

激光衍射粒度仪在连云港软土颗粒分析中的应用

殷 杰¹, 邓永锋², 徐 飞²

(1. 河海大学岩土工程研究所, 江苏 南京 210098; 2. 东南大学交通学院, 江苏 南京 210096)

摘要 采用马尔文(Malvern)公司生产的 Mastersizer Micro(MAF5000)激光衍射粒度仪测定江苏连云港地区软土的粒度分布,对样品质量浓度、泵速、超声波强度与时间、分散剂选取等控制参数进行了优化设计,确定合适的控制参数,便于对相同类型的软土测量确定标准操作规程.将合适条件下测得的软土粒度分布与传统方法得到的结果进行了对比分析,结果表明,激光粒度仪测量的粒径分布范围较广,采集的数据点比传统方法要密,测量的精度要高于传统方法,因此可以用激光法代替传统方法,以快速准确地测得软土的粒度分布.

关键词 软土 粒度分析 激光衍射粒度仪 控制参数 连云港

中图分类号: TU411

文献标识码: A

文章编号: 1000-1980(2008)03-0379-05

连云港位于我国黄海之滨,分布着典型的海相天然沉积软弱黏土.软土的工程性质较差,具有天然含水量高、压缩性大、渗透性小、抗剪强度低等特性^[1].导致软土具有上述特性的重要原因之一在于软土的颗粒组成与粒度分布,因此有必要对软土进行粒度分析.国内规范^[2]规定粒径小于 0.075 mm 的土可用密度计法和移液管法进行粒度分析,这 2 种传统的试验方法所得的结果代表性较好,理论性较强,不足之处在于操作繁琐,测试时间长,测试精度和重复性都不够理想^[3].

本文采用马尔文(Malvern)公司生产的 Mastersizer Micro(MAF5000)激光衍射粒度仪测定江苏连云港地区软土的粒度分布(以下简称激光法),基于传统方法得到的具有代表性的粒度分布结果,对激光衍射粒度仪中的控制参数进行了优化设计,便于建立相同类型软土的标准操作规程.最后通过对比分析激光法与传统方法测得的软土粒度分布,找出二者存在的差异,分析激光法的优越性,确定合适的操作规程,使激光衍射粒度仪在软土颗粒分析中可以推广应用.

1 试验仪器与原理

Mastersizer Micro(MAF5000)激光衍射粒度仪将主机和分散系统集成一体,用于湿法测量.仪器质量为 32 kg,长 500 mm、宽 325 mm、高 560 mm.配备 1 000 mL 玻璃烧杯用于盛放待测样品溶液,可量测 0.3 ~ 300 μm 范围的任意形状颗粒.重现率优于 0.5% 且准确率优于 2%,可在 1 min 内快速获得 1 组测量结果,采用完全米氏光散射理论,彻底解开了光与物质的相互作用方程.

激光衍射粒度仪工作原理如图 1 所示.由 He-Ne 激光器发射出一束一定波长的激光经过滤镜后成为单一的平行光束,该光束照射到颗粒样品后发生散射现象,而散射角与颗粒的直径成反比.散射光经傅立叶或反傅立叶透镜后成像在排列有多个检测器的焦平面上,散射光的能量分布与颗粒直径的分布直接相关,通过接收和测量散射光的能量分布就可以得出颗粒的粒度分布特征^[4].

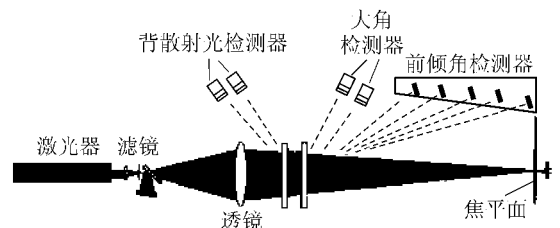


图 1 激光衍射粒度仪工作原理示意图

Fig.1 Schematic diagram of mechanisms of the laser diffraction grain size analyzer

2 传统粒度分析方法

传统粒度分析方法包括筛析法和沉析法. 筛析法是将样品通过不同孔径筛子从粗到细筛分, 适用于粒径大于 0.075 mm 且小于 60 mm 的土^[2]. 对于粒径小于 0.075 mm 的土可用沉析法进行粒度分析, 包括密度计法和移液管法. 悬浮液的浓度变化服从静水中质点的沉降规律, 假定土颗粒为球形, 采用斯托克斯(Stokes)公式计算出土的粒径分布^[3].

试验土样取自连云港地区, 取土深度为 2.5 m, 天然含水率为 66.4%, 液限 75%, 塑限 33%, 按照土工试验方法标准^[2]规定的试验步骤, 采用密度计法测量连云港软土的粒度分布. 测试结果如图 2 所示.

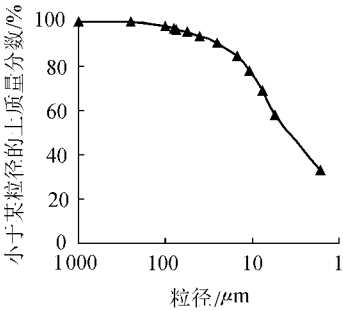


图 2 连云港软土粒径大小分布曲线
Fig.2 Grain size distribution curve of the soft clay in Lianyungang

3 激光衍射粒度仪控制参数的优化设计

基于传统方法得到的具有代表性的粒度分布结果, 对激光衍射粒度仪中的控制参数进行了优化设计, 控制参数包括试样质量浓度、分散时间、泵速、超声波强度等^[4-7].

3.1 优化思路

控制参数按照质量浓度→泵速→超声波强度→超声波分散时间→分散剂依次确定. 当确定某一控制参数时, 已通过试验取得最佳值的按该值设置, 尚未进行试验确定的参数仍按马尔文公司工程师推荐的经验值设置. 将待测参数作为变量, 分若干平行样进行测量, 以确定合适值.

按上述方法, 后一参数的确定建立在前一参数选定为最佳值的基础上, 全部试验完成后, 就可以筛选出匹配的一套参数^[8].

3.2 检测样品制作

取烘干土样 200 ~ 300 g, 碾碎, 过 2 mm 筛子, 过筛后土样量取 30 g 倒入 500 mL 锥形瓶, 注入纯水 200 mL, 浸泡过夜, 然后置于煮沸设备上煮沸, 煮沸时间 40 min. 冷却后的悬浮液移入 500 mL 烧杯中, 搅拌均匀后供激光衍射粒度仪用. 同时配制 4% (NaPO₃)₆ (六偏磷酸钠) 溶液 1 000 mL 作为分散剂使用.

3.3 检测质量浓度的确定

样品质量浓度的影响反映为遮光度对测量结果的影响, 加入适当的样品量才能保证测量的准确性^[5]. 遮光度是对任一时刻光束中样品数量的度量^[3]. 遮光度的上下限按马尔文公司工程师推荐的设置, 将遮光度控制在合适的范围内, 宜为 10% ~ 20%. 鉴于悬浮液的质量浓度难以控制, 故预先制备一定量的干粉.

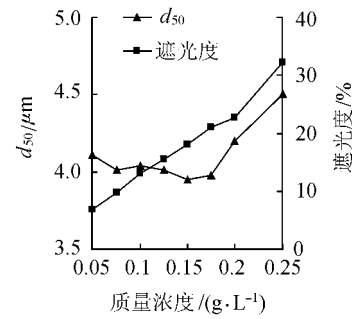


图 3 不同质量浓度下样品的遮光度和粒度

Fig.3 Measured beam obscuration and granularity under different concentration

使用泵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^[5]. 换

由图 3 可知, 当试样的遮光度为 10% ~ 20%、质量浓度为 0.1 ~ 0.2 g/L 时, 所测结果重复性较高, 测试结果与传统方法也比较吻合.

3.4 泵速的确定

使用泵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^[5]. 换

言之,泵速的大小将决定能否将不同粒径的颗粒输送到样品池,泵速太小,则大颗粒无法传送,太大又会产生气泡影响测量结果,因此需要确定合适的泵速.

为确定合适的泵速,以 800 mL 蒸馏水作为分散介质,按工程师推荐设置,超声波端位移设为 20 μm ,超声波分散时间为 5 min,配置 2 组已确定质量浓度的试样:其中一组加入配置好的分散剂 4% (NaPO_3)₆ 溶液;另一组不加分散剂,即原配样.泵速分别设定为 500 r/min,1 000 r/min,1 500 r/min,2 000 r/min,2 500 r/min,3 000 r/min,3 500 r/min,4 000 r/min,分别测定 2 组试样以及在 2 组试样基础上再分别施加超声波 5 min 后试样的 d_{50} 随泵速的变化情况,结果如图 4 所示.

由图 4 可以看出,泵速对软土 d_{50} 影响较大,呈现先变小再增大的趋势,泵速小时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,使测量结果失真.从图 4 可以看出,将泵速设在 2 500 ~ 3 500 r/min 时,测得的结果变异性小,重复性也比较好.

3.5 超声波强度与超声波分散时间的确定

分散介质在超声波作用下,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,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].

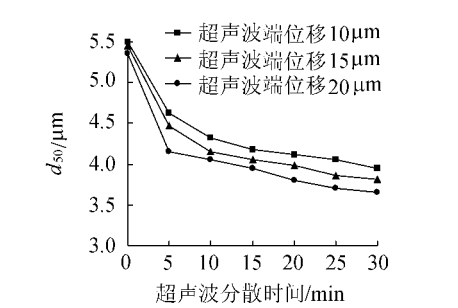


图 5 超声波强度及超声波分散时间对连云港软土粒度的影响
Fig.5 Influence of the ultrasonic intensity and dispersion time on the grain size of the soft clay in Lianyungang

3.6 分散剂的确定

激光衍射粒度仪的测量结果也会受到分散剂的影响,因此,选择是否使用分散剂,使用何种分散剂都是应当考虑的问题^[7].根据规范^[2]规定,对一般易分散的土选用 4% (NaPO_3)₆ 溶液为分散剂,为了与传统方法加以比较,本文选用 4% (NaPO_3)₆ 溶液为分散剂并与施加超声作用进行对比研究.首先,泵速为 2 500 r/min,以 800 mL 蒸馏水作为分散介质,分别加分散剂 8 mL,16 mL,24 mL,32 mL,对应的分散剂体积分数分别为 1%,2%,3%,4%,比较分散剂体积分数的变化对粒度的影响.接着对同样浓度试样仅施加超声波,比较超声波与分散剂的影响.最后对试样既加分散剂 8 mL (体积分数为 1%) 又施加超声波,分析两者对粒度的共同作用.超声波端位移统一设定为 20 μm ,超声波分散时间 10 min.试验结果如图 6 所示.

从图 6 可以看出,分散剂体积分数的变化对其粒度的影响不大,随着体积分数的增加, d_{50} 略微减小,但是遮光度却随着体积分

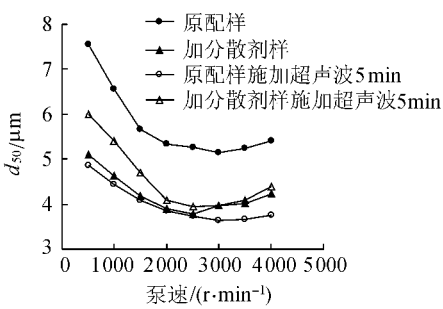


图 4 泵速对连云港软土粒度的影响
Fig.4 Influence of pumping rate on the grain size of the soft clay in Lianyungang

为了确定合适的超声波强度与其分散时间,配置相同质量浓度的试样,泵速设定为 3 000 r/min,不加分散剂,超声波端位移分别设为 10 μm ,15 μm ,20 μm ,分别测试在 0,5 min,10 min,15 min,20 min,25 min,30 min 不同超声波分散时间下的粒度(其中 0 指不施加超声波),确定合适的超声波强度及超声波分散时间.试验结果如图 5 所示.

由图 5 可知, d_{50} 随超声波分散时间的变化规律基本相同.在相同的超声波分散时间,超声波端位移越高,超声波强度越高,所得到的 d_{50} 就越小,说明超声波强度越高,颗粒分散效果越好.同理,在相同超声波强度下,即超声波端位移相同时,颗粒的 d_{50} 随超声波分散时间的增大而减少,表明颗粒渐趋分散,但是超声波分散时间越长,会使颗粒产生细化趋势,而且产生的噪声干扰也比较大.综上,取超声波端位移为 20 μm ,超声波分散时间 10 ~ 15 min 为宜.

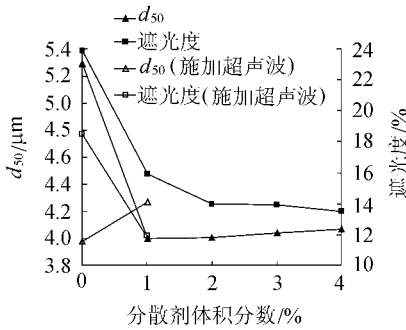


图 6 分散剂对连云港软土粒度的影响
Fig.6 Influence of the deflocculant on the grain size of the soft clay in Lianyungang

数的增加而减少.相比于不加分散剂的试样,分散剂加入后会使其遮光度显著下降.单独施加超声波也会达到同样的效果,只是没有加分散剂下降得多.加入分散剂和施加超声波后可以达到同样的效果,使得土样完全分散开来,所测得的 d_{50} 也很接近.但是如果同时施加超声波和分散剂,遮光度显著减小的同时, d_{50} 反而有所升高.综上所述,对于连云港软土样,施加超声波的作用与传统的加化学分散剂4% $(\text{NaPO}_3)_6$ 溶液所起的作用相当,换言之,可以仅施加超声波而不用分散剂.

4 激光法与传统方法的对比分析

对控制参数优化后,确定连云港地区软土样品的质量浓度为 $0.1\sim 0.2\text{ g/L}$ (遮光度 $10\%\sim 20\%$),泵速为 $2\,500\sim 3\,500\text{ r/min}$,分散条件为超声波端位移 $20\text{ }\mu\text{m}$,超声波分散时间为 $10\sim 15\text{ min}$.优化后条件下测得的连云港软土粒度分布如图7所示,为了与激光法比较,将图1用传统方法测定的粒度分布结果也绘入图7中.

为了详细比较激光法和传统方法之间的差别,对粒径分布采用分级比对,以找出两者间存在的差异.按SL237—1999《土工试验规程》规定的粒组划分情况,将不同粒径范围用激光法和传统方法测得的结果进行对比,如表1所示.

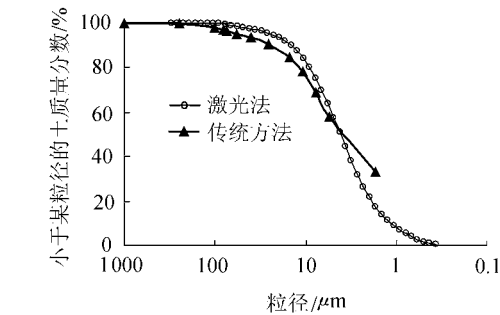


图7 激光法和传统方法所得连云港软土粒径分布曲线比较

Fig.7 Comparison of grain size distribution curves of soft clay in Lianyungang obtained using the laser method and traditional method

表1 连云港软土粒度分析激光法与传统方法的定量比较

Table 1 Quantitative comparison of the grain size of the soft clay in Lianyungang obtained using the laser method and traditional method

粒径范围/ μm	粒组 划分	土的质量分数/%		
		激光法	传统方法	激光法与传统方法之差
$\leq 2\,000$	粗砂	100	100	0
$500\sim 2\,000$		0	0	0
≤ 500	中砂	100	100	0
$250\sim 500$		0	0.2	0
≤ 250	细砂	100	99.8	0.2
$75\sim 250$		0.3	3.1	-2.8
≤ 75	粉粒	99.6	96.7	2.9
$5\sim 75$		41.3	39.9	1.4
≤ 5	黏粒	58.3	56.8	1.5
$2\sim 5$		36.7	20	16.7
≤ 2	胶粒	21.6	36.8	-15.2

从表1可以看出,对于连云港软土,粒径大于 $5\text{ }\mu\text{m}$ 时,采用激光法与传统方法所得结果比较吻合,说明激光法是可以替代传统方法进行粒度分析的,其中,用激光法比传统方法所测得的细砂质量分数要小 2.8% .即用传统方法测得的大颗粒直径含量稍大,估计是因为采用传统方法时,颗粒没有完全分散开的原因.同样,由于激光法采用超声波预分散,测得黏粒含量比传统方法高 1.5% ,大于 $250\text{ }\mu\text{m}$ 用激光法测出的值为零也是可以理解的.另外,值得注意的是,由于传统方法是根据不同直径的土颗粒在水中沉降速度不同而换算得到的,颗粒小的土粒沉降时间很长,按照规范中测试的时间无法测出粒径很小的颗粒质量分数,从图7可以很明显地看出,用传统方法难以测得小于 $1.7\text{ }\mu\text{m}$ 的土的准确质量分数,而采用激光法则弥补了传统方法这一不足,测量最小粒径可以小到 $0.3\text{ }\mu\text{m}$,并且时间很短,重复性也较好.正是由于采用激光法测量小粒径范围土的精度提高,使其与传统方法存在差别.从表1可以看出,尽管2种方法测得的黏粒质量分数比较吻合,但对于小于 $2\text{ }\mu\text{m}$ 的胶粒质量分数采用激光法比传统方法要小 15.2% ,这主要是由传统方法的局限性所致.传统方法依据斯托克斯公式只适用于重力沉降,当粒径小于 $2\text{ }\mu\text{m}$ 时,布朗运动起主导作用,从而产生较大误差,导致测试结果大于激光法,而激光法克服了以上不足,测试结果更为准确.文献[3,8-9]也有类似的研究结果.综上所述,激光法较传统方法的优点在于测量时间短、重复性高、分辨率高、测量范围广等.

5 结 论

a. 激光法测试时,最佳的样品质量浓度应为 $0.1\sim 0.2\text{ g/L}$ (遮光度 $10\%\sim 20\%$),合适的泵速为 $2\,500\sim 3\,500\text{ r/min}$.合适的分散条件为超声波端位移 $20\text{ }\mu\text{m}$,超声分散时间为 $10\sim 15\text{ min}$.

b. 确定合适的控制参数后,便于对相同类型的软土测量确定标准操作规程,其他类型土也可以采用同样的优化方法建立标准操作规程.

c. 激光法优于传统方法,激光衍射粒度仪测量的粒径分布范围较宽,采集的数据点比传统方法要密,测量的精度要高于传统方法.激光衍射粒度仪在软土颗粒分析中是可以推广应用的.

参考文献:

- [1] 章定文,刘松玉,于新豹.连云港海相软土特性研究[J].华中科技大学学报 城市科学版,2003,20(4):71-74.
- [2] GB/T 50123—1999,土工试验方法标准[S].
- [3] 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.
- [4] 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.
- [5] 翁优灵,沙爱民,郑蕉林.控制参数对粉土粒度测量的影响[J].长安大学学报:自然科学版,2005,25(4):17-20.
- [6] 刘幼萍,童娟,李小妮.应用马尔文 MS2000 激光粒度分析仪分析河流泥沙颗粒[J].水利科技与经济,2005,11(6):329-331.
- [7] 牛占,和瑞勇,李 静,等.激光粒度分析仪应用于黄河泥沙颗粒分析的实验研究[J].泥沙研究,2002(5):6-14.
- [8] LOIZEAU J L, ARBOUILLE D, SANTIAGO S, et al. Evaluation of a wide range laser diffraction grain size analyzer for use with sediments [J]. Marine Geology, 1994, 141: 353-361.
- [9] KONERT M, VANDENBERGHE J. Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction [J]. Sedimentology, 1997, 44: 523-535.

Application of a laser grain size analyzer in grain analysis of the soft clay in Lianyungang

YIN Jie¹, DENG Yong-feng², XU Fei²

(1. Geotechnical Research Institute, Hohai University, Nanjing 210098, China ;

2. College of Transportation, Southeast University, Nanjing 210096, China)

Abstract: The grain size distribution of the soft clay in Lianyungang is examined with a Malvern Mastersizer Micro (MAF5000) laser diffraction grain size analyzer. Some important control parameters, including the concentration of samples, the pumping rate, the ultrasonic intensity and dispersion time, and the selection of the deflocculant, are optimized for the establishment of a standard operation process for soft clay. Comparison with grain size measured under proper conditions using traditional methods shows that the laser method, due to its wider measuring range, denser data collection points and higher precision, is superior to traditional method. Therefore, it is preferable to use the laser method rather than traditional method to obtain the grain size distribution of soft clay.

Key words: soft clay ; grain size analysis ; laser diffraction grain size analyzer ; control parameters ; Lianyungang