

AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA im. St. Staszica  
Wydział Inżynierii Mechanicznej i Robotyki  
Katedra Urządzeń Technologicznych i Ochrony Środowiska

## L A B O R A T O R I U M

Temat

**Oznaczanie uziarnienia proszków metodą dyfraktometryczną  
- granulometrem laserowym LAU-97**

Autor opracowania i prowadzący temat: Dr hab. inż. Jan SIDOR

© *Jan Sidor - Kopiowanie bez zgody autora wzbronione*

Kraków 2007

## 1. WPROWADZENIE

### 1.1. Cel ćwiczenia

1. Zapoznanie się z metodą dyfraktometryczną oznaczania uziarnienia proszków o uziarnieniu poniżej 200  $\mu\text{m}$  stosowaną w kontroli jakości pracy młynów, separatorów oraz proszków.
2. Praktyczne zapoznanie się z budową, działaniem aparatem LAU-97 oraz wykonywaniem oznaczeń uziarnienia proszków za pomocą tego aparatu.
3. Wykonanie pomiarów uziarnienia proszków otrzymanych podczas ćwiczenia z procesu mielenia w młynie laboratoryjnym.

### 1.2. Metody i urządzenia do analizy uziarnienia proszków

Do wykonywania analizy uziarnienia proszków stosuje się cały szereg metod oraz urządzeń – aparatów stosowanych w tych metodach. Zróżnicowanie jest rezultatem poszukiwań coraz doskonalszych metod analizy uziarnienia, którego celem jest: obniżenie błędów pomiarów, kosztów aparatów oraz czasu trwania analizy. Postęp w tej dziedzinie posuwa się małymi krokami i polega na ciągłych modyfikacjach znanych wcześniej metod. W technologii proszków znane są następujące metody analizy uziarnienia:

1. Przesiewanie (na sucho, na mokro, z wspomaganiami pneumatycznym).
2. Metody sedymentacyjne – w bardzo wielu odmianach.
3. Metody mikroskopowe (z wykorzystaniem mikroskopu optycznego i skaningowego).
4. Metody wirówkowe.
5. Metody pneumatyczne.
6. Metoda konduktometryczna.
7. Metody dyfraktometryczne (laserowe) – statycznego rozpraszania światła.
8. Metody dynamicznego rozpraszania światła laserowego.
9. Metody pochłaniania promieniowania podczerwonego.
10. Metoda skaningowej mikroskopii laserowej.
11. Metoda rotującego laserowego strumienia świetlnego.
12. Metoda spektroskopii ultradźwiękowej.
13. Metody wykorzystujące frakcjonowanie (hydrodynamicznego rozdziału kapilarnego, elektroforezy kapilarnej i rozdziału ziaren podczas przepływu w polu sił).
14. Metody kombinowane (np. połączenie sedymentacji w polu sił grawitacyjnych z sedymentacją w polu sił odśrodkowych, czy metoda sedymentacyjna z analizatorem rentgenowskim).

Niektóre z metod zostały w Polsce znormalizowane. Najważniejsze z nich stanowią przedmiot norm: (Analiza sitowa) PN-71/C-04501, (Analiza sitowa proszków metali) PN-75/H-04933, (Analiza sedymentacyjna) PN-75/H04939 oraz (Oznaczenie wielkości cząstek proszków metodą mikroskopii optycznej) PN-78/H-04951.

### 1.3. Podstawy teoretyczne metody dyfraktometrycznej

Podstawę teoretyczną dla metody dyfraktometrycznej jest opis zjawiska dyfrakcji optycznej za pomocą transformaty Fraunhofera, który pojawił się na początku XX-tego wieku. Możliwość praktycznego wykorzystania tego opisu w mikromerytyce pojawiła się dopiero w latach 60-tych ubiegłego wieku, dzięki zbudowaniu lasera oraz opracowanie metod i urządzeń pomiarowych do analizy obrazów optycznych.

Układ optyczny do analizy obrazów optycznych zbudowany jest ze źródła światła monochromatycznego - światła lasera, układu optycznego formującego jego wiązkę, obrazu optycznego utworzonego z zawiesiny ziaren proszku w cieczy przepuszczającego to światło i powodującego jego dyfrakcję na granicach ziaren, optycznego układu transformującego wiązkę przepuszczonego światła, detektora obrazu powstałego z tej wiązki, przetwornika, komputera. Obraz transformowany i wynik jego przekształcenia umieszczone są w ogniskach soczewki. Ugięcie fali światła – dyfrakcja następuje na granicach ośrodków przepuszczalnego (zwykle cieczy) i nieprzepuszczalnego (ziaren proszku), co generuje obraz w postaci quasi siatki dyfrakcyjnej.

