

土壤机械组成测定方法

(激光法 Mastersizer 2000 激光粒度仪)

一、概要

土壤机械组成是描述土壤中不同粒径颗粒的相对比例或质量分数,也称为土壤质地、土壤粒径、土壤颗粒组成等。它是土壤分类的重要诊断指标,影响土壤的水、肥、气研究等因素。土壤机械组成的分析基础是测定土壤颗粒粒径,其决定着土壤的物理、化学和生物特性。不同土壤的机械组成在矿物上有显著差别,导致其化学性质和其他各种性质也不相同。土壤质地分类以土壤中各粒径含量的相对百分比为标准,划分为砂土、壤土、粘土等类型。

根据颗粒大小,土壤颗粒可以分为极粗砂、粗砂、中砂、细砂、粗粉粒、细粉粒、粗黏粒、细黏粒等。根据这些颗粒的比例,土壤可以分为黏土、粉黏土、砂黏土、黏壤土、粉黏壤土、砂黏壤土、壤土、粉壤土、粉土、砂壤土等类型。土壤颗粒组成对土壤的性质有重要影响。土壤颗粒的大小和形状决定了土壤的保水性、透气性和肥力。例如,砂质土保水性差但透气性好,适合种植一些耐旱作物;黏质土保水性好但透气性差,适合种植一些喜湿作物。

二、测定原理

2.1 激光法原理

土壤机械组成分析目前常用的测定方法是吸管法和比重计法,无论采用吸管法还是比重计法,都是以斯托克(Stokes)定律为基础,前者操作步骤繁琐,后者准确度差,两者都耗时长,特别是需要测定粒径小于 0.001 mm 的土粒时,耗时更多,且该部分土粒由于布朗运动的存在,不符合斯托克(Stokes)定律,导致误差比较大。随着科学的发展,新技术的出现,土壤机械组成的测定方法也越来越多,激光粒度分析法(以下简称激光法)就是比较新的一种方法。激光法广

泛地应用于化工、地质、医药、食品、磨料等领域，也有人将之用于土壤和泥砂的机械分析。

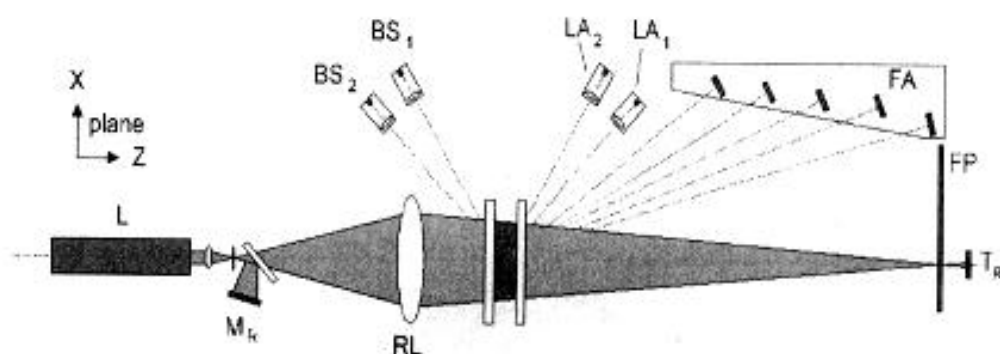


图 1 马尔文 Mastersizer 2000 激光粒度仪原理图

按光的夫琅和费（Fraunhofer）衍射和米氏（Mie）散射理论：假设所测颗粒为球体，沿颗粒横断面的绕射被定为球形绕射，粒子在受到激光束照射时，产生散射效应，粒子的大小与入射光衍射角成反比，通过对衍射光强度及衍射角的测量即可确定被测样品的颗粒粒度分布情况。

激光粒度分析仪检测过程大致是，激光器发出的单色光，经光路变换为平面波的平行光，射向光路中间的透光样品池，分散在液体分散介质中的大小不同颗粒遇光发生不同角度的衍射、散射，衍射、散射后产生的光投向布置在不同方向的光信息接收器（检测器），经光电转换器将衍射、散射转换的

信息传给微机进行处理，转化成粒子的分布信息。

2.2 分散器及分散条件

除了光学系统外，充分分散是准确测量粒度的第二个前提。不同的样品有不同的分散方法，好的分散方法是：（1）能够充分分散；（2）方法简单，费用低，速度快；（3）分散稳定。70 %以上颗粒适用于湿法分析。湿法分析时，颗粒在分散相中被快速循环测量。

分散方法有：

（1）物理分散：通过外力打散团聚颗粒，包括循环泵速，搅拌泵速和超声波功率强度。

(2) 化学分散: 包括表面活性剂和添加剂, 以改变颗粒的电动电位 (ZETA), 减少分散后重新聚集的机会。

为保证样品能稳定分散, 要求可选择泵速和超声的适当强度, 所以, 要求功率足够大, 连续可调。只有固定超声, 甚至缺少一种分散手段都会造成使用受限, 或重现性极差。

三、主要仪器及配件

Mastersizer 2000 激光粒度仪主机, Hydro2000MU 进样器, 计算机和马尔文测量软件。

1. 主机 (光学元件), 标识为 Mastersizer 2000。主机用来收集测量样品内粒度大小的原始数据, 主要部件包括激光器 (光源)、透光试样槽 (样品盒)、光路光具 (光学透镜等)、光信号接收与光电转换器, 光路系统监控器以及电源。

2. 附件 (进样器), 标识为 Hydro 2000MU。附件唯一的目的是将样品分散混匀好并传送到主机以便于测量。附件包括烧杯、搅拌器、抽取泵、样品返回口、样品输出口、超声器、泵臂、排出按钮和键盘控制板。附件所有运作, 包括泵速和超声功率都由键盘控制板控制。

3. 计算机和马尔文测量软件。马尔文软件可定义、控制整个测量过程, 并同时处理测量的粒度分布数据, 显示结果并打印报告。

四、操作步骤

4.1 测量前准备

(1) 样品预处理

先对样品进行判断, 全沙是否含 1 mm 以上颗粒, 若有, 则通过烘干过筛或洗筛的方法 (过 1 mm 筛), 将筛上部分用筛分法或尺量法处理, 筛下部分用激光法测量。测量前样品应充分混合, 确保大小颗粒都被取样。液体样品需要选择合适的泵速确保样品充分混合, 防止大颗粒沉入容器底部而没有被测量; 干法测量结束后不要在样品盘上有残留样品, 尽量保证所有样品颗粒都被测量。

(2) 测量处理

A、消除气泡。对于激光粒度仪，气泡会被看作是颗粒并被测量。气泡形成的尺寸很多，但典型的粒度大约是在 100 μm 。产生了气泡，必须消除它们，否则将歪曲测量结果。

B、光学系统的洁净度

激光散射测量是一种高分辨的光学检测手段。检测器和样品池检测窗口是测量区域的主要组成部件，窗口的灰尘和污染物质会散射激光，杂质散射光会随分散样品的散射光一起被测量，从而影响测量的精度。未得到样品的真实值，系统将先自动测量背景，然后加入试样测量样品，最后扣除背景得到真实的样品值。通过观测测量背景就能判断系统的光学洁净程度是否达标。

若符合下述条件，认为仪器光学部分是洁净的（适用于湿法）：

- ①阴影部分沿 X 轴递减，柱状条变化趋势是逐渐降低。
- ②第一条柱状条高度不超过 100。
- ③激光强度在 70%以上。

若仪器的背景测量窗口中柱状图的变化趋势是依次递减的，通常第一条柱状条（最大高度柱状条）高度不超过 150（适用于干法）。

4.2 仪器准备

在测量前应确保正确的连接仪器与样品池，注意湿法进样液体是从样品池下端流入，再从样品池上端流回进样器。另外在开始正常测量前仪器需要 20 min 预热，以确保仪器工作稳定。

4.3 基本测量

一个完整测量过程包括电子背景测量，光学背景测量和对光，加入样品，开始粒径测量，完成测量。进入测量过程后，软件界面的左下方会有对话框指示测量的进程。

(1) 测量背景：颗粒区的测量数据，由于受到设备电子背景噪音，测试光路中镜面灰尘，以及分散介质中的杂质颗粒影响会有一定的偏差。通过“测量背景”能纯化粒径测量，上述的背景信息和数据会从样品测量数据中减去以得到精确的数据。

(2) 选择测量参数:

A、按下选择按钮 (Option)，出现测量选择 (Measure Option) 窗口，其中材料 (Material) 一栏提示操作人员指定测量样品的光学参数，分散介质，数据分析模型；测量 (Measurement) 显示栏确定样品和背景测量时间。最佳测量时间由样品颗粒大小形状及分布范围和使用的分散附件决定，若样品分布是单模的，其基本粒度特征使用较少的测量时间就可获得，反之较宽粒度分布的物质需要较长的测量时间。

B、测量样品的光学参数包括样品的折射率 RI，吸收率 (Absorption)。注意吸收率是按 10 的倍数变化，只有 1 为有效数字。在光学显微镜下透明的物质，其吸收率为 0，全黑的物质吸收率为 1，其他则为 0.001, 0.01, 0.1。

C、分散时间：指的是快照前的时间，这段时间设置的超声强度、泵速等促使颗粒群样本充分分散而并不进行快照摄取信息，通常设置为 3 ~ 5 min。

D、超声波强度：泥沙颗粒粘性大的要加超声波分散样品 4 ~ 12，测量结果图形应为圆滑单峰图形。

E、泵速：视颗粒的粗细不同，分别设置为 3200 ~ 4000 nm·min⁻¹，颗粒越大泵速也应相应调大。

F、遮光度：遮光度是对任一时刻光束中样品数量的度量。如果该值太高，则可能出现多重散射而无法测量；如果太低，则检测不到足够的信号，精度就会受到不利影响。因此设置遮光度的上下限为 10 ~ 20，有利于控制遮光度在合适的范围内。

(3) 加入样品：在背景测量结束后，出现加入样品提示。左方遮光度 (Obscuration) 指示栏直观地表示测量样品的数量，遮光度会随着样品数量的增加而逐渐增高。在未加入样品前，右方的测量数据柱状图应该是随机变化，而且柱状数据条的高度一般不超过 5。

(4) 开始测量：当遮光度达到测量要求，停止添加样品后保持稳定（一般意味着样品颗粒没有发生溶解或凝聚，样品颗粒正常稳定分散），同时测量数据窗口显示稳定的，足够强度的柱状数据分布，按下开始 (Start) 键开始测量。

4.4 记录视图

设置记录编号、样品名称、测量日期和时间 d 0.1 、d 0.5 、d 0.9 、中值粒

径、体积平均粒径、表面积平均粒径、残差等字段,观测样品结果情况。

4.5 查看结果

测量完成后,测量信息被软件收集和分析,将以多种形式显示。所有的测量和分析数据都存在记录 (Record) 中,记录 (Record) 存放在测量文件里 (*.mea)。一个测量文件包含一个或多个记录,一条记录包含了单个测量的所有信息,包括原始测量数据和计算粒度分布的参数。选择打开测量文件进行查看。

五、参考文献

1. 舒霞, 吴玉程, 程继贵. Mastersizer 2000 激光粒度分析仪及其应用. 合肥工业大学学报 (自然科学版), 2007, 30 (2) : 164~167.
2. 刘秀明, 李文宝, 邢春颖. MS 2000 激光粒度分析仪在沉积物分析中的应用. 实验技术与管理, 2007, 24 (9) : 49~52.
3. 刘雪梅, 黄元仿. 应用激光粒度仪分析土壤机械组成的实验研究. 土壤通报, 2005, 36 (4) : 579~582.
4. 刘幼萍, 童娟, 李小妮. 用于马尔文 MS 2000 激光粒度分析仪分析河流泥沙颗粒. 水利科技与经济, 2005, 11(6) : 329~331.