



中华人民共和国国家标准

GB/T 21780—2008

粒度分析 重力场中沉降分析 吸液管法

Partical size analysis—Sedimentation analysis in the gravitational field—
Pipette method

2008-05-12 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准等同采用 DIN 66115:1983《粒度分析 重力场中沉降分析 吸液管法》(德文版)。

为了方便使用,本标准进行了下列编辑性修改:

- 增加了有关标准编辑说明的前言部分;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 重新编排页码;
- 重新编号注释;
- 动态黏度的单位改为 $\text{mPa} \cdot \text{s}$,并对相关的数量方程进行了修改;
- 根据其他标准的规定,沉降速度当量直径的方程符号由 d_S 改为 X_w ;
- 加入了“范围”与“方法说明”等章节,同时对一些文字进行了编辑校对;
- 增加了规范性引用文件的说明前序;
- 把 DIN 66115:1983 原德国标准的“其他标准”归类到“参考文献”;
- 把 DIN 66115:1983 原德国标准的“评估案例”归类到“附录 A”;
- 把 DIN 66115:1983 原德国标准的“公式中的符号”归类到“附录 B”。

本标准附录 B 为规范性附录,附录 A 为资料性附录。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准起草单位:广东出入境检验检疫局、辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:钟志光、萧达辉、胡晓静、李成明、翟翠萍、莫蔓、张海峰、郑建国、黎庆翔。

本标准为首次发布。

粒度分析 重力场中沉降分析 吸液管法

1 范围

本标准规定了采用重力场中的沉降分析-吸液管法分析粒度的方法。

本标准适用于吸液管法测量弥散在液体中的固体物质的粒度分布累计曲线(符合 DIN 66141 的规定),所使用的吸液管装置的沉降速度当量直径范围是 $1\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- DIN 323 第1部分 标准数与标准数系 主值、精确值、取整值
- DIN 12242 第1部分 实验室玻璃器皿 用于可更换连接的锥形磨口 规格与误差
- DIN 12336 实验室玻璃器皿 平底蒸发皿
- DIN 12553 实验室玻璃器皿 带有平行钻孔的锥形双向龙头
- DIN 12690 实验室玻璃器皿 带标记的容量吸液管 A级和B级
- DIN 66111 粒度分析 重力场中沉降分析 原理
- DIN 66141 粒度分析的描述 原理

3 原理与方法说明

3.1 原理

图1所示的吸液管装置(也被称为“安德烈森型吸管”^[1])由沉降槽和取样用的吸液管组成。可使用该仪器来测量悬浮于沉降槽底部上方的测量平面上的固体物质的质量浓度。所测量的浓度与扩散率 D 成适当的比例。可直接得到粒度分布曲线,其形式为沉降速度 w 的函数;或者通过它计算出某种沉降物、弥散在静止液体中的固体物质^{[1]~[6]}的沉降速度当量直径 X_w 。

试验者按照事先制定的时间表,从测量平面中吸取弥散体积 V 的样品,并通过蒸发沉降液等方法测定其中所含的固体物质的质量 m 。时间为 t 时的同类固体物质浓度 $C_m = m/V$,时间 $t=0$ 时的固体物质浓度 $C_{m,0} = m_0/V_0$ (即所谓的标准试样),则二者的比值即为扩散率 D :

$$D = \frac{C_m}{C_{m,0}} = \frac{mV_0}{m_0V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

通常情况下,每次移吸的悬浮液体积都是相等的,因此 $V_0/V=1$,所以扩散率:

$$D = \frac{m}{m_0} \quad \dots\dots\dots(1a)$$

若已知移吸体积 $V=V_0$,且已知同类悬浮液中的固体物质浓度 $C_{m,0}$,则也可以计算出 m_0 。

扩散率既可以表示为沉降速度 w 的函数:

$$w = \frac{h}{t} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

h ——沉降高度(悬浮液表面与测量平面之间的距离);

t —沉降时间。

也可以表示为沉降速度当量直径 X_w 的函数,而 X_w 正是由上述数据计算而来的。通常情况下,人们在测定沉降速度后,会计算出同等沉降速度以及同等浓度中的球形微粒的沉降速度当量直径 X_w 。在斯托克斯阻力定律的适用范围内,也就是说当雷诺数 $Re \leq 0.25$ 时, X_w 也被简称为斯托克斯直径。 X_w 是一个与沉降速度相当的计算值,它是通过下列数量方程由沉降速度 w 计算出来的(参见 DIN 66111):

$$X_w^2 = \frac{18}{g} \frac{\eta}{\rho_s - \rho_l} w \quad \dots\dots\dots (3)$$

前提是:

$$Re = \frac{w X_w \rho_l}{\eta} \leq 0.25 \quad \dots\dots\dots (4)$$

在这个前提下,斯托克斯直径的最大值 $X_{w,max}$ (单位: μm) 为:

$$\begin{aligned} X_{w,max} &= \sqrt[3]{\frac{18 Re_{max} \eta^2}{g \rho_l (\rho_s - \rho_l)}} \\ &= \sqrt[3]{\frac{4.5 \eta^2}{g \rho_l (\rho_s - \rho_l)}} \quad \dots\dots\dots (5) \end{aligned}$$

但是人们经常使用下面的数学方程来代替方程(3),其中所有的参数都符合给定的单位:

$$X_w = 17.5 \sqrt{\frac{\eta}{\rho_s - \rho_l}} \sqrt{\frac{h}{t}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

如果以沉降速度自身作为粒度标志,则需要指定固体物质的密度、沉降液的浓度与黏度以及试验温度。

对于由不同密度的微粒组成的混合物,沉降速度当量直径只有一个形式值。

3.2 方法说明

根据吸液管法(P)执行沉降物分析的方法被称为:GB/T 21780-P 法。

4 仪器

4.1 吸液管装置

吸液管装置(如图 1)是由一个沉降槽和一个吸液管组成的。

沉降槽的内径不小于 50 mm,内壁呈圆柱形。其底部有一个较宽的、牢固的底座,顶部有一个套筒磨片,根据 DIN 12242 第 1 部分的规定,将其命名为 H NS 29/32。

底座的支承面垂直于沉降槽的轴。在外壳上至少有两圈测量标记,其中较低的标记一般比内槽的底部高 50 mm,较高的标记比较低的高 200 mm \pm 0.2 mm(在特殊结构中可能会偏高或偏低)。在测量标记之间,还可以额外标上刻度线,每刻度相当于 5 mm 或 10 mm。沉降槽和吸液管的材料一般采用玻璃。

吸液管的误差范围依照 DIN 12690 的规定执行。吸液管的测量室呈橄榄型,额定容积为 10 mL(若沉降高度较矮,低于 10 cm,则额定容积为 5 mL),上面配有一个双向龙头,根据 DIN 12553 的规定,开关的额定值为 3。沉降槽中间有一根毛细管,一直延伸到较低的测量标记处,将吸液管测量室隔开。测量室的形状如图 2 所示。无论是下部还是上部,都应有一个与毛细管相连的渐进的通道。测量室上方的毛细管的内径约为 3.5 mm,并且至少有一个测量标记。

如果在上方增加 20 个左右的 mm 级刻度,则更加有利。在原有的测量室下方,需要额外放置一个气囊,容积约为 1 mL,以便将每次移液后残留在吸入口与双向龙头之间的毛细管中的沉降物进行清除,从而及时进行下一次移液。

伸入沉降槽的毛细管的内径为 1 mm~1.5 mm,伸至较低的测量标记处为止,误差范围是 \pm 0.2 mm。它也可以延伸至沉降槽的底部,在此情况下,应在测量平面上设置 2 至 4 个侧面的吸入口。毛细管的下缘至吸入口处应充入液体。

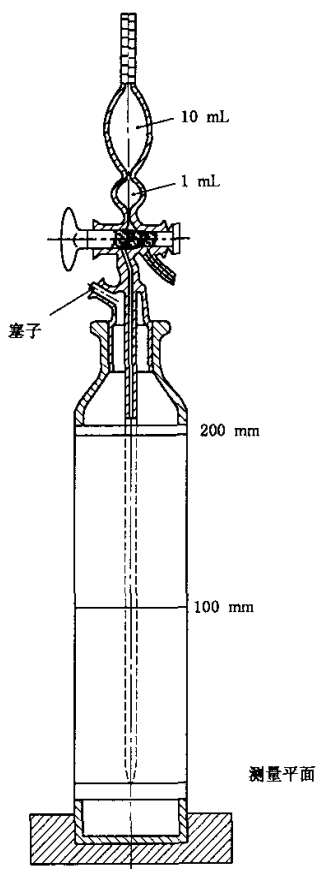


图 1 吸液管装置

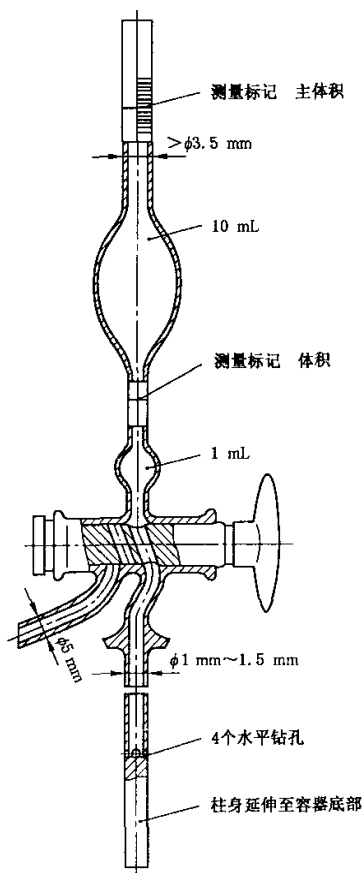


图 2 吸液管

在双向阀上,有一个折断的排液毛细管,内径约为 5 mm。在吸液管的双向龙头下还有一个玻璃圆顶,它通向一个圆锥体磨片 K NS 29/32(符合 DIN 12242 第 1 部分的规定)内;玻璃圆顶的侧面有一个向外伸出的套筒磨片 H NS 7/16(符合 DIN 12242 第 1 部分的规定),此外还有一个带塞子的注入口。

所有的毛细管都不允许出现狭窄部位。吸液管与沉降槽应由制造商进行成对标记,以免混淆。

4.2 附属装置

除了吸液管装置之外,为了进行粒度分析,还需要下列附属装置:

- 摇动机、搅拌器或超声波清洗仪,用于拌匀试剂;
- 水浴锅、恒温器或恒温室(± 1 K)。在分析过程中,测量温度的变化幅度不得超过 1 K,否则在评估过程中就应考虑到浓度以及黏度的变化。悬浮液温度的变化速度应小于 ± 0.01 K/min。试验者可以通过足够大的水浴锅,以及或者仔细调节恒温器,尽量延长加热/冷却时间来实现上述要求;
- 每件吸液管装置配备 20 只带有编号的蒸发皿(符合 DIN 12336 的规定)。蒸发皿也可以用玻璃滤坩或不含增塑剂的膜滤器来代替,其中膜滤器的气孔直径应当与最细小的微粒相匹配;
- 必要时使用喷水泵来吸取试剂;
- 带有秒针的钟表;
- 用于小心蒸发沉降溶液的装置,或者用于过滤的真空装置;
- 坩埚钳或试管钳;

- h) 温度适宜的干燥箱或真空干燥箱,用于试剂的最后干燥;
- i) 干燥器,用于冷却从干燥箱中取出的蒸发皿;
- j) 误差值不超过 0.1 mg 的分析天平。每次称量均使用同一个天平;
- k) 容积约为 50 mL 的烧杯,用于冲洗;容积约为 100 mL 的烧杯,用于盛放预留溶液;
- l) 带有冲洗液的冲洗瓶,带有沉降溶液的冲洗瓶(可能带有扩散添加剂),用于填充沉降槽较高的测量标记以下的部分。

5 吸液管装置的测定

5.1 测量空间与预留空间

应算出吸液管测量空间的容积,以及图 2 所示的预留空间。

试验者向清洁、干燥的吸液管装置内加入少许蒸馏水,填满预留空间,或者将水吸至相应的测量标记处,以填满测量空间。让水流入扣除皮重的蒸发皿中,并将附着在排液毛细管和测量空间或者预留空间中的水分吹出来。立即称量蒸发皿。通过水的质量可以计算出体积。多次重复称量过程,记录下平均值。也可以用汞进行测量。

5.2 沉降高度

每次移液后,沉降高度都会下降。根据经验,每次分析开始之前也会出现沉降高度下降的情况。为此,试验者可以在沉降槽的外部绑上一根最小刻度为 0.5 mm 的直尺,每次移液后读取沉降高度。同样,该测量过程也需要重复多次,需要记录与平均值相关的测量点。对于校准后的容器,可以计算出高度下降的数值。

由于高度下降的程度与吸液管测量空间的大小以及沉降槽的直径有关,因此每次测量只对相同的吸液管和容器有效。

5.3 沉降槽的容积

需要确定试验所用吸液管的沉降槽的容积,精确到 1 mL。例如:向垂直放置的沉降槽中注入蒸馏水,使之低于上部测量标记 10 mm,放入吸液管,其吸入点处放置一个双向龙头,用喷洗瓶连接侧管(带有符合 DIN 12242 第 1 部分规定的套管磨片 H NS 7/16),直至 200 mm 或 100 mm 标记处。称量该装置,减去皮重,并计算出所注入的液体的体积。

6 取样时间表

从测量平面中取样时需要遵守特定的时间表。人们可以根据给定的沉降高度 h 和沉降速度当量直径 X_w ,利用方程式(3)或(6)算出上述时间,见式(7)和式(8):

$$t = \frac{18}{g} \cdot \frac{\eta}{\rho_s - \rho_f} \cdot \frac{h}{X_w^2} \dots\dots\dots(7)$$

或

$$t = 3.06 \times 10^2 \frac{\eta}{\rho_s - \rho_f} \cdot \frac{h}{X_w^2} \dots\dots\dots(8)$$

方程(7)则是一个数量方程($g=981 \text{ cm/s}^2$)。

由于图示中通常使用对数来分割横坐标轴,因此试验者在对当量直径进行几何分级时,应当以形成标准数系为目标,以便得到距离均等的测量点。所使用的标准数系符合 DIN 323 第 1 部分的规定,需要与沉降速度以及当量直径的检测范围相匹配。在选择分级时,应当确保行程曲线上至少有 10 个测量点可以提供信息。如果曲线的走向所需的分级与标准数系不符,则应当放弃该曲线。

在计算取样时间 t 时,应当考虑到沉降高度 h 会随着反复移液不断降低(参见 5.2)。在进行类似的预先计算时,可以假设沉降高度恒定不变,并以此为基础建立时间表。

例如:最大的当量直径约为 40 μm 。行程曲线精确到 1 μm 左右。一开始,取出 4 份标准试样。将

0.89 g $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 溶入 1 L 蒸馏水, 试验就在该溶液中进行, 且试验温度为 20°C ($\eta=1.02 \text{ mPa} \cdot \text{s}$, $\rho_f=1.0 \text{ g/cm}^3$)。

试验物质的密度为 $\rho_s=3.67 \text{ g/cm}^3$ 。

当量直径是按照标准数系 R5 进行分级的, 试验者可以从上述材料参数中得出式(9):

$$t = 116.9 \frac{h}{X_w^2} \dots\dots\dots (9)$$

时间表参见表 1。

表 1 时间表

$X_w/\mu\text{m}$	40	25	16	10	6.3	4.0	2.5	1.6	1.0
$X_w^2/\mu\text{m}^2$	1 600	625	256	100	39.69	16.00	6.25	2.56	1.00
h/cm	18.29	17.84	17.39	16.49	16.49	16.04	15.59	15.14	14.69
t/min	1.34	3.34	7.94	48.57	48.57	117.2	291.6	691.4	1 717

注: 对计算出来的时间进行四舍五入, 即可得出试验所需的时间。

7 准备工作

7.1 若沉降溶液中含有扩散剂或润湿剂, 则在真正的分析开始之前, 就可以计算出它们在移液中所占的质量比。试验者向沉降槽中加入少许沉降溶液, 并按照 8.2 的描述, 进行 4 次移液。

将吸出的液体注入蒸发皿中, 用相应的液体进行冲洗——例如: 不含扩散添加剂或润湿添加剂的沉降溶液, 将液体蒸发后, 重新称量扩散剂或润湿剂的质量。若已完成过滤或洗涤, 则不再执行本规定。

7.2 通过样品分离得到的代表性的分析试剂, 在必要的情况下可以进行预处理。将其置入与吸液管装置容积相匹配的液体中, 通过摇动、搅拌或超声波处理使之扩散。一方面, 处理过程应达到一定的强度, 以破坏所有多余的团聚物; 另一方面, 处理过程又应控制强度, 以免将固体原材料粉碎掉。固体材料的体积浓度 C_v 应当在 0.1% 至 0.2% 之间。

7.3 使用显微镜对悬浮液进行观察, 以确定其中是否还有残存的团聚物。

7.4 将悬浮液注入沉降槽中。用沉降溶液对摇瓶或搅拌容器进行仔细的冲洗, 冲洗液也注入沉降槽中。然后将悬浮液与沉降溶液一起注入沉降槽中, 直至上部测量标记下约 10 mm 处。

7.5 在吸液管的吸入位置设立双向龙头, 并将其置入沉降槽中。通过侧面的磨片向沉降槽中注入沉降溶液, 直至上部测量标记处。

7.6 将吸液管装置挂在蒸锅内。只有当悬浮液吸收蒸锅的热量, 并使二者温度差值为 $\pm 0.1 \text{ K}$ 时, 方可继续进行分析。

7.7 用于蒸发沉降溶液的装置需要加热至必要的温度。

7.8 在此过程中, 称出约 20 只蒸发皿。首先对蒸发皿进行彻底的清洁, 然后将其置入干燥箱中, 在 110°C 的条件下进行 1 h~2 h 的干燥, 然后置入干燥器中 1 h~2 h, 使其冷却至室温。干燥器上只能摆放一层蒸发皿。在称量之前, 将蒸发皿从干燥器中取出, 放在精确度为 0.1 mg 的分析天平上进行称量。尽可能减少打开干燥器的次数, 用坩埚钳或试管钳将蒸发皿取出, 小心地放在天平上。在称量过程中, 应盖上干燥器。在进行精确称量时, 应确保称量物品与周围空气的温度保持一致, 以免发生热对流从而影响精确度。

8 分析步骤

8.1 从恒温器中取出吸液管装置, 再次手动摇匀。

用右手/左手的手指抓住吸液管的玻璃烧瓶, 使突出的毛细管位于食指和中指之间, 同时用鱼际(大拇指根部掌上突出的肌肉)夹住沉降槽, 拇指放在毛玻璃塞子上。

空闲的左手/右手抓住沉降槽的底部。用手不断地将吸液管装置向右/左或向前翻转 180° ，使得装置的底部上下来回晃动。该过程持续 1 min 左右，每秒钟重复一次。

8.2 将装置从恒温器中取出，吸出第一份试剂。该试剂是 4 份所谓的标准试剂中的第一份。在取出这 4 份试剂时，测量平面上仍然保持起始浓度 $C_{m,0}$ 。在摇动结束与取样之间的间隙应尽可能缩短，以免较大的微粒沉降后离开测量平面。

取样过程如下：

用喷水泵制造适当的负压，将悬浮液吸至吸液管上的测量标记处，关上双向龙头。调整负压值，将取样时间控制在 20 s 左右。继续转动旋塞，打开排液孔，使试剂流入下面的蒸发皿中。此时吸液管和毛细管中仍有附着的微粒，应当利用蒸馏水或未添加扩散剂的其他液体进行冲洗，使之进入蒸发皿中。用较低的负压将溶液吸出 $2\text{ cm}^3 \sim 3\text{ cm}^3$ ，使之通过排液孔流入吸液管中，穿过几个气泡，最后流回蒸发皿中。冲洗过程至少重复两次。接下来将蒸发皿放入装置中，以蒸发液体。

用同样的方法取出其他 3 份试剂，每次取样之前都应按照前述方法进行扩散。

初始浓度 $C_{m,0}$ 也可以通过固体物质的称量与悬浮液体积的比例来算出。

8.3 第四次取样后，再进行一次扩散，然后将其置入恒温器或恒温蒸锅中，垂直悬挂在标准磨片的高度。同时启动计时器。

8.4 现在按照事先制定的时间表(见第 6 章表 1)进行取样。若取样持续时间为 20 s，则在规定的时刻前 10 s 开始吸液。需要将平均的取样时间记录下来。

如果使用带有预留空间(参见图 2)的吸液管，则每次移液之前需将预留空间内的液体吸出，并将其注入 100 cm^3 的烧杯中，冲洗吸液管并取出真正的试剂。由于该过程需要大约 20 s 的时间，因此试验者应在规定时刻前 30 s 进行该操作。

8.5 当液体从蒸发皿中蒸发完毕后，用坩埚钳将蒸发皿取出，清除附着在底部的水滴或杂质，当蒸发皿完全干燥后，将其置入干燥箱。选择干燥箱温度时，应确保固体物质的质量不会发生变化。

8.6 大约 1 h 后，将蒸发皿从干燥箱中取出，然后放入干燥器中。干燥器上只能放置一层干燥皿。干燥皿在这里至少放置 1 h。为了达到温度的均衡，最好将干燥器放在天平的附近。接下来用精度为 0.1 mg 的分析天平进行称量(见 7.8)。

9 分析报告

在分析报告中，应当注明本标准编号，并提供下列信息：

- a) 试验地点、试验者及日期；
- b) 试验物质的特性、来源以及尽可能精确的描述，包括密度等等；
- c) 分析方法或仪器；
- d) 沉降溶液的特性、浓度、黏度和温度；
- e) 扩散添加剂或润湿添加剂的特性与数量；
- f) 固体物质的最大体积浓度；
- g) 分散过程的特性与持续时间；
- h) 质量分布(扩散率) $D(w)$ 或 $D(X_w)$ 的表格，或图形坐标系。

如果在沉降分析之前，采用湿筛法对试剂的主体部分进行了分离，则还需要说明所使用的方法、筛孔的额定大小或分析筛的实测值，以及筛选过程等等。如果采用其他方法进行分离，也需要作出相应的说明。

附录 A
(资料性附录)
评估案例

表 A.1 中包含了确定 10 cm³ 蒸馏水中扩散剂质量的前四行数据。用移取试剂的质量减去该测量结果的平均值,以获得不含扩散剂的固体物质的净质量。

接下来的四行显示了标准试剂的测定结果。该测量的平均值是基数 m_0 (第 10 行)。

第 11 至 22 行显示的是沉降分析的实测结果。

在该分析过程中,每次吸取的悬浮液体积都是相等的, $V_0 = V = 10 \text{ cm}^3$ 。如果情况有变,则在第 11 栏前面插入两栏:一栏标明实际吸出的悬浮液体积,另一栏标明根据 m 和 V 算出的浓度 $C_m = m/V$ 。可以根据方程式(1) $D = C_m/C_{m,0}$ 来算出扩散率 D 。

作为评估案例的分析报告:

- a) 试验地点
 试验者
 日期
- b) 原料
 氧化铝 4 711
 密度 3.67 g/cm³
 称重 5.47 g
- c) 分析装置
 吸液管,编号 13(根据 DIN 66115)
 悬浮液体积 745 cm³
 试剂体积 10 cm³
 预留空间 0.61 cm³
- d) 液体
 蒸馏水,密度 1.00 g/cm³
 动态黏度 1.02 mPa·s
 温度 20℃
- e) 扩散剂
 焦磷酸钠
 Na₄P₂O₇·10H₂O
 每升蒸馏水 0.89 g
- f) 固体物质最大体积浓度 $C_{\infty} = 0.20\%$
- g) 扩散过程
 在 A 仪器中摇动 2 h
- h) 扩散率

表 A.1 评估案例

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
序列号	蒸发皿 编号	沉降时间 平均值	沉降 高度 ¹⁾	沉降 速度	斯托克斯 直径 ²⁾	蒸发皿 皮重	蒸发皿 质量 ³⁾	固体物质 与扩散剂 质量	固体物质 质量 ⁴⁾	扩散率
		t/min	h/cm	$(w=h/t)/(cm/min)$	$X_w/μm$	m_1/g	m_2/g	$(m_2 - m_1)/g$	m/g	D —
1	60	—	—	—	—	27.001 5	27.007 5	0.006 0	—	—
2	1	—	—	—	—	27.953 3	27.959 4	0.006 1	—	—
3	35	—	—	—	—	27.211 2	27.217 3	0.006 2	—	—

表 A.1 (续)

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
序号	蒸发皿 编号	沉降时间 平均值	沉降 高度 ¹⁾	沉降 速度 ($w=h/t$)/ (cm/min)	斯托克斯 直径 ²⁾ X_w / μm	蒸发皿 皮重 m_1 / g	蒸发皿 质量 ³⁾ m_2 / g	固体物质 与扩散剂 质量 (m_2-m_1)/ g	固体物质 质量 ⁴⁾ m / g	扩散率 D —
4	243	—	—	—	—	25.192 7	25.198 9	0.006 2	—	—
5	扩散剂质量平均值							0.006 1	—	—
6	55	—	20	—	—	26.699 2	26.778 7	0.079 5	0.073 4	—
7	24	—	19.58	—	—	25.575 6	25.655 3	0.079 7	0.073 6	—
8	66	—	18.16	—	—	28.456 5	28.536 3	0.079 8	0.073 7	—
9	64	—	18.74	—	—	27.950 1	28.029 1	0.079 0	0.072 9	—
10	标准试剂质量平均值 m_0								0.073 7	1.00
11	3	1.3	18.29	14.07	40.6	28.943 8	29.022 5	0.078 7	0.072 6	0.989
12	31	2.6	17.84	6.86	28.3	28.034 9	28.109 3	0.074 4	0.068 3	0.931
13	5	5.0	17.39	3.48	20.2	28.849 3	28.916 3	0.067 0	0.060 9	0.830
14	26	10.0	16.94	1.694	14.1	26.877 0	26.932 7	0.055 7	0.049 6	0.676
15	9	19	16.49	0.868	10.1	26.006 4	26.050 9	0.044 5	0.038 4	0.523
16	17	37	16.04	0.434	7.13	29.837 9	29.870 8	0.032 9	0.026 8	0.365
17	16	71	15.59	0.220	5.07	26.861 6	26.886 1	0.024 5	0.018 4	0.251
18	22	139	15.14	0.109	3.57	26.693 1	26.711 0	0.017 9	0.011 8	0.161
19	8	269	14.69	0.054 6	2.53	27.302 2	27.317 2	0.015 0	0.008 9	0.121
20	57	521	14.24	0.027 3	1.79	33.966	33.608 6	0.012 0	0.005 9	0.080
21	39	1 011	13.79	0.013 6	1.26	29.210 0	29.219 4	0.009 4	0.003 3	0.045
22	22	1 960	13.34	0.006 8	0.89	31.431 1	31.439 4	0.008 3	0.002 2	0.030

1) 每次移液后,沉降高度下降 4.5 mm(对标准试剂进行移液,事先不清空预留空间)。
2) 斯托克斯直径 X_w 是通过沉降速度计算出来的。
3) 液体蒸发后,蒸发皿的质量 m_2 。
4) 固体物质质量 $m=m_2-m_1$ -扩散剂质量-平均值。

附录 B
(规范性附录)
公式中的符号

表 B.1 公式中的符号

符号	含义	国际标准单位 ^a
C_m	悬浮液的固体物质质量浓度	g/cm^3
$C_{m,0}$	标准试剂的固体物质质量浓度	g/cm^3
C_v	悬浮液的固体物质体积浓度	1
D	扩散率, 质量分布	1
X_w	沉降速度当量直径	μm
g	重力加速度	cm/s^2
h	沉降高度	cm
m	固体物质质量	g
m_0	标准试剂中的固体物质质量	g
Re	雷诺数	1
t	沉降时间	s, min
V	体积	cm^3
V_0	标准试剂体积	cm^3
W	沉降速度	$\text{cm}/\text{s}, \text{cm}/\text{min}$
η	动态黏度	$\text{mPa} \cdot \text{s}$
ρ_l	液体密度	g/cm^3
ρ_s	固体密度	g/cm^3

^a 1 表示的是两个相同的国际标准单位之间的比值或两个用相同国际标准单位表示的参数的对数比值。

参 考 文 献

- [1] Andreasen, A. H. M, Lundberg, I.. 移液法精确测定仪, 特别考虑到操作分析. 德国陶瓷协会报告, 11(1930), 5:312-323.
- [2] 通过溶液沉降研究颗粒成分: 德国杂志出版社协会(VDZ)备忘录, 1958, 2:5.
- [3] BS 3406:1963 第2部分 液体沉降法.
- [4] 技术粉尘的精密测定. 德国工程师协会(VDI)规程 2031号, 1962, 10.
- [5] Rumpf, H.. 粒度分析精度的研究. Staub 20(1960), 8:253-266.
- [6] Leschonski, K.. 沉降分析的对比试验. Staub 22(1962), 11:475-486.
- [7] DIN 1306 密度 概念
- [8] DIN 1342 牛顿液体的黏度
- [9] DIN 51057 陶瓷原料与材料的检测 使用比重瓶测定粒状与粉末状材料的密度
- [10] DIN 51550 黏度测定法 黏度测定 一般性原理
- [11] DIN 51562 黏度测定法 用厄布洛德黏度计测量动态黏度 第1部分: 黏度计的规范和测量程序
- [12] DIN 52102 天然石材的检测 测定密度、毛密度、净密度、密度值、整体多孔性
- [13] DIN 53012 黏度测定法 牛顿液体的毛细管黏度测定法 误差原因与校正
- [14] DIN 53015 黏度测定法 使用霍普勒落球黏度测定法测量黏度
- [15] DIN 53193 色素检测 密度测定
-