

GDW-1型光电微粒分析仪测定沉积物中小于0.063毫米颗粒的粒径分布

杨光复 高申禄 周秀廷
(中国科学院海洋研究所)

沉积物的粒度分析是研究碎屑沉积物搬运、沉积及沉积环境等的一种重要方法,它广泛应用于沉积学研究的各个领域。

测定沉积物中<0.063毫米(>4φ)颗粒的粒径分布以往多用吸管法(移液管法),操作烦琐,准确度及精度都存在不少问题。H. E. Rose (1952)^[1],曾对颗粒的消光特性进行过研究, G. Simmons (1957)^[2], K. G. Mckenjiec (1963)^[3]及 C. F. Tordan(1971)^[4],并将 Rose 的研究成果应用于研究沉积物的粒度分布。国内一些单位对河流泥沙颗粒的消光特性、仪器装置、分析方法等也进行过研究,并对测定河流泥沙的级配进行了大量的试验,现已逐步推广使用。^(1、2、3)

1975年我们开始了用光电法测定沉积物中小于0.063毫米颗粒粒径分布的研究⁽⁴⁾,1977年研制成功GDW-1型光电微粒分析仪,经使用结果是满意的,特别是通过玻璃微珠的测定与显微镜粒度分析的对比试验,证明GDW-1型光电微粒分析仪具有较高的准确度及精度。

一、基本原理

(一) 颗粒在静水中的沉降

<0.063毫米颗粒粒径分布的测定是在静水混匀沉降体系中进行的,其沉降速度服从于Stoks定律。充分搅匀后不同大小的颗粒以一定的速度匀速下沉,在一定深度上随时间变化不同粒径的颗粒先后沉至该深度以下,使该处浓度发生变化。吸管法是直接抽样烘干、称重测定浓度的变化;而光电法是通过颗粒对光线的消光作用,间接测定该深度的浓度变化,并计算各粒级的相对百分含量。

(二) 泥沙颗粒的消光作用

光线通过厚度为L、浓度为C的液槽后,入射光强I₀与出射光强I遵从于郎伯-比耳定律,

$\ln \frac{I_0}{I} = K \cdot C \cdot L$ (K为系数)。但对于含有泥沙颗粒的浑浊液不能直接使用郎伯-比耳定律,而用下式表示^[2]:

$$\ln \frac{I_0}{I} = KL \sum K_i N_i D_i^2 \quad (1)$$

D_i粒径, K_i粒径为D_i颗粒的消光系数, N_i粒径为D_i颗粒在单位体积中的个数。

在多种粒径D₀D₁D₂……D_n(由细至粗)的混匀沉降体系中某一浓度处各粒级的含量W可表示为:

$$W_{0-1} = \frac{\frac{1}{2} (D_0 + D_1)}{K_{0-1}} \ln \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (2)$$

$$W_{1-2} = \frac{\frac{1}{2} (D_1 + D_2)}{K_{1-2}} \ln \left(\frac{I_1}{I_2} \right)$$

.....

$$W_{(n-1)-n} = \frac{\frac{1}{2} (D_{n-1} + D_n)}{K_{(n-1)-n}} \ln \left(\frac{I_{n-1}}{I_n} \right)$$

根据各粒级的含量即可求出各粒级的相对

(1) 水利科学研究院水利室,1974。用消光法进行泥沙颗粒分析。

(2) 黄河水利委员会水利处,1977。光电法泥沙颗粒分布试验报告。

(3) 华东水利学院,1978。关于浑水消光系数的物理原理。

(4) 中国科学院海洋研究所机械分析实验室,1975。用光电法测定沉积物中<0.063毫米颗粒的粒径分布。

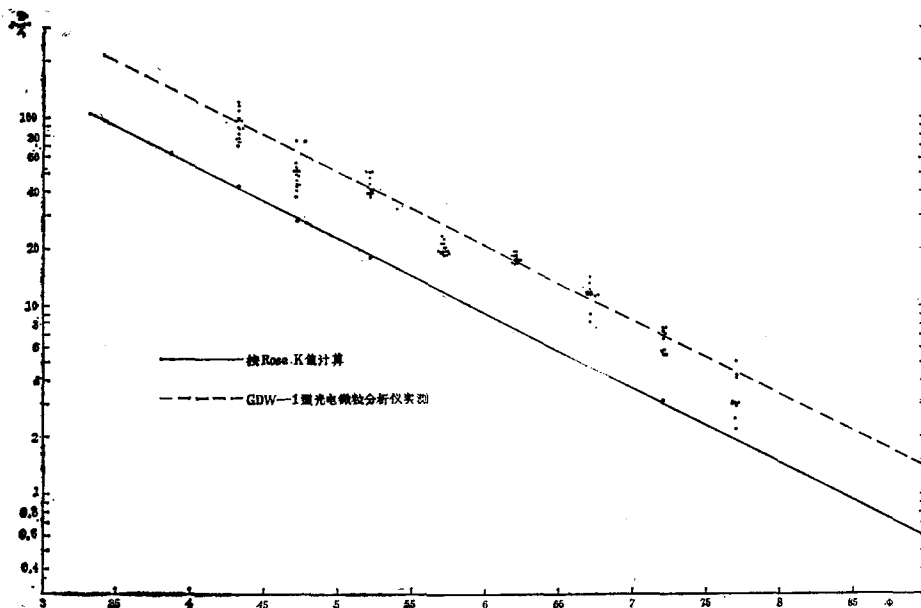


图1 $\frac{D}{K}$ 值与粒径 (φ) 关系曲线

百分含量。

(三) 关于消光系数 K_i

消光系数是一个非常重要的因子，不仅与颗粒大小有关，而且还与颗粒的形状、颜色、折射率、光波波长及仪器结构的尺寸有密切关系。在颗粒分析的实际应用中将其定义为：消光系数 (K_i)

$$K_i = \frac{\text{粒径为 } D_i \text{ 颗粒的消光强度}}{\text{依几何光学定律计算粒径为 } D_i \text{ 颗粒消光强度}}$$

Rose 研究指出，沉降槽中心与光电接收器之接收面之间的立体角（接收角）较大时， K_i 与粒径之间的关系近于常数，但颗粒的颜色对 K_i 值影响很大，当接收角小于 1 度时，颗粒的消光才不受颜色影响。他对沙漠砂、煤粉、玻璃微珠测定了不同粒径颗粒的 K_i 值，绘制了 K_i-D_i 曲线，曾被 G. Simmons, K. G. Mckenjiec, C. Tordan 应用于沉积物的粒度分析中。

对于粒径分布狭窄，且颜色单一的粉体， K 值极为接近，可作常数处理不影响分析精度。但测定粒径分布宽阔的天然泥沙，使用广角接收 K 值虽近于常数，而颗粒的颜色仍使 K

值有变化，影响分析精度，因此接收角必须采用狭角，以消除颗粒颜色变化的影响。

从式 (2) 中可看出实际上应用 $\frac{D_i}{K_i}$ 的比值。按 Rose 的 $K-D$ 曲线计算 $\frac{D_i}{K_i}$ 比值与沉积物粒径分析中常用的 φ 值 ($\varphi = \log_2 D$)，在单对数纸上作图二者呈现线性关系 (图 1)，用 GDW-1 型光电微粒分析仪，对 <0.063 毫米的玻璃微珠进行分析计算，绘制的 $\frac{D_i}{K_i} \sim \varphi$ 曲线与它平行 (图 1 中的虚线)。因此我们采用了 Rose 的 $K-D$ 曲线。

二、GDW-1 型光电微粒分析仪结构

(一) 光学部份

如图 2 所示灯泡 (4) 产生的白炽光，通过透镜 (2) 成平行光，从暗箱左侧窗口进入，经左侧板上的狭缝 (10) 成扁平的光束，照射于沉降皿 (12) 上，通过皿中悬浮颗粒后从右侧板狭缝 (11) 射出，经圆柱形透镜 (14)

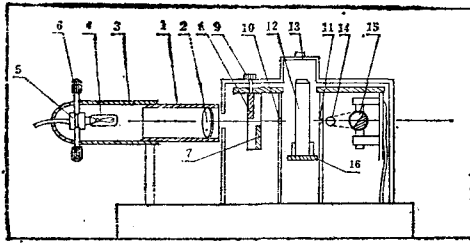


图2 光学部份结构示意图

(1) 平行光管 (2) 透镜 (3) 灯管 (4) 灯泡 (5) 灯座 (6) 调节螺钉 (7) 光栅固定板 (8) 光栅活动板 (9) 光栅调节螺钉 (10) 进光狭缝 (11) 出光狭缝 (12) 沉降皿 (13) 上盖 (14) 柱透镜 (15) 光电管 (16) 皿座及升降台

照射于接收光电元件上。

沉降皿放置升降台中，随升降台的升降改变光束与液面之间的距离（沉降距离）。

(二) 沉降皿升降部分

如图3所示，升降台(1)与螺杆(2)相配合，在微型同步电机(6)的带动下，通过齿轮(5)、(3)或(4)使螺杆转动，带动升降台向下匀速移动，改变光束与液面的相对位置。

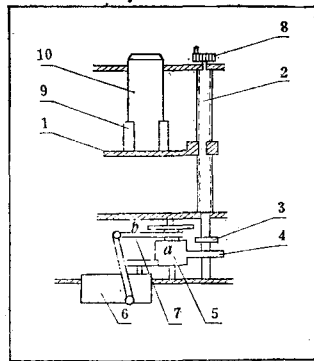


图3 沉降皿升降结构示意图

(1) 升降台 (2) 螺杆 (3) 小齿轮 (4) 大齿轮 (5) 变速齿轮 (6) 微型同步电机 (7) 变速 (8) 手轮 (9) 沉降皿座 (10) 沉降皿

分析开始时沉降皿处于最高位置，具有最大的沉降距离（初始沉降距离 H ），使最先沉降的粗颗粒有较大沉降距离，而后在沉降皿下降的过程中，光束相对匀速(v_2)向上移动，使细颗粒沉降距离减小，从而缩短了一次分析

时间。颗粒的沉速(v_1)与沉降时间(t)之间的关系为：

$$t = \frac{H}{v_1 + v_2}$$

(三) 电器线路方框图

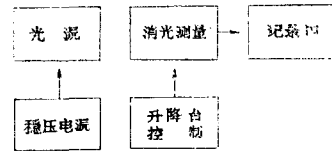


图4 电器线路方框图

稳压电源供给光源灯泡稳定的电源，使灯泡在测量过程中保持稳定。升降台控制线路，控制升降台的自动升降、启动与停止。被测样品通过消光测量后输出给记录器，自动连续记录一条光强与时间的连续变化曲线（图5；表1），根据曲线，即可计算各粒级的相对百分含量。

三、准确度

准确度是指测定值与真实值接近的程度，对准确度的检定必须通过与已知粒度分布的标准样进行比较。自然泥沙颗粒形态不规则，难以确切地量出它们的颗粒大小，不能作为标准样品。球形颗粒形态规则，在显微镜下可精确地测量其大小及粒径分布。因而选为检定准确度的标准物质。

(一) 标准样品

检定GDW-1型光电微粒分析仪的准确度时，选用上海玻璃厂生产的球形玻璃微珠，按粒径大小分为I、II、III、IV组，用比重瓶法测定其比重，在显微镜下精确地测定了它们的粒径分布，详见表2。

为了解显微镜测定和取样所产生的误差，曾对I、II号玻璃微珠标准样各抽取数份样品，在显微镜下对每份抽样测定300粒以上，分别计算各份样品的粒径分布，并统计偏差大小，其结果是单个测次与平均值比较有90%的测次偏差小于±2.5%，有50%以上的测次偏差小于±

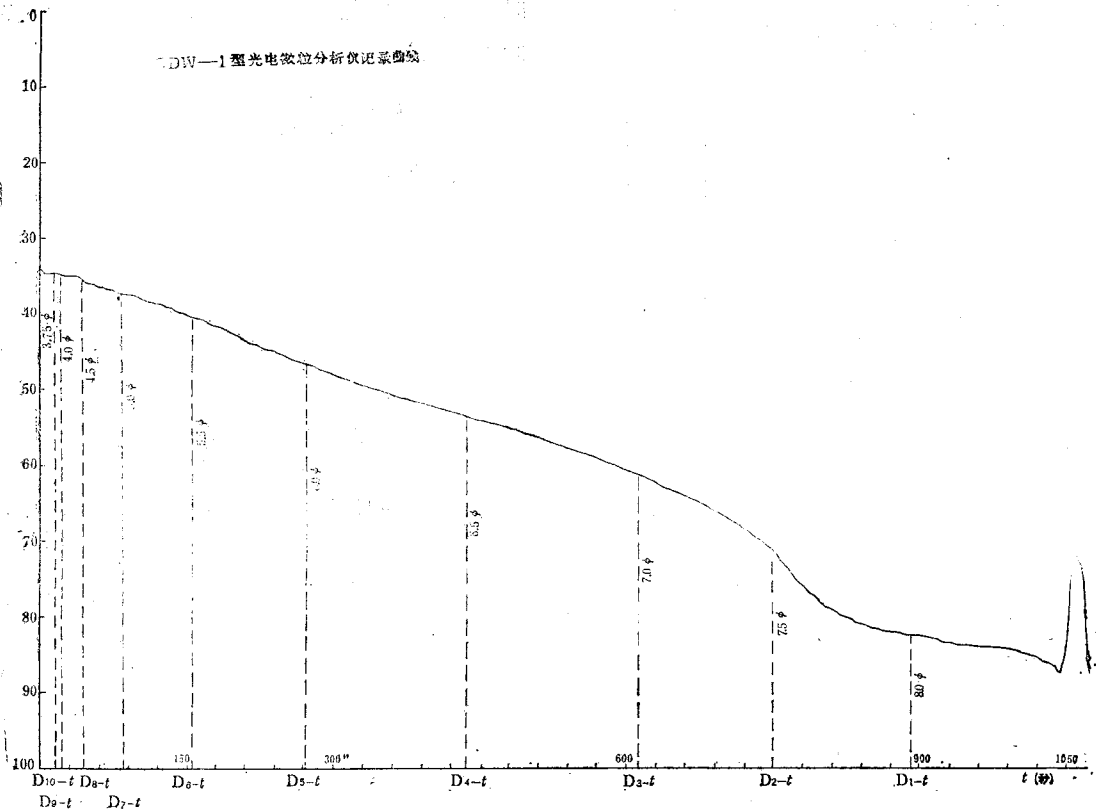


图5 GDW-1型光电微粒分析仪记录曲线

表1 样品号 8005

温度23℃

n	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0	
粒 径 (φ)	3.75	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5	7.0	7.5	8.0	清水	
I	I	34.5	34.7	35.5	37.3	40.5	46.7	53.7	61.5	71.4	82.5	91.5
II	log I _n	1.5378	1.5403	1.5502	1.5717	1.6075	1.6693	1.7300	1.7889	1.8537	1.9165	1.9614
III	$\log \frac{I(n-1)}{I_n}$	0.0025	0.0099	0.0215	0.0358	0.0618	0.0607	0.0589	0.0648	0.0628	0.0449	
IV	C	64.0	42.5	28.0	18.1	11.5	7.5	4.0	3.0	1.9	0.58	
V	III × IV	0.1600	0.4208	0.6020	0.6480	0.7107	0.4553	0.2356	0.1944	0.1193	0.0260	Σ3.5720
A %		4.4	11.8	16.9	18.2	19.9	12.8	6.6	5.4	3.3	0.7	Σ100
累 计 %		100	95.6	83.8	66.9	48.7	28.8	16.0	9.4	4.0	0.7	0

$$C = \frac{(D_{n-1} + D_n)}{2K_{t(n-1)} - n}$$

$$A \% = \frac{(V)}{\Sigma}$$

$$\varphi = -\log_2 D$$

表2a I II号玻璃微珠小于某粒径的百分含量

粒径 μ	99.6	91.3	83.0	74.7	66.4	58.1	49.8	41.5	33.2	24.9	16.6	8.3	d ₅₀	s ₀
I	99.8	99.6	98.7	81.0	48.3	15.2	2.6	1.1	0.6				66.7 μ	1.098
II					100	91.9	27.5	8.8	3.5	1.3	0.3	0.1	57.2	1.069

表2b III IV号玻璃微珠小于某粒径的百分含量

粒径 μ	50.6	46.0	41.4	36.8	32.2	27.6	23.0	18.4	13.8	9.2	4.6	d ₅₀	s ₀
III	99.9	95.8	91.0	85.8	77.7	66.7	46.2	21.2	1.28	0.1		23.0	1.281
IV						99.6	93.5	86.2	73.1	39.0	1.1	11.2	1.238

平均比重：I、II号为2.34；III、IV号为2.29

0.5%，而且每份抽样求得的Md(d₅₀)与其平均值之间的偏差均小于±0.5微米，S₀(分选系数)的偏差小于±0.002。

(二) 对比试验

对比试验是以上述四个玻璃微珠标准样为基础，分别称取不同编号、不同数量的玻璃微珠混合，组成A、B、C、D、E五个试验样，并计算出各粒级的百分含量。用这种已知粒径分布的样品，在GDW-1型光电微粒分析仪上进行测定，以检定分析的准确度，其结果列于表3。

由表3可看出五个已知粒度的样品，仪器(GDW-1型)与显微镜测定的结果非常接近。M_{Dφ}、Q_{Dφ}的偏差分别小于0.2φ、0.1φ。各粒级累计百分含量的偏差50%以上小于±1.5%；90%以上小于±4.5—3.5%。

另外从表3还可以看出，当样品中含有较多的<4φ(>0.063)粗颗粒时，由于沉降体系中粗颗粒

不易搅匀，因此粗粒级测定时出现了较大偏差，所以在分析前要除去>0.063毫米的颗粒以保证精度。

光电法与显微镜法对比出现的偏差，还包括镜下测定本身的误差。如果扣除显微镜本身的偏差，则光电法测定将有90%的测次偏差<±2%。

四、精 度

精度是多次重复分析相互之间接近的程度，说明仪器本身的重现性，以测量值与多次

表3 光电法与显微镜测定的对比

粒 径 φ	测 定 次 数	小 于 某 粒 级 的 百 分 含 量											粒 径 参 数				
		3.5	3.75	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5	7.0	7.5	8.0	M _{dφ}	Q _{Dφ}			
A	镜																
	光	3	99.8	94.8	81.9	51.8	44.4	33.2	22.9	12.1	4.3	0.8		4.61	0.89		
B	镜			100	99.1	68.6	59.2	44.3	30.5	16.1	6.3	1.0		5.31	0.89		
	光	3			100	67.7	55.7	42.5	26.2	14.1	6.2	1.5	0.6	5.21	0.84		
C	镜		99.9	98.4	94.2	77.0	69.6	54.8	40.7	22.3	8.8	1.4		5.67	0.90		
	光	3	100	99.4	94.5	76.4	69.0	57.1	40.0	23.6	10.5	2.0	0.4	5.72	0.90		
D	镜			100	99.7	88.7	77.5	55.6	35.1	17.6	6.9	1.1		5.63	0.59		
	光	3			100	90.7	78.2	57.7	34.4	18.4	8.2	1.3		5.67	0.60		
E	镜			100	99.8	91.2	85.6	71.2	56.8	32.2	12.7	2.0		6.09	0.54		
	光	3			100	91.6	83.6	68.9	50.5	29.9	12.8	0.4		6.01	0.56		

光—GDW-1型光电微粒分析仪测定 镜—显微镜测定

测量平均值之间的偏差大小来衡量。用玻璃微珠标准样及自然砂样的重复分析结果对仪器的精度进行了检定。

(一) 玻璃微珠标准样

用上述A、B、C、D、E五个已知粒径分布的玻璃微珠，分别进行三次重复测定，各粒级累计百分含量测定值与平均值的偏差均 $< \pm 3.5\%$ ，而 $< \pm 2.5\%$ 的占96.8%。 $M_{D\phi}$ 、 $Q_{D\phi}$ 的偏差分别 $< \pm 0.04\phi$ 、 0.02ϕ ，与显微镜测定比较，光电法的精度不低于显微镜的测量精度。

(二) 自然砂

取30个海洋沉积物样品对比分析的结果，各粒级百分含量的偏差除个别测次 $> \pm 5\%$ 外，其它均 $< \pm 5\%$ ， $< \pm 3.5\%$ 的占94.2%。一个样品重复5次的分析结果，重现性很好(表4)。

表4 自然砂重复5次的分析成果

序号	4—5 ϕ	5—6 ϕ	6—7 ϕ	7—8 ϕ	$> 8\phi$
1	19.1	10.1	8.5	5.3	56.0
2	16.9	10.8	7.4	9.1	55.8
3	22.3	11.1	7.2	5.3	53.6
4	14.9	15.9	7.2	9.4	53.3
5	17.6	12.2	8.4	3.9	56.7
平均	18.2	12.0	7.7	6.6	55.1

这里附带提一下，与吸管法对比的问题。尽管吸管法在严格操作的情况下可以达到较好的精度，但在不同条件下，如混匀体系的浓度、吸液深度、室温变化及搅匀程度等，对其准确度、精度均有很大影响。而光电法浓度极低，只有吸管法的1—2%，沉降条件接近Storks定律的假定条件，而且测量时间短，室温影响小，人为误差小。我们1975年曾对吸管法、光电法作过样品的回收试验，其回收率前者低于后者。G. Simmons(1959)显微镜法、比重计法、吸管法、光电法对比试验的结果，只有光电法与显微镜法接近，从而表明光电法优于吸管法。

五、结 论

1. 光电法是测定沉积物中 < 0.063 毫米

粒径分布的一种快速且准确度及精度较高的方法。

2. GDW-1型光电微粒分析仪，对玻璃微珠标准样的测量与显微镜测定对比，有90%的测次偏差 $< \pm 3.5 - \pm 4.5\%$ (包括显微镜测定本身的偏差)。

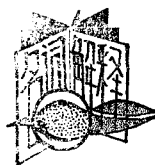
3. GDW-1型光电微粒分析仪，用玻璃微珠标准样作多次重复试验，其偏差 $< \pm 1.5 - \pm 2.5\%$ 的达90%以上，精度不低于显微镜测定。对自然砂的重复测定90%以上的测次偏差 $< \pm 2.5 - 3.5\%$ 。

4. 根据我国海洋调查规范，沉析法粒度分析允许误差范围为：同粒级之差为 $\pm 5\%$ ， $M_{D\phi}$ 之差为 0.4ϕ 、 $Q_{D\phi}$ 之差为 0.3ϕ ⁽¹⁾。光电法分析所产生的误差均在规范规定的允许误差之内。

主要参考文献

- [1] Rose, H.E. 1952. J. APPL. Chem. 2:80
- [2] Simmons, G. 1959. J. Sed. pet. 29(2)
- [3] Mckenjiec, K.G. 1963. J. Sed. pat. 33(1)
- [4] Toadan, C.F. 1977. J. Sed. pet. 41(2)

(1) 海洋调查规范，第五部分，海洋地质调查。国家海洋局，1957。



环境容量：指环境对污染物的最大允许容纳量或负荷量。以研究污染物在环境中稀释、扩散、迁移转化和归宿的规律为理论基础。是环境科学的重要研究课题之一。

海洋污染：人类活动直接或间接地将物质或能量引入海洋环境(包括河口环境)，超过或破坏了环境的自净能力，从而使生物资源受到损害，影响人类的健康，妨碍海事活动以及破坏了环境的舒适优美即称海洋污染。

自净能力：当污染物进入一定范围的自然水域后，由于环境中的物理、化学和生物的净化作用，使其稀释、扩散；氧化、还原、吸附、凝聚以及分解而降低浓度，这一能力即称为环境的自净能力。

生物学指标：环境质量评价指标之一。是以环境中生物出现种类、数量变化、群落结构以及生物的形态变异、行动习性、生理生化和病理学等方面的指标作为环境质量评价的依据。包括：指示生物(Indicator Organism)、群落结构(Structure of the Community)、生物测试、(Bioassay)和残毒分析(Assay of Residual Toxicant)。 (范振刚)