Jeżeli okres, czyli odległości linii quasi siatki dyfrakcyjnej oznaczy się jako  $d$  a jego odwrotność  $1/d$  potraktowana zostanie jako częstotliwość przestrzenna, to w przypadku różnicy dróg optycznych ugiętych skrajnych promieni w na granicy ośrodków równej długości fali światła  $\lambda$  lub jej wielokrotności zachodzi zależność:

$$\frac{1}{d} = CP = \frac{Y}{\lambda f}$$

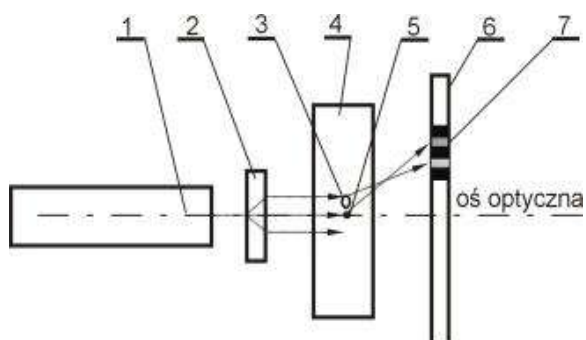
gdzie:  $CP$  – częstotliwość przestrzenna,

$Y$  – odległość od linii centralnej do prążka w obrazie (transformacje),

$\lambda$  - długość fali światła lasera,

$f$  - ogniskowa soczewki.

Schemat działania granulometru laserowego podano na rys. 1.



Rys. 1. Schemat działania granulometru laserowego: 1 – laser He-Ne, 2 – układ optyczny, 3 – ziarno duże, 4 – cela pomiarowa (kuweta), 5 – ziarno małe, 6 – detektor obrazu, 7 – prążek odpowiadający ziarnom o identycznych wymiarach.

W ogniskowej soczewki skupiają się wszystkie promienie światła ugięte i przechodzące. W ten sposób tworzą obraz dyfrakcyjny – dyfraktogram w postaci jasnych i ciemnych prążków lub plamek. Stąd mierząc  $Y$  można obliczyć  $CP$ , a tym samym wymiary odległości prążków siatki.

Identyfikacja struktury obiektów – wymiarów ziaren, polega na pomiarze odległości prążka od osi optycznej oraz intensywności jasności prążka. Występują tutaj dwie zależności:

- im większa jest odległość prążka od osi optycznej tym mniejszy jest obiekt (wymiar ziarna),
- im większa jest intensywność jasności prążka tym więcej ziaren o tych wymiarach w całym zbiorze.

Zjawisko dyfrakcji na obrazach opisano dwuwymiarową transformacją Fouriera, jako szczególnym wykorzystaniem transformacji Fraunhofera. Jeżeli parametry struktury obrazu (przepuszczalnego dla światła), na którym następuje dyfrakcja światła opisze się funkcją  $f(x,y)$ , to jego transformata Fouriera (obraz w ogniskowej soczewki) ma postać:

$$F(u,v) = \frac{1}{i\lambda f} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} f(x,y) e^{-i2\pi(xu+yv)} dx dy$$

gdzie:  $u = \frac{x}{\lambda f}$ ,  $v = \frac{y}{\lambda f}$  są częstotliwościami przestrzennymi transformowanego obrazu.

$x, y$  – współrzędne układu kartezjańskiego.

Transformacja Fouriera, czyli metoda analizy obrazu poprzez optyczną transformację, charakteryzuje się kilkoma korzystnymi cechami szczególnie przydatnymi w praktycznych rozwiązaniach. Zasób informacji w obrazie transformowanym jest dokładnie taki sam jak ich zasób w obrazie źródłowym z tym jednak, że w transformacie obraz jest uporządkowany ze względu na wielkość obiektów. Transformata jest niezmienna ze względu na przesunięcia liniowe oraz bardziej obrazuje informację kierunkową.

#### 1.4. Podstawowe informacje o granulometrach laserowych

Granulometry laserowe zwane inaczej: dyfraktometrami laserowymi lub laserowymi analizatorami uziarnienia produkowane są w kilku krajach. Najbardziej znane aparaty to: aparat Analysette 22 firmy Fritsch, aparat Malvern 3600 – produkcji firmy Malvern, aparat CILAS 1064 produkcji firmy Cilas oraz aparat LAU-97 produkcji polskiej – Instytutu Mineralnych Materiałów Budowlanych w Opolu.

Pomiar wielkości ziaren metodą dyfraktometryczną z zastosowaniem lasera i komputera jest precyzyjny. Ma wysoką rozdzielczość rozkładu wymiarów ziaren, zwykle w 32 pasmach obejmujących zakres 100:1 pod względem możliwości oceny wielkości w dowolnym pojedynczym

zakresie.

Użytkownik ma także możliwość wyboru innego, interesującego go zakresu pomiarowego dostosowanego się do oczekiwanego zakresu wymiarów ziaren występujących w próbce. W granulometrze LAU-97 zakres ten jest stały i wynosi 200:1. Typowy zakres w innych granulometrach wynosi 100:1 z możliwością rozszerzenia do zakresu 2000:1.

W zagranicznych aparatach nie jest potrzebna żadna kalibracja przyrządu w oparciu o podstawowe właściwości fizyczne. Nie jest potrzebna również szczegółowa wiedza o właściwościach fizycznych materiałów, takich jak np. gęstość, lepkości itp.

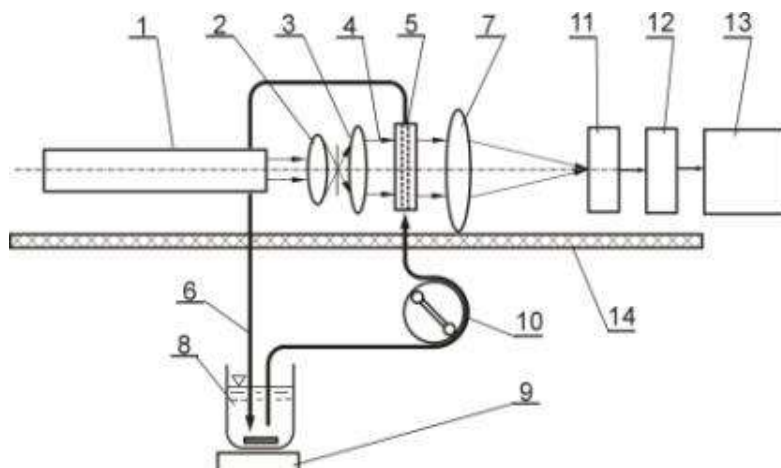
Analiza uziarnienia jest prosta, pomiar uziarnienia zachodzi przy użyciu łatwych prostych celach pomiarowych, bez otworów, które mogłyby ulec zatkaniu. Metoda ta nie wymaga stosowania elektrolitów, które trzeba dostosowywać do konkretnych materiałów. Nawet niedoświadczony użytkownik łatwo uzyskuje powtarzalne wyniki pomiarów, już po parogodzinnym przeszkoleniu – w szczególności z korzystania z dołączanego do aparatu oprogramowania i przygotowania zawiesziny próbki do analizy. Typowy zakres pomiarowy granulometrów laserowych wynosi 0,1-630  $\mu\text{m}$ . LAU-97 ma zakres pomiarowy 1-200  $\mu\text{m}$ . Czas pomiaru uziarnienia próbki wynosi 2-4 minuty. Środowiskiem dyspergującym proszek jest zwykle woda destylowana, warunkowo może być woda wodociągowa, a dla specjalnych materiałów alkohol etylowy lub silnie dyspergujący alkohol izopropylowy.

Dyfrakcja wiązki promieniowania laserowego stanowi wyjątkowo elastyczną technikę wykonywania pomiarów. Jedyne jej wymóg to zróżnicowanie optycznie proszku i cieczy dyspergującej. Oznacza to, że współczynnik załamania światła proszku musi być różny od współczynnika załamania cieczy, w której się znajduje. Układ formowania wiązki zapewnia utworzenie wiązki laserowej o szerokości dostosowanej do powierzchni analizowanego obrazu oraz o jednorodnym natężeniu i fazie. Odpowiednia konstrukcja celi pomiarowej eliminuje wpływ zakłóceń wywołanych rozpraszaniem na ściankach i obrzeżach. Elementem pomiarowym jest umieszczony w płaszczyźnie Fouriera (ogniskowej soczewki) jest zespół czujników (detektorów), do pomiaru natężenia światła zwykle w układzie współrzędnych biegunowych z dużą rozdzielczością. Analiza obrazów transformowanych wykrywa powtarzające się ziarna, także wówczas, kiedy takie regularności nie są zauważalne gołym okiem. W tej analizie ziarna jednakowe dają charakterystyczne prążki lub punkty (ostre lub rozmyte), a ich natężenie jest proporcjonalne do zawartości.

## 2. GRANULOMETR LASEROWY LAU-97

### 2.1. Budowa granulometru

Schemat budowy granulometru laserowego, LAU-97 podano na rys. 2.



Rys. 2. Schemat laserowego analizatora uziarnienia LAU-97: 1 - laser He-Ne z zasilaczem, 2 - obiektyw mikroskopowy, 3 - filtr przestrzenny, 4 - obiektyw wyjściowy poszerzacza, 5 - kuweta (cela) pomiarowa, 6 - przewody łączące kuwete, 7 - obiektyw zbiorczy, 8 - zlewka zawierająca badany proszek z cieczą dyspergującą 9 - mieszadło magnetyczne, 10 - pompka perystaltyczna, 11- głowica pomiarowa, 12 - układ pomiarowy, 13 - komputer, 14 - ława optyczna

## 2.2. Charakterystyka techniczna i możliwości pomiarowe granulometru

1. Zakres pomiarowy..... 1-200  $\mu\text{m}$
2. Ilość mierzonych frakcji.....32
3. Powierzchnia właściwa..... uwarunkowana wzorcowaniem
4. Ciecz dyspergująca.....alkohol izopropylowy
4. Pojemność instalacji.....250 ml
6. Minimalna masa próbki..... 40-80 mg
7. Czas pomiaru.....2-4 min
8. Zasilanie.....230 V, 50 Hz
9. Masa.....30 kg
10. Wymiary (szer. x dług. x wys.) ...102 x 1600 x 250 mm
11. Komputer współpracujący .....typowy PC
12. Program prezentacji wyników standardowy lub uzgadniany z Zamawiającym

Rezultatem pomiaru uziarnienia aparatem jest wynik w postaci pliku z możliwością archiwizacji lub wydruku zawierający:

- krzywą sumacyjną uziarnienia w zakresie 1-200  $\mu\text{m}$ ,
- zawartości klas 32 ziarnowych – w postaci tabelarycznej i histogramu,

- wymiar ziarna  $d_{97}$ ,  $\mu\text{m}$
- wymiar ziarna  $d_{90}$ ,  $\mu\text{m}$
- wymiar ziarna  $d_{50}$ ,  $\mu\text{m}$
- powierzchnia właściwa – geometryczną dla ziaren potraktowanych jako kulki,  $\text{m}^2/\text{kg}$ ,
- średnią średnicę arytmetyczną ziaren proszku,  $\mu\text{m}$
- średnicę Allena,  $\mu\text{m}$ .

### 2.3. Metoda wykonywania pomiarów

Przygotowanie próbki do analizy uziarnienia przeprowadza się w trzech wariantach:

- przy proszkach łatwo dyspergujących próbkę wprowadza się bezpośrednio do zlewki usytuowanej na mieszadle magnetycznym,
- przy proszkach dyspergujących z pewną trudnością próbkę wprowadza się bezpośrednio do zlewki, miesza się ją wstępnie w mieszadle, a następnie podaje działaniu dezintegratora ultradźwiękowego, czas dezintegracji aglomeratów dobiera się doświadczalnie,
- proszkach dyspergujących z dużymi trudnościami próbkę wprowadza się pojemnika wypełnionego alkoholem izopropylowym na dobę przed pomiarami uziarnienia, a pojemnik poddaje się powolnemu ruchowi obrotowemu powodującemu w tak zwanym toczku na czas 10-24 godziny. Tak przygotowaną zawiesinę proszku podaje się w części bezpośrednio do zlewki.

Przed wykonywaniem pomiarów uziarnienia należy godzinę wcześniej włączyć zasilanie lasera, aby ustabilizowały się parametry jego pracy. Następnie należy uruchomić komputer i wprowadzić do zlewki około 150 ml alkoholu izopropylowego. Następnie uruchomić pompę perystaltyczną i obserwować położenie linii łamanej wskazującej działanie poszczególnych detektorów światła linia powinna być usytuowana możliwie najbliżej dolnej poziomej osi. Jeśli na ekranie monitora pojawi się szereg krzywych łamanych stykających się z górną poziomą linią maksymalnego stężenia zawiesiny należy, kilkakrotnie zmienić kierunek prędkości obrotowej pompy, przez otwieranie i zamykanie pokrywy wirnika pompy. Przez ten zabieg usunie się z celi pomiarowej pęcherzyki powietrza. Po tym zabiegu należy przeprowadzić pomiar tła, a następnie pomiar uziarnienia próbki, korzystając z komunikatów pojawiających się na ekranie monitora. Pomiar tła można wykonywać jednorazowo przed każdą serią pomiarów.

Przed wykonaniem pomiaru należy tak ustalić stężenie zawiesiny, aby łamana krzywa łącząca wskazania czujników usytuowana była najbliżej górnej linii poziomej. dopuszczalne jest stykanie się krzywej z czujników z linia poziomą tylko w jednym punkcie.

Pomiar uziarnienia proszku należy przeprowadzać minimum trzy razy, a po każdym pomiarze należy przepłukać celę pomiarową 250-400 ml alkoholu izopropylowego.

### 3. Opracowanie wyników pomiarów. Rachunek błędów

Otrzymane charakterystyczne wyniki oznaczeń uziarnienia w postaci wymiarów n-procentowych ziaren ( $d_{50}$ ,  $d_{90}$ ,  $d_{97}$ ), średniej średnicy arytmetycznej ziaren proszku, powierzchni właściwej, względnie obliczonego z krzywej wymiaru ziarna  $d_{80}$ , należy przedstawić w postaci estymowanej średniej. Sposób estymacji podano niżej.

Dla bardzo małej liczebności oznaczeń 3-10 należy do tego celu zastosować zmienną losową Studenta. Do estymacji należy przyjąć poziom istotności  $\alpha = 0,05$  i dla niego należy wyznaczyć przedział ufności ujęty wyrażeniem:

$$P_e \pm \frac{t_{\alpha} s}{\sqrt{n-1}}$$

gdzie:

$P_e$  - estymowany parametr uziarnienia

$t_{\alpha}$  - wartość krytyczna zmiennej t odczytana z tablicy dla  $\alpha = 0,05$ ,

$n$  - ilość oznaczeń,

$s$  - odchylenie standardowe podane niżej wyrażeniem:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (P_i - P_{sr})^2}$$

gdzie:

$P_i$  - wartość i-tego parametru,

$P_{sr}$  - średnia wartość tego parametru.

Stąd wynik oznaczenia danego parametru będzie się składał z wartości średniej oraz błędu przypadkowego oznaczenia (w niektórych literaturze nazywany dokładnością lub niepewnością) przy założonym poziomie istotności. Przy podawaniu końcowego wyniku oznaczenia oprócz estymowanego parametru, należy też podać liczbę oznaczeń, zakres porowatości oraz temperaturę pomieszczenia, w której wykonywano oznaczenia.

### LITERATURA

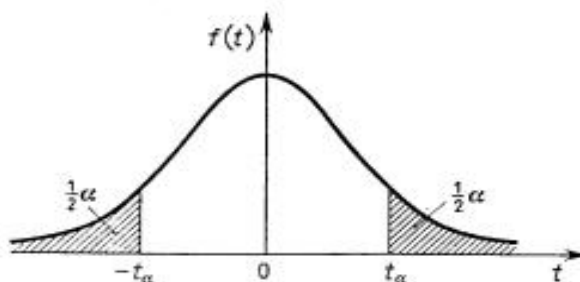
- [1] Schauer T.: Aktualne trendy w dziedzinie metod i aparatury do pomiarów wielkości cząstek materiałów proszkowych. Symposium „Teoria i Praktyka Granulometrii Subtelnych Proszków i Zawiesin” Gliwice-Rudy 1994 Wyd. IChN Gliwice 1994 s. II.1-10
- [2] Schauer T.: Teoretyczne i praktyczne aspekty i metody frakcjonowania cząstek podczas przepływu w polu sił. Symposium „Teoria i Praktyka Granulometrii Subtelnych Proszków i Zawiesin” Gliwice-Rudy 1994 Wyd. IChN Gliwice 1994 s. IX.1-11



- [3] Kordek J., Kielski A., Wodnicka K., Nitka J.: Porównanie oznaczeń granulometrycznych drobnoziarnistych materiałów modelowych. Sympozjum „Teoria i Praktyka Granulometrii Subtelnych Proszków i Zawiesin” Gliwice-Rudy 1994 Wyd. IChN Gliwice 1994 s. III.1-15
- [4] Instrukcja obsługi Laserowego Analizatora Uziarnienia LAU-97. IMMB Opole 1997.

Wartości krytyczne rozkładu  $t$  Studenta

$$P\{|t| > t(\alpha, \nu)\} = \alpha \quad (\nu - \text{stopnie swobody})$$



$\nu \backslash \alpha$	0,9	0,8	0,7	0,6	0,5	0,4	0,3	0,2	0,1	0,05	0,02	0,01	0,001	$\alpha \backslash \nu$
1	0,158	0,325	0,510	0,727	1,000	1,376	1,963	3,078	6,314	12,706	31,821	63,657	636,619	1
2	0,142	0,289	0,445	0,617	0,816	1,061	1,386	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	31,598	2
3	0,137	0,277	0,424	0,584	0,765	0,978	1,250	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	12,941	3
4	0,134	0,271	0,414	0,569	0,741	0,941	1,190	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	8,610	4
5	0,132	0,267	0,408	0,559	0,727	0,920	1,156	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032	6,859	5
6	0,131	0,265	0,404	0,553	0,718	0,906	1,134	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707	5,959	6
7	0,130	0,263	0,402	0,549	0,711	0,896	1,119	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499	5,405	7
8	0,130	0,262	0,399	0,546	0,706	0,889	1,108	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355	5,041	8
9	0,129	0,261	0,398	0,543	0,703	0,883	1,100	1,383	1,831	2,262	2,821	3,250	4,781	9
10	0,129	0,260	0,397	0,542	0,700	0,879	1,093	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	4,587	10
11	0,129	0,260	0,396	0,540	0,697	0,876	1,088	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106	4,437	11
12	0,128	0,259	0,395	0,539	0,695	0,873	1,083	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055	4,318	12
13	0,128	0,259	0,394	0,538	0,694	0,870	1,079	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012	4,221	13
14	0,128	0,258	0,393	0,537	0,692	0,868	1,076	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977	4,140	14
15	0,128	0,258	0,393	0,536	0,691	0,866	1,074	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947	4,073	15
16	0,128	0,258	0,392	0,535	0,690	0,865	1,071	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921	4,015	16
17	0,128	0,257	0,392	0,534	0,689	0,863	1,069	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898	3,965	17
18	0,127	0,257	0,392	0,534	0,688	0,862	1,067	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878	3,922	18
19	0,127	0,257	0,391	0,533	0,688	0,861	1,066	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861	3,883	19
20	0,127	0,257	0,391	0,533	0,687	0,860	1,064	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,850	20
21	0,127	0,257	0,391	0,532	0,686	0,859	1,063	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831	3,819	21
22	0,127	0,256	0,390	0,532	0,686	0,858	1,061	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819	3,792	22
23	0,127	0,256	0,390	0,532	0,685	0,858	1,060	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807	3,767	23
24	0,127	0,256	0,390	0,531	0,685	0,857	1,059	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797	3,745	24
25	0,127	0,256	0,390	0,531	0,684	0,856	1,058	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787	3,725	25
26	0,127	0,256	0,390	0,531	0,684	0,856	1,058	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779	3,707	26
27	0,127	0,256	0,389	0,531	0,684	0,855	1,057	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771	3,690	27
28	0,127	0,256	0,389	0,530	0,683	0,855	1,056	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763	3,674	28
29	0,127	0,256	0,389	0,530	0,683	0,854	1,055	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756	3,659	29
30	0,127	0,256	0,389	0,530	0,683	0,854	1,055	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,646	30
40	0,126	0,255	0,388	0,529	0,681	0,851	1,050	1,303	1,684	2,021	2,423	2,704	3,551	40
60	0,126	0,254	0,387	0,527	0,679	0,848	1,046	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660	3,460	60
120	0,126	0,254	0,386	0,526	0,667	0,845	1,041	1,289	1,658	1,980	2,358	2,617	3,373	120
$\infty$	0,126	0,253	0,385	0,524	0,674	0,842	1,036	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	3,291	$\infty$

Źródło: Fisher R. A., Yates F., *Statistical tables for biological, agricultural and medical research*, Londyn 1949.