

重质碳酸钙粒度分析中遮光比的研究

李少婷*

(汤臣倍健股份有限公司, 珠海 519000)

摘要: 目的 通过重质碳酸钙的粒度测定对测试样品的遮光比进行研究控制。**方法** 采用激光粒度分析仪进行重质碳酸钙的粒度测定, 采用同一实验条件, 只改变遮光比的情况下对同一样品进行激光粒度试验, 研究最佳遮光比范围。**结果** 遮光比不同最终粒度试验结果也不同。遮光比在 10%~15%和 15%~20%时 D10 的结果相对稳定, 且 2 个区域的最终 D10 的测定结果值分别为 9.95 和 9.94, 两者的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 0.1%; 遮光比在 10%~15%和 15%~20%时的结果相对稳定, 且 2 个区域的最终 D90 的测定结果值分别为 33.25 和 33.27, 两者的 RSD 值为 0.1%。**结论** 检测重质碳酸钙的激光粒度时, 要将其遮光比严格控制在 10%~20%之间, 此遮光比下测定的结果可信度与可靠性最高, 结果也是最准确最具代表性的。

关键词: 激光粒度分析仪; 重质碳酸钙; 粒度; 遮光比

Study on shading ratio in particle size analysis of ground calcium carbonate

LI Shao-Ting*

(By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519000, China)

ABSTRACT: Objective To study and control the shading ratio of the test sample through the particle size determination of the heavy calcium carbonate. **Methods** The laser particle size of heavy calcium carbonate was determined by laser particle size analyzer. The laser particle size test was carried out on the same sample under the same test conditions and only changing the shading ratio. The optimum shading ratio range was studied. **Results** The final particle size test with different shading ratios were also different. When the shading ratio was at 10%–15% and 15%–20%, the results of D10 were relatively stable, and the final D10 values of two kinds of regions were 9.95 and 9.94 with the relative standard deviation of 0.1%. The shading ratio was relatively stable at 10%–15% and 15%–20%, and the final D90 values of two kinds of regions were 33.25 and 33.27. The relative standard deviation value was 0.1%. **Conclusion** When measuring the laser particle size of heavy calcium carbonate, the shading ratio should be strictly keep between 10% and 20%. The results measured under this shading ratio have the highest reliability and reliability, and the results are the most accurate and representative.

KEY WORDS: laser particle size analyzer; ground calcium carbonate; particle size; shading ratio

1 引言

重质碳酸钙是保健食品生产中的重要原辅料之一,

而粒度分布是重质碳酸钙的重要指标之一, 对重质碳酸钙的性能有着十分重要的影响, 进而也影响后续成品的性能, 需要利用激光粒度仪先对重质碳酸钙的粒度分布进行判

*通讯作者: 李少婷, 主要研究方向为保健食品安全管理。E-mail: 13798976574@qq.com

*Corresponding author: LI Shao-Ting, By-Health Co., Ltd., No.19 Xinghan Road, Sanzao Town, Jinwan District, Zhuhai 519000, China. E-mail: 13787024704@qq.com

定^[1,2]。重质碳酸钙是强亲水性的颗粒, 在水质中具有很好的分散性^[3-8], 故采用湿法进样检测。激光粒度仪的测定原理: 通过自动分散系统, 将样品输送到激光粒度仪的测量区域, 激光照射到样品颗粒后将产生散射光, 光电探测器阵列接收这些散射光信号, 并转换成电信号, 通过 USB2.0 接口, 将这些电信号传送到电脑中, 依据米氏散射理论对散射光产生的电信号进行处理, 就可以得到所测样品粒度分布的结果^[8-12]。用激光粒度分析仪对重质碳酸钙的粒度分布进行检测的过程虽然比较简单快捷, 但是遮光比的大小直接影响其结果的准确度^[13-15], 所以遮光比的选择是至关重要的一个环节。因此本研究将进行一系列实验研究, 寻找出重质碳酸钙在粒度检测中最佳的遮光比, 以期为保证食品的生产提供参考。

2 材料与方 法

2.1 仪器与试剂

LS-C(III)型干湿二合一激光粒度分析[(珠海)欧美克仪器有限公司]。

实验室用水为纯化水(汤臣倍健股份有限公司)。

2.2 实验方法

选择湿法测量状态, 单击手动键, 开始自动对中和背景测量。待背景测量完毕后, 出现光能分布平落后。

在循环池中加入适量待测样品进行处理。

3 结果与分析

3.1 影响激光粒度分析仪结果因素的分析

(1)超声时间: 超声时间对粒度分布有着重要的影响, 若时间太短, 颗粒不能分散开, 反之, 被分散开的颗粒产生的创口及布朗运动产生的热量促使颗粒间的作用力增强, 造成颗粒重新聚集, 从而使颗粒粒径重新增大影响测量结果, 所以超声时间最好控制在 2~4 min

最为合适^[16];

(2)实验溶液温度: 温度增大各颗粒内能增大, 振动加剧, 虽有利于颗粒分散, 但容易对颗粒进行再一次破碎, 使得颗粒粒径变小, 而温度低时, 粉体不易分散, 造成测量误差加大, 所以实验溶液温度应控制在 20~35 °C;

(3)试样溶液在样品池的停留时间: 停留时间越长, 因颗粒在溶液中存在相互吸引作用, 粒径会有不断增大的趋势, 所以粉体试样溶液配制好后, 应尽快测试(1~2 min 内), 以免粉体试样颗粒团聚或产生沉淀, 影响测试结果;

(4)系统对中: 系统对中情况是通过计算机屏幕上显示的光能分布图来反映的, 当 0 单元光能柱比较高, 其他单元光能柱比较低, 说明系统对中得好, 测试结果更准确可靠, 所以应使 0 单元光能高度大于 80, 其他单元光能柱尽可能低。

3.2 遮光比

激光粒度分析仪测量重质碳酸钙的粒度分布, 是将样品配成一定浓度的悬浮液。悬浮液的颗粒数越多, 散射光越强, 遮光比越高, 反之, 颗粒数越少, 散射光越弱, 遮光比越低。由于样品的颗粒大小不一, 形态各异, 很难确定一个合适的浓度, 只能用遮光比的相对量来表征悬浮液的浓度。遮光比太低, 即样品的用量太小, 会造成样品代表性不够, 测量结果是无效的; 遮光比太高, 会造成重复散射, 测量结果误差增大。在其他影响因素控制在合适的范围下, 合适的遮光比有利于保证测量结果的准确可靠。

3.3 实际样品测定分析

分别配制不同样品量的混悬液, 用激光粒度仪进行实验, 因公司成品需要, 需要采集使用重质碳酸钙 D10 与 D90 的结果, 故实验收集了同一样品、同一实验环境下不同样品量 D10 和 D90 的实验数据(见表 1、2), 从重现性和平行性来判断最佳遮光比(见表 3、4), 最后的结果以相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)表示。

表 1 同一样品不同遮光比 D10 的结果
Table 1 D10 results of different shading ratios in the same sample

遮光比	0%~5%	5%~10%	10%~15%	15%~20%	20%~25%	25%~30%	> 30%
1	10.41	9.47	9.94	9.88	9.53	9.58	9.04
2	9.83	10.23	9.86	9.89	10.07	9.23	10.01
3	10.30	10.05	9.95	10.00	9.81	10.05	9.52
4	10.49	10.50	9.98	9.92	9.55	9.46	8.99
5	9.71	10.41	9.88	9.94	9.32	9.85	9.35
6	10.06	9.90	10.01	10.01	9.58	9.62	10.11
7	8.83	10.35	9.97	9.86	10.14	9.26	9.20
8	9.38	9.87	9.92	9.96	9.36	8.98	8.29
9	10.11	10.05	9.99	9.97	9.50	9.96	10.29
10	9.29	9.69	10.00	10.01	9.21	9.03	8.75
平均值	9.84	10.05	9.95	9.94	9.61	9.50	9.32
RSD/%	5.50	3.28	0.51	0.56	3.23	3.98	6.82

从表 1 中的实验结果可以看出遮光比在 10%~15%和 15%~20%时的结果相对比较稳定,且 2 个区域的最终 D10 的测定结果值分别为 9.95 和 9.94, 两者的 RSD 值为 0.1%。

从表 2 的实验结果可以看出遮光比在 10%~15%和 15%~20%时的结果相对比较稳定,且 2 个区域的最终 D90 的测定结果值分别为 33.25 和 33.27, 两者的 RSD 值

为 0.1%。

表 3 的实验数据结果表明: D10 的最大值为 9.96, 最小值为 9.93, 极差是 0.03, 符合允许误差 ± 0.3 的要求; D90 的最大值为 33.28, 最小值为 33.23, 极差是 0.05, 符合允许误差 ± 1.5 的要求。故重质碳酸钙在适宜条件下得到的 D10 和 D90 的实验结果是符合重复性实验要求的。

表 2 同一样品不同遮光比 D90 的结果
Table 2 D90 results of different shading ratios in the same sample

遮光比	0%~5%	5%~10%	10%~15%	15%~20%	20%~25%	25%~30%	> 30%
1	29.86	33.00	33.39	33.40	31.99	35.96	32.96
2	27.70	33.92	33.33	33.38	33.56	31.44	34.27
3	28.78	34.40	33.37	33.12	31.56	33.36	34.01
4	30.03	34.15	33.31	33.30	33.70	32.50	40.61
5	24.98	33.74	33.27	33.23	33.59	32.36	41.12
6	28.22	33.20	33.12	33.19	33.23	33.92	33.97
7	28.17	29.08	33.26	33.25	32.90	32.79	35.19
8	35.94	33.27	33.10	33.37	33.38	33.20	40.01
9	31.20	32.46	33.20	33.15	32.19	31.92	39.16
10	37.37	30.80	33.11	33.31	33.61	33.58	36.52
平均值	30.23	32.80	33.25	33.27	32.97	33.10	36.78
RSD/%	1253	5.08	0.33	0.30	2.37	3.81	8.54

表 3 重复性验证
Table 3 Repetitive validation

平行样	1	2	3	4	5	6	测定结果极差	允许误差
D10	9.94	9.95	9.93	9.96	9.94	9.95	0.03	± 0.3
D90	33.27	33.25	33.25	33.26	33.28	33.23	0.05	± 1.5

表 4 准确性验证
Table 4 Accuracy validation

标准样品	D10	D50	D90
标准值	2.38	17.11	46.72
允许误差	± 0.3	± 1.5	± 3.5
测定值	2.36	17.02	46.83

表 4 实验结果表明: 标准品 D10 为 2.38, 实际实验结果是 2.36, 误差为-0.02, 符合允许误差 ± 0.3 的要求; 标准品 D50 为 17.11, 实际实验结果是 17.02, 误差为-0.09, 符合允许误差 ± 1.5 的要求; 标准品 D90 为 46.72, 实际实验结果是 46.83, 误差为+0.11, 符合允许误差 ± 3.5 的要求。故所用激光粒度仪在适宜条件下所得到的实验结果是符合准确性实验要求的。

4 结 论

本研究在其他影响因素一致且合适的条件下, 通过控制不同样品量来控制实验样品的遮光比, 最终实验结果表明 D10: 遮光比在 10%~15%和 15%~20%时的结果相对比较稳定, 且 2 个区域的最终 D10 的测定结果值分别为 9.95 和 9.94, 两者的 RSD 值为 0.1%; D90: 遮光比在 10%~15%和 15%~20%时的结果相对比较稳定, 且 2 个区域的最终 D90 的测定结果值分别为 33.25 和 33.27, 两者的 RSD 值为 0.1%, 则当遮光比在 10%~20%时, 其检测结果最稳定, 重现性最好, 在此遮光比下测定的结果可信度与可靠性最高, 结果也是最准确的。故在做重质碳酸钙的激光粒度检测时, 遮光比要严格控制在 10%~20%, 这样的实验结果才可用来评估该原料是否可以投入生产, 使得最后的成品特性在标准规定内。该研究方法同样可以运用到

其他原料检测的最佳条件选择上。

参考文献

- [1] 胡晓波, 刘宝树, 胡庆福. 重质碳酸钙生产现状及其发展[J]. 中国粉体技术, 2001, 7(1): 26–30.
Hu XB, Liu BS, Hu QF. Current status and development of heavy calcium carbonate production [J]. Chin Powder Technol, 2001, 7(1): 26–30.
- [2] HG/T 3249.1-3249.4-2013 工业用重质碳酸钙[S].
HG/T 3249.1-3249.4-2013 Industrial heavy calcium carbonate [S].
- [3] 隋修武, 李瑶, 胡秀兵, 等. 激光粒度分析仪的关键技术及研究发展[J]. 电子测量与仪器学报, 2016, 30(10): 1449–1459.
Sui XW, Li Y, Hu XB, *et al.* A key technology and research development of laser particle size analyzer [J]. J Electr Measur Instr, 2016, 30(10): 1449–1459.
- [4] 张立新. 活性碳酸钙粒度分布的测定方法[J]. 安徽化工, 2015, (4): 86–87, 89.
Zhang LX. Determination of particle size distribution of active calcium carbonate [J] Anhui Chem Ind, 2015, (4): 86–87, 89.
- [5] GB 2760-2011 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2011 National food safety standards-Standard for uses of food additives [S].
- [6] Roskill. Ground & precipitated calcium carbonate: Global industry markets & outlook [M]. London: Roskill Information Services Ltd., 2012.
- [7] 唐桂新, 张宗国, 蒋宗辰. 浅析贺州市重质碳酸钙产业发展现状及应用前景[J]. 轻工科技, 2019, 35(5): 116–117.
Tang GX, Zhang ZG, Jiang ZC. Analysis on the development and application prospect of heavy calcium carbonate industry in Hezhou city [J]. Light Ind Technol, 2019, 35(5): 116–117.
- [8] 陈鑫, 陈玉宇. 浅谈激光粒度仪的使用方法 & 常见问题分析[J]. 广州化工, 2020, 48(7): 119–121.
Chen X, Chen YY. A brief discussion on the method of using laser particle size instrument and analysis of common problems [J]. Guangzhou Chem Ind, 2020, 48(7): 119–121.
- [9] 孔祥发, 代杰, 景永明, 等. 激光粒度分析仪的关键技术及研究进展[J]. 石化技术, 2019, 26(3): 187.
Kong XF, Dai J, Jing YM, *et al.* A key technology and research progress of laser particle size analyzer [J]. Petrochem Ind Technol, 2019, 26(3): 187.
- [10] 王红芸, 李岩, 赵丽丽, 等. 激光粒度分析仪分析方法的研究[J]. 科技资讯, 2014, 12(19): 213–214.
Wang HY, Li Y, Zhao LL, *et al.* Analysis method of laser particle size analyzer [J]. Technol Inform, 2014, 12(19): 213–214.
- [11] 孙双, 徐敏敏, 刘殿丽, 等. 激光粒度仪测定碳酸钙粉体粒度的研究[J]. 聚酯工业, 2017, 30(6): 30–32.
Sun S, Xu YM, Liu DL, *et al.* Determination of particle size of calcium carbonate by laser particle size meter [J]. Polyesters Ind, 2017, 30(6): 30–32.
- [12] 孔祥发, 代杰, 景永明, 等. 激光粒度分析仪的关键技术及研究进展[J]. 石化技术, 2019, 26(3): 187.
Kong XF, Dai J, Jing YM, *et al.* Key technology and research progress of laser particle size analyzer [J]. Petrochem Ind Technol, 2019, 26(3): 187.
- [13] 郑秀玲. 激光粒度仪法测定碳酸钙粒径及粒度分布[J]. 纯碱工业, 2018, (1): 13–14.
Zheng XL. Determination of particle size and particle size distribution of calcium carbonate by laser particle size analyzer [J]. Soda Ind, 2018, (1): 13–14.
- [14] 陈丹丹, 张晨夕, 徐禄. 马尔文 MS3000 粒度仪在碳酸钙粒径分析中的应用[J]. 黑龙江造纸, 2018, 46(1): 32–34.
Chen DD, Zhang CX, Xu L. Application of Malvern MS3000 particle size analyzer in calcium carbonate particle size analysis [J]. Heilongjiang Paper, 2018, 46(1): 32–34.
- [15] Hugo L, Matthieu M, Doriane D, *et al.* Grain size analyzers: Results of an inter comparison study [J]. SN Appl Sci, 2019, 1(9): 1–9.
- [16] 梁晓冬, 张晓晨, 王敏, 等. 浅谈超声时间对激光粒度仪检测结果的影响[J]. 超硬材料工程, 2017, 29(1): 7–10.
Liang XD, Zhang XC, Wang M, *et al.* Influence of ultrasonic time on laser particle size analyzer detection results [J]. Superhard Mater Eng, 2017, 29(1): 7–10.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



李少婷, 主要研究方向为保健食品安全管理。

E-mail: 1378724704@qq.com