Mastersizer 3000 激光粒度分析仪操作使用方法 (Mastersizer 3000 Laser Diffraction Particle Size Analyzer)



注意事项:

1. 测试前将固体样品充分干燥,液体样品充分摇匀,储于4℃冰箱内。

- 2. 测试过程中保持仪器、桌面等环境的干净整洁。
- 3.不可在计算机上进行与实验无关的操作。
- 4. 拷贝数据请使用CD或VCD,不能使用U盘以免感染病毒。
- 5. 认真填写实验记录。
- 6. 相关论文发表后,请送一份复印件给SKL实验室。

同济大学污染控制与资源化研究国家重点实验室

(State Key Laboratory of Pollution Control and Resources Reuse, Tongji University)

Mastersizer 3000 激光衍射粒度分析仪操作使用方法

一、仪器基本原理

Mastersizer 3000是利用颗粒对激光的散射(衍射)现象测量颗粒大小及其分 布的,即激光在行进过程中遇到颗粒物(障碍)时,会有一部分光束偏离原来的 传播方向,偏离的程度用散射(衍射)角θ表示,θ角与颗粒物的直径成反比, 即颗粒直径越小,偏离程度θ角越大;颗粒直径越大,偏离程度θ角越小。散射 光的强度随散射角的增加呈对数衰减,可用Mie(米氏)散射理论进行描述。米 氏散射理论是一个复杂的数学模型,它给出散射光的强度与单位体积粒子数N、 单个粒子体积V、入射光波长λ、分散相(颗粒物)和分散介质的折射率、分散 价值的吸收率及入射光的强度等参数之间的关系。通过对散射光强度的测量和计 算就可得出颗粒粒径的分布情况。其典型的原理见图1.



图 1.激光粒度仪的工作原理

仪器主要由激光光源、傅立叶透镜、样品池、样品分散系统、检测器、计算 机及数据处理软件组成。

根据进样方式不同,可分为干法测试系统和湿法测试系统。前者直接以固体 颗粒物进样测试,空气为分散剂;后者以水为分散剂,将待测的颗粒物分散在水 (或其它辅助分散剂)中进行测试。

二、主要特点和用途

Mastersizer 3000激光衍射粒度仪的动态测量范围宽,为0.01-3500um,采用 反傅立叶透镜光路设计,实现全量程单一透镜一次性测量,结果的重现性好,测 量精度高;光源为波长633纳米高稳定氦-氛激光器,同时有波长466纳米独立固 体蓝光光源,仪器稳定性高,无需标定;全量程采用激光衍射法和完全的米氏理 论,扫描速度可快达10000次/秒;湿法分散器带搅拌且速度连续可调,可同时做 水相和有机相(需要更换耐有机溶剂的管路);干法分散器采用全自动封闭式设 计,可以有效地防止偏流效应,且噪音低,不污染环境和光路;采用插拔式样品 池设计,样品分散系统之间的转换方便、快捷(15秒内),并由主机自动识别及 使用;样品池的拆卸和清洗非常方便。可用于以下部门的粒度测定:

- 1. 地质:土壤,粘土,矿物,沙粒等。
- 2. 环境:水体,粉尘,污泥,大气,沉淀物等。
- 3. 化学化工:催化剂,杀虫剂,涂料,颜料,树脂等。
- 4. 食品:乳液,啤酒,咖啡,花生酱等。
- 5. 能源:煤,粉煤灰,燃料等。
- 6. 金属工业:铝,硅,不锈钢,钴等。
- 7. 生命科学:细菌,涂片,酵母,血液等。

三、主要技术指标

1、主机:(1)粒度测试范围:0.01-3500微米。

(2)测量速度:数据采集速度为10000次/秒,在软件上有具体显示,可据此设置测量时间。

(3) 重复性误差≤±0.5%, 准确性误差≤±1%。

2、光源:高稳定氦-氖激光器,波长为632.8nm;独立固体蓝光光源,波长466nm。
3、检测器:采用非均匀交叉面积补偿扇形排列技术,辅以前向、侧向、大角度
和背向三维立体检测器,物理检测角度为0.015~144°。

4、湿法样品分散系统:湿法样品分散系统由湿法分散器和湿法插拔式样品池组成。分散器容积600毫升,包括插入式样品循环器,内置循环泵和机械搅拌,泵速 及搅拌速度连续可调。带内置在线超声分散功能,超声强度连续可调。 5、干法样品分散系统:干法样品分散系统由干法分散器和干法插拔式样品池组成。样品分散器采用压缩空气为分散介质,具有SOP全自动操作和手动操作功能。

三、操作方法

(一)、湿法测量—自动模式

1.打开位于主机左侧面的仪器开关, 蓝灯闪烁, 同时湿法分散器的指示灯闪亮。 2.打开计算机, 点击桌面上的 Mastersizer 3000 操作软件, 仪器蓝灯由闪烁变为 常亮, 说明主机、湿法测量系统和软件的连接正常, 预热 30min 后进行测试。 3. 点击软件右下角附件连接按钮 CAN, 在弹出的菜单里选择 CAN1: Hydro LV。 4.清洁系统: 在测试开始前和测试结束后都需要清洁系统, 如果管路连接自动进 水(目前是连接在自来水上, 需要打开自来水进水口才能自动清洗和测试) 可以 通过"工具"菜单中的"附件"进入到 Hydro LV 的操作控制窗口,"清洁"模 式选择"标准"方式, 仪器会自动清洁三次。

5.编辑 SOP 文件,建立测试方法:在首页菜单下的"新建"中选择"SOP",进入 SOP 设置窗口的附件类型选择窗口后,选择 Hydro LV(湿法系统),按确定键进 入 SOP 编辑器,依次设置:

<mark>a. "标识"</mark>: 输入样品名称;

b. "颗粒类型": 选择非球型;

<mark>c."物质"</mark>:

<u>材料名称</u>(点击右边下拉菜单-浏览数据库-弹出 174 个物质-选择和自己样 品接近的物质,污泥用主成份进行选择);

<u>折射率</u>(选择好物质后会自动出现折射率,对于混合物先用默认折射率 1.54 进行测试);

<u>吸收率</u>(选择好物质后会自动出现吸收率,对于混合物,深黑色物质为1, 浅色物质 0.1);

<u>密度</u>(大于1,若要得到球形颗粒的比表面积则需输入准确的密度值);

d. "分散剂": 自动测量为水,手动测量可以选用适合自己的分散剂;

e. "说明": 对方法进行简单注解;

f. "测量时间": <u>背景测量持续时间</u>一般为 10s; <u>样品测量持续时间</u>一般为 10-12s, 分散很不均匀的样品测量时间要长一些如 10-20S;

g. "顺序": 测量次数 (默认 5 次, 一般选择 3 次);

h. "遮光度": 遮光度上下限,对于颗粒为几十微米的大颗粒,遮光度范围为10-20%;几个微米的小颗粒为6-10%;几百纳米的颗粒为4-6%;很不均匀的样品为10-20%;颗粒很少的样品下限一般要小,如0.1%;

k. "启用筛选": 选勾上;

"附件":搅拌速度一般为 2000-3000 转/min;样品槽注入行为选"自动"
 (没接水龙头时选"手动");超声模式选"无"(颗粒有团聚时要用超声模式,功率为 50%,时间不易超过 5min);

1. "清洁类型": 一般为标准。

设置完成后点击左上角下拉菜单进行保存(建议用姓名保存为自己的方法)。 6. 点击首页菜单"运行 SOP",选择新建或以前保存的 SOP,在跳出的窗口中点击 "开始",仪器将先初始化,自动对光,进入背景测量。

3. 当软件提示加入样品时,将样品加入样品槽,直到遮光度到达范围后按"开始"
 键进行测试。

 测试完成后,仪器自动进入清洁系统。当清洁完毕,如需继续测试,可以点击 "开始"键继续测试。

9. 所有样品测量结束后,需再次清洁样品池以避免长时间不用滋生细菌等污染物。

10. 测试结果会自动添加到记录列表中,建议测试完成后再按"保存"键以确保 数据保存成功。如需拷贝数据,可先在记录列表中选中所需数据行,在右侧数据 分析中选中所需数据,复制到 word 中,自带光盘进行存储。

11. 结果编辑: 当测试完成后,如果发现样品名称输入错误或者光学参数设置错误等情况,可以通过结果编辑方式进行修正,而无需再次测样。在测试结果的记录列表中选择需要编辑的记录,点右键,选择"编辑结果",进入设置窗口后,按所需修改的内容进行修改,仪器自动完成计算,并以新文件添加进记录列表中, 查看新记录即可看到修改后的数据或分布图。

12. 关机:先退出软件,关闭电脑,最后关闭仪器。

(一)、湿法测量—手动模式

对于新样品,建议先采用手动模式进行测量,以考察各个参数的准确值,方法 为:

 在"首页"菜单中选择"手动测量",进入测试窗口。在弹出的手动测量设置窗口里按顺序设置样品信息(比如样品名称),光学参数,测量时间,测量次数等;在附件里设置搅拌速度,超声方式等(具体参数可参照上述 SOP 编辑内容)。 也可以按右上角的箭头逐条设置。

 2. 当设置完成后,按"确定"键,进入测试窗口,确认搅拌处于工作状态(按搅 拌速度后的"开始"按键),点击开始,仪器先初始化,再自动对光。

3. 按开始键进入背景测量。

4.背景测试完成后,仪器会提示加入样品。此时手动加入样品,直到遮光度到达范围后按"开始键"进行测试。在测试过程中仪器会自动显示每步操作的进程。
 5.测试过程中如果需要加超声分散或者改变搅拌速度,可通过右侧的超声控制和搅拌控制来相应调整。

 测试过程中如果需要改变样品名称和注解等,也可以通过右侧第二个选项"样 品文档"来实时改变。

3.当测试完成后,页面上会显示多次测试的趋势图和数据统计值。如需继续测试,可以再按开始键重复测试。

 测试完成后再次清洁系统,避免污染。清洁可以通过测试序列中的"清洁系统"或者右侧的附件控制部分来清洁。也可以退出测试窗口后通过"附件"控制 来清洁。

9. 测试结果会自动添加到记录列表中,选择相应的记录在报告中显示或者打印即 可。建议测试完成后再按一下"保存"确认数据被保存。

(二)、干法测量

将干法样品池装入仪器主机,将干法分散器AeroS与干法样品池连接。
 打开空气压缩机和吸尘器,打开电脑,打开测量软件,点击软件右下角附件连接按钮CAN,在弹出的菜单里选择CAN2: AeroS,预热30min后进行测试。
 清洁系统:在测试开始前和测试结束后都需要清洁系统,通过"工具"菜单中的"附件" 进入到 AeroS 的操作控制窗口,直接选择"清洁"模式下的不同清

洁方式(建议选择"标准",清洁时间为20秒),仪器会自动通过气流清洁系统。 也可以采用手动模式,按气流或者进样选项,调节气流压力和振动速度来清洁系统。

4.调节干法分散器的料斗间隙,使进样门的高度为1(在0-4间)。

5. 编辑SOP文件,建立测定方法。在"首页"菜单下的"新建" 中选择"SOP", 进入 SOP 设置窗口,在弹出的附件类型选择窗口中选择"Aero S",进入干法 SOP编辑器。按顺序设置以下参数(可以按右上角的箭头逐条设置):

a.样品信息: 输入样品名称;

b.光学参数, 遮光度下限0.5%, 上限7%, 稳定时间0.5秒;

c.启用筛选:不选勾,以免测试过程无法正常进行;

d. 附件:分散气流压力1.2-1.5bar(在1-4bar间选择,取决于样品团聚和结块情况,不能为0);进样速度>40%;文丘里管类型;料斗间隙大小(与分散器上大小一致);

e.测量时间:要比液体测量时间长,一般>10秒,根据样品的流动性来确定; f.测量次数:默认为1次;

在样品标识下的添加中可以添加信息栏,用于编辑记录更多的个性化的样品 信息。当 SOP 编辑完成后,按左上角的下拉箭头,保存 SOP。

6.运行 SOP 测试样品:将样品加入到 Aero S 的料斗中,料斗间隙根据 SOP 设置调好。选择"首页"下的"运行 SOP",选择编辑好的SOP文件,按"确定"进入测试控制窗口,测试窗口中会显示运行提示,可以按该提示进行操作。先测试背景,背景测试完成后,系统会自动启动振动,加入样品,进入样品测试过程。 在测量样品过程中,有必要观察一下样品的流动情况,在整个测试过程中遮光度最好保持在一定范围内(一般为 0.5%-6%)。进样可以通过振动强度和料斗间隙大小共同调节。

7.测试完成后,结果会自动显示在记录列表中。系统会进入"清洁系统"环节。 清洁完成后,测试页面会回复到最初的等待样品测试的状态。在此状态下可以继 续加样,用该 SOP进行下一个样品的测试。如果需要更改样品名称,可在右侧 样品信息栏内修改样品信息。

8. 如果该过程中出现任何错误,可手动选择回到第一步初始化仪器的状态,或

者按右下角的"停止"按钮停止本次操作。

9.测试完成后关闭测试窗口,可先在记录列表中选中所需数据行,在右侧数据分析中选中所需数据,复制到word中,自带光盘进行存储。测试报告可以打印。如果对结果有疑问,可以通过结果编辑方式进行修正,而无需再次测样。

10.用小刷子把分散系统的各个部位刷干净,以便下次测试。

11. 关机: 先退出软件,关闭电脑,最后关闭仪器。

2013年4月制定