

Федеральное агентство по образованию Российской Федерации  
Государственное образовательное учреждение высшего  
профессионального образования  
Санкт-Петербургский государственный технологический институт  
(технический университет)

---

Кафедра коллоидной химии  
Кафедра высокоэнергетических процессов

В. Н. Наумов, Д. В. Королев

# **СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ СУСПЕНЗИЙ**

**Методические указания к лабораторной работе**

Санкт-Петербург

2005

УДК 541.18

Наумов В. Н., Королев Д. В. Седиментационный анализ суспензий: Методические указания к лабораторной работе. — СПб.: ГОУ ВПО СПбГТИ(ТУ), 2005. