及其数据处理的微机编程

吴伯涛 魏永聪

(材料物化研究所)

摘 要

本文讨论: (1) 由试样悬浮液计算天平盘以上悬浮液所含试样总重量, 从而大大地简化了实验操作手续, 并提高了实验结果的准确度; (2) 应用三次样条插值法进行微机编程, 所得程序适用于很宽的粒度测定范围并获得较高的计算精度。

一、前 言

粒度是物质重要的物理化学参数之一, 物质的许多物理化学性质都和粒度的大小密切相关。因此, 准确测定物质的粒度及粒度分布, 对许多科技部门, 特别是对材料科学部门的各个领域都具有重要意义^[1, 2]。粒度测定对粘土矿物的科研和生产尤其重要。凡天然粘土矿物的开发评价; 对粘土组分、结构和性质等的理论研究; 对粘土制品生产条件的控制, 成品质量的鉴定等, 都和粒度测定有紧密的联系。因此准确测定粒度的方法, 对于粘土矿物的科研和生产都是十分重要的。

粒度的测定方法很多^[1, 2], 各种方法都有其适用的测定对象及特定的实验条件, 而沉降天平测定法则是目前应用最广的一种粒度测定方法, 上海天平仪器厂已有 TZC 型沉降天平的系列生产。为使这种粒度测定方法的实验结果更准确, 更易于实验操作, 本文讨论如何简化 TZC-2 型沉降天平测定粒度的实验方法以及提高实验结果精度的方法。首先配制一定浓度的粘土试样悬浮液, 再从此悬浮液的浓度计算天平称盘以上容器中悬浮液所含试样的重量 W , 以此取代在实验末了吸取称盘以上未沉降悬浮液及称盘上的沉淀烘干称重求 W 的方法。这样既简化了实验操作手续, 又提高了实验结果的精度。其次是采用了三次样条插值法进行微机编程以取代图解数据处理方法。三次样条插值法使所设计的微机计算程序能适用于粒度分布范围很宽的粘土试样, 并达到其它编程方法难以达到的精度。

本文1987年11月26日收到。

二、实验方法及数据处理

沉降天平测定粒度方法的主要步骤如下^[1, 2]：

(1) 在配制试样启动仪器之后, 沉降天平的自动记录仪上描出沉降量 P 对时间 T 的沉降曲线 $P-T$ 。

(2) 由斯托克公式计算所求各粒度 (如 粒径 $D_i = 44, 22, 16, 10, 8, 6, 5, 3, 2, 1.4$) 对应的沉降时间 T_i , 然后对各时间 T_i 作曲线 $P-T$ 的切线, 并延长切线使交于 P 轴, 求出截距 P_i , 然后再计算沉降量。

(3) 通过以下二个公式分别求出各粒径相应的沉降量 $P(I)$ 和累计分布百分数 $C(I)\%$ ：

$$P(I) = P_i - T \frac{dP}{dT} \quad (1)$$

$$C(I)\% = 100 \left[1 - \frac{P(I)}{W} \right] \quad (2)$$

式中, $P(I)$ 为粒径 $< D_i$ 时的累计沉降量 (以记录长度毫米数表示), P_i 是沉降曲线 $P-T$ 上某一粒径点的切线在 P 轴上的截距。 W 为天平称盘以上容器中悬浮液所含试样的重量 (以记录长度毫米数表示)。

沉降天平法常采用传统的图解数据处理方法。首先绘制沉降曲线的包络线, 并在包络线上作各粒径点的切线, 以求得截距 P_i 再求沉降量 $P(I)$ 。切线方向的准确与否将影响沉降量 $P(I)$ 的精度, 特别是在曲线两头接近线性的部分影响更大。至于天平称盘以上容器中悬浮液所含试样的重量 W , 传统的实验方法是在实验末了吸取天平称盘以上来沉降悬浮液及天平称盘上沉淀烘干称重求得的。在吸取悬浮液的过程中对悬浮液产生扰动是不可避免的, 这就导致沉降量的误差, 并且由于吸液操作时间的延误将引起新的沉降误差。由此可见, 传统的实验操作方法具有较大的实验系统误差。此外, 应用外推法求极限沉降量作为 W 值的方法, 往往和实验所得结果相差很大, 特别是对那些含有较大量小粒度的试样, 外推极限法是根本不能适用的。

为解决以上存在问题, 简化实验操作手续, 并提高实验结果的精度, 下面以福建省永安 1# 粘土矿通过 325 筛目的试样为例进行实验处理以示说明。

例: 准确称取约 21.0000g 的粘土试样, 配成 800.00ml 的悬浮液。加分散剂并搅拌, 使试液保持良好的悬浮状态, 立即进行实验, 并通过下式计算 W 值:

$$W = W_1 \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{R_1^2}{R_2^2} \times \frac{D_1 - D_0}{D_1} \times \frac{1}{0.0200} \quad (3)$$

式中, W_1 为试样的重量 (g); V_1 为天平称盘以上容器中悬浮液的体积 (ml); V_2 为悬浮液总体积 (ml); D_1, D_0 分别表示试样及溶剂的密度 (g/cm^3); $\frac{D_1 - D_0}{D_1}$ 为浮力校正因子; 0.200 为天平记录仪每格 (mm) 相应的重量 (g/mm)。

实验结果如表 1 所示。

福建省永安1#粘土矿粒度分布

表 1 实验结果及表内数据

| $D_i(\mu\text{m})$ | 44 | 44—22 | 22—16 | 16—10 | 10—8 | 8—6 | 6—5 | 5—3 | 3—2 | 2—1.4 | <1.4 |
|--------------------|------|-------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| A | 0.97 | 1.27 | 2.46 | 2.21 | 4.10 | 3.19 | 5.90 | 12.18 | 13.46 | 10.96 | 43.28 |
| B | 0.94 | 1.23 | 2.40 | 2.15 | 3.98 | 3.10 | 5.73 | 11.82 | 13.06 | 10.64 | 44.93 |

表中, A 为实验末了吸取未沉降悬浮液及称盘上沉淀烘干称重求得的 W 值, 经运算所得的频率分布重量百分数; B 为由悬浮试液的浓度计算的 W 值, 经运算所得的频率分布重量百分数。

虽然表 1 中 A、B 二种实验方法计算所得结果相近, 但 B 法简化了实验手续(节省 10 多小时的吸液烘干称重等操作)减少了因实验操作不可避免的误差, 从而使实验所得结果更精确。

三、三次样条插值及微机编程

由于上述种种原因, 我们采用三次样条插值的数据处理方法, 从沉降曲线 $P-T$ 的坐标值, 直接计算曲线上各有关结点的导数 ($\frac{dP}{dT}$)^[3, 4], 再通过式 (1)、(2) 进行微机编程, 以计算沉降量 $P(I)$ 及累计分布重量百分数 $C(I)\%$ 。所设计的微机程序适用于粒度分布范围很宽的粘土试样。表 2 为应用图解法与上述微机编程计算方法所得福建省长庆3#粘土试样的粒度分布。

福建省长庆3#粘土试样的粒度分布

表 2

| $D_i(\mu\text{m})$ | 44 | 44—22 | 22—16 | 16—10 | 10—8 | 8—6 | 6—5 | 5—3 | 3—2 | 2—1.4 | <1.4 |
|--------------------|-----|-------|-------|-------|------|-----|-----|-----|-----|-------|------|
| 频率分布 A | 6.3 | 4.4 | 8.6 | 1.8 | 7.0 | 5.9 | 2.7 | 2.6 | 3.6 | 12.9 | 20.4 |
| 频率分布 B | 6.1 | 4.2 | 8.4 | 1.7 | 7.0 | 5.9 | 2.6 | 2.7 | 3.6 | 12.4 | 21.3 |

表中, A 为微机编程运算所得频率分布; B 为图解法求得的频率分布。两种方法所得结果相当接近, 但微机运算要比图解法简便得多。

四、微机程序及说明^[4, 5]

本程序录入 HP-85 型微机磁带中, 使用说明见表 3。

```
10 PRINT "PARTICLE SIZE MEASURE MENT"
```

```
20 PRINT
```

```
30 PRINT "SAMPLE NUMBER....."
```

```
40 DISP "NUMBER OF DATA READING S"
```

```
50 INPUT N
```

```
60 DISP "SOLVENT VISCOSITY U"
```

```

70 INPUT U
80 DISP "HEIGHT OF SEDIMENTATION H"
90 INPUT H
100 DISP "DENSITY OF SUSPENSOR D1"
110 INPUT D1
120 DISP "DENSITY OF SOLVENT "
130 INPUT D0
140 DISP "NOTE VELOCITY V"
150 INPUT V
160 DIM X(20), Y(20), A(20), B(20), C(20),
D(20), S(20), P(20)
170 PRINT "TIMES OF SEDIMENTATION"
180 FOR I=1 TO N
190 READ S(I)
200 X(I)=18*U*H/((D1-D0)*981*(S(I)*10
    ^-4)^2)*V/60
210 NEXT I
220 PRINT "PARAMETERS"
230 PRINT "N=" ; N ; ", U=" ; U ; ", H=" ; H ; ", D1=" ; D1 ; ", D0=" ; D0 ; ",
V=" ; V
240 PRINT "VALUE OF D.T."
250 FOR I=1 TO N
260 PRINT "X( " ; I ; " )=" ; X(I)
270 NEXT I
280 DATA 44, 22, 16, 10, 8, 6, 5, 3, 2, 1.4
290 BEEP 30, 50
300 PAUSE
310 DISP "READ Y FROM P-T CURVE, LET Y=P"
320 FOR I=1 TO N
330 INPUT Y(I)
340 NEXT I
350 BEEP 30 50
360 H=X(2)-X(1)
370 Y=Y(2)-Y(1)
380 A(1)=-5
390 B(1)=1.5*Y/H
400 N1=N-1
410 FOR J=2 TO N1
420 H1=H
430 Y0=Y
440 H=X(J+1)-X(J)
450 Y=Y(J+1)-(J)
460 F=H1/(H1+H)
470 T=3*((1-F)*Y0/H1+F*Y/H)
480 A(J)=-(F/(2+(1-F)*A(J-1)))
490 B(J)=(T-(1-F)*B(J-1))/(2+(1-F)*
    A(J-1))
500 NEXT J
510 A(N)=(3*Y/H-B(N-1))/(2+A(N-1))
520 A(N1)=A(N1)*A(N1+1)+B(N1)
530 N1=N1-1
540 IF N1>0 THEN 520
550 DISP "SAMPLE WEIGHT W1"
560 INPUT W1
570 DISP "RADIUS OF PAN R1"
580 INPUT R1
590 DISP "RADIUS OF LIQUID CONTAINER
R2"
600 INPUT R2
610 DISP "VOL OF LIQ ABOVE PAN V1"
620 INPUT V1
630 DISP "TATOL VOL OF LIQ V2"
640 INPUT V2
650 PRINT "W1" ; W1 ; ", R1=" ; R1 ; " R
2=" ; R2 ; ", V1=" ; V1 ; " V=" ; V2
660 W=W1*(R1^2/R2^2)*((D1-D0)/D1)*(1/0.02)*V1/V2
670 PRINT "W=" ; W
680 FOR I=1 TO N
690 P(I)=Y(I)-X(I)*A(I)
700 NEXT I
710 PRINT "VALUE OF INT W.D.PERCENTAGE"
720 FOR I=0 TO N
730 P(0)=0
740 C(I)=100*(1-P(I)/W)
750 PRINT "C( " ; I ; " )=" ; C(I)

```

```

760 NEXT I
770 PRINT "VALUE OF FRE W D PERC-
ENTAGE"
780 FOR I=0 TO N-1
790 D(I)=C(I)-C(I+1)
800 PRINT "D( "; I; " )=" ; D(I)
810 NEXT I
820 PRINT "D(10)=" ; C(10)
830 BEEP 20, 50
840 END

```

表 3

| 序 | 输 入 | 显 示 | 输 出 |
|----|---------|---------------------|--|
| 1 | 程序名称PSM | PSM | |
| 2 | 运 行 | 输入数据数目 N ? | |
| 3 | N | 溶剂粘度 U ? | |
| 4 | U | 沉降高度 H ? | |
| 5 | H | 悬浮物质密度 D_1 ? | |
| 6 | D_1 | 悬浮介质密度 D_0 ? | |
| 7 | D_0 | 记录纸速度 V ? | |
| 8 | V | | 打印输出 N, U, H, \dots |
| 9 | | | 打印输出沉降时间 |
| 10 | | | 打印输出 $X(1) =$ $X(2) =$ \vdots $X(N) =$ |
| 11 | 按继续键 | 读出 Y 值, 令 $Y = P$ | |
| 12 | Y | | |
| 13 | | 试样重量 W_1 ? | |
| 14 | W_1 | 称盘半径 R_1 ? | |
| 15 | R_1 | 液体容器半径 R_2 ? | |
| 16 | R_2 | 称盘以上悬液体积 V_1 ? | |
| 17 | V_1 | 悬液总体积 V_2 ? | |
| 18 | | | 打印输出 W_1, R_1, R_2, \dots |
| 19 | | | 打印输出累计分布 $c(0) =$ $c(1) =$ \vdots $c(N) =$ |
| 20 | | | 打印输出频率分布 $D(1) =$ $D(2) =$ \vdots $D(N) =$ |

五、实验及运算举例

使用 TZC-2 沉降天平及 HP-85 微机, 试样为福建省永安¹*粘土矿样 (<325 目)。

实验温度 $t = 31^{\circ}\text{C}$; 水的密度 $D_0^{31^{\circ}\text{C}} = 0.9954\text{g}/\text{cm}^3$;

粘土密度 $D_1^{31^{\circ}\text{C}} = 2.60\text{g}/\text{cm}^3$; 水的粘度 $U^{31^{\circ}\text{C}} = 0.0078\text{dPa}\cdot\text{s}$

试样重量 $W_1 = 16.0030\text{g}$; 沉降液容器半径 $R_2 = 5.85\text{cm}$;

天平秒盘半径 $R_1 = 3.00\text{cm}$; 沉降高度 $H = 4.40\text{cm}$;

天平盘以上容器中悬液体积 $V_1 = 460\text{ml}$;

试样悬浮液总体积 $U_2 = 800\text{ml}$; 记录仪走纸速度 $V = 2.25\text{mm}/\text{min}$ 。

将以上参数按所编微机程序要求的顺序输入计算机运算, 结果如表 4—6 所示。表中 D_i 为粒径, T_i 为沉降时间; P_i 为沉降量的坐标值。

表 4

| $D_i(\mu\text{m})$ | 44 | 22 | 16 | 10 | 8 | 6 | 5 | 3 | 2 | 1.4 | <1.4 |
|--------------------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|--------|
| $T_i(\text{min})$ | 0.34 | 1.35 | 2.56 | 6.54 | 10.22 | 18.17 | 26.16 | 72.68 | 163.52 | 333.71 | — |
| 走纸(mm) | 0.76 | 3.04 | 5.75 | 14.70 | 22.99 | 40.88 | 58.87 | 163.52 | 367.92 | 750.56 | — |
| $P_i(\text{mm})$ | 1.8 | 4.8 | 6.8 | 12.0 | 15.0 | 20.2 | 23.6 | 34.3 | 43.4 | 50.4 | — |

表 5 累计分布重量及分数 $C(2)\%$

| $D_i(\mu\text{m}) \leq$ | 44 | <44 | 22 | 16 | 10 | 8 | 6 | 5 | 3 | 2 | <1.4 |
|-------------------------|-----|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|--------|
| $C(2)\%$ | 100 | 99.1 | 97.9 | 95.5 | 93.3 | 89.3 | 86.2 | 80.5 | 68.6 | 55.7 | 44.9 |

表 6 频率分布重量百分数 $D(I)\%$

| $D_i(\mu\text{m})$ | 44 | 44—22 | 22—16 | 16—10 | 10—8 | 8—6 | 6—5 | 5—3 | 3—2 | 2—1.4 | <1.4 |
|--------------------|------|-------|-------|-------|------|------|------|------|-------|-------|--------|
| $D(I)\%$ | 0.94 | 1.23 | 2.39 | 2.15 | 3.98 | 3.10 | 5.73 | 11.8 | 13.11 | 10.6 | 44.9 |

计算机运算打印数据如下:

各粒径 D_i 相应的沉降时间 $T_i(\text{mm} = \frac{1}{2.25} \text{ min})$:

$N = 10$, $U = 0.0078$, $H = 4.4$, $D_1 = 2.60$

$D_0 = 0.9954$, $V = 2.25$

VALUE OF D.T

$X(1) = 0.760168560428$

$X(2) = 3.0406742417$

$X(3) = 5.74877473823$

$X(10) = 750.860373972$

$X(4) = 14.7168633299$

$X(5) = 22.9950989528$

$X(6) = 40.8801759162$

$X(7) = 58.8674533193$

$X(8) = 163.520703665$

$X(9) = 367.921583247$

累计沉降分布重量百分数 $C(I)\%$ 及频率分布重量百分数 $D(I)\%$:

W1 = 16.0, R1 = 3.00, R2 = 5.86, U1 = 460, C(10) = 45.454172902

V2 = 800

W1 = 74.4043880269

VPLUE OF INT W.D PERCENTAGE

D(0) = 100

D(1) = 99.061245234

D(2) = 97.8331895024

D(3) = 95.4548575426

D(4) = 93.3151411549

D(5) = 89.3519553158

D(6) = 86.2664218323

D(7) = 80.5676711714

D(8) = 68.8086094557

D(9) = 55.859148616

VALUE OF FRE W.D PERCENTAGE

D(0) = .938754766

D(1) = 1.2280557316

D(2) = 2.3783319598

D(3) = 2.1397163877

D(4) = 3.9631858391

D(5) = 3.0855334835

D(6) = 5.6987506609

D(7) = 11.7590617157

D(8) = 12.9494068397

D(9) = 10.4049757114

D(10) = 45.454172902

我们还另外编写曲线绘制程序,可直接打印出实验所得 $P-T$ 沉降曲线及频率分布曲线。计算机打印出的“ $P-T$ ”对应关系及其曲线如图1所示。

| 1 | X(1) | Y(1) |
|----|----------|---------|
| 1 | 0.7600 | 1.8000 |
| 2 | 3.0400 | 4.8000 |
| 3 | 5.7500 | 6.8000 |
| 4 | 14.7000 | 12.0000 |
| 5 | 22.9900 | 15.0000 |
| 6 | 40.8800 | 20.2000 |
| 7 | 58.8700 | 23.6000 |
| 8 | 163.5200 | 34.3000 |
| 9 | 367.9200 | 43.4000 |
| 10 | 750.8600 | 50.4000 |

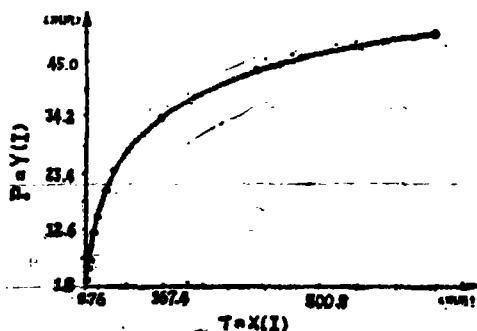


图1 沉降曲线 $P-T$

六、讨 论

1. 斯托公式

$$D_i = \left[\frac{18\mu}{(D_1 - D_0)g} \cdot \frac{x}{T_i} \right]^{\frac{1}{2}}$$

是沉降法测定粒度方法的理论基础,这个公式是在规定了一些假设的条件下推导出来的,这些条件在实验操作中只能近似地得到满足,许多情况下这些条件是难于满足的,因此实验结果必然存在着较大的系统误差。TZC-2型天平最小分度值为 20mg/mm,实验有效数字只有二位。本文所讨论的实验方法只能减少沉降法的系统实验误差,而不可能降低由于斯托克公式本身带来的误差。决不可因为应用电算而把实验结果的有效数字或实验的精度,随意提高到超过实验原理及所使用仪器所能达到的水平。

2. 为保证获得既连续又光滑的沉降曲线包络线, 最好使用曲线板, 按梯形顶点的走向每三点为一段顺次联成曲线。后面一段的前面两点应是前面一段的后两点, 这种划线法对曲线两头接近线性的部分尤为重要。采用三次样条插值法的目的同样是要使所处理的曲线在各结点处既连续又光滑, 从而提高数据处理的精度。关于三次样条插值法的原理可参考数据处理专著^[3]。

3. 本文是结合粘土研究中的粒度测定进行讨论的, 若将实验条件, 如试样的用量, 悬浮液的浓度, 沉降高度…进行必要的调整, 则所讨论的方法也能适用于其它类型试样的粒度测定。

参 考 文 献

- (1) 胡荣泽等编著, 粉末颗粒孔隙的测量, 冶金工业出版社, (1982)。
- (2) Allen, T., Particle Size Measurement, 3rd Ed., Chapman and Hau, (1981)。
- (3) 江体乾编著, 化工数据处理, 化工出版社, (1984)。
- (4) 王林、张晓卫编著, 微型计算机算法与程序——扩展 BASIC, 上海科技出版社, (1983)。
- (5) 张巨洪等编著, BASIC 语言程序库, 清华大学出版社, (1983)。

An Improved Sedimentation Balance Method for Measuring Particle Size and Its Computerized Data Handling

Wu Bochou Wei Yongcong

Abstract

In this study the authors

1. using concentration of the sample suspension to calculate total weight of the sample which containing in the suspension on the balance pan, and thus greatly simplify the experiment procedure and increase the accuracy of its results,

2. using cubic spline interpolation for microcomputer programming in its data handling, and thus obtain a program applicable for a wide range of granulometry with a higher computational accuracy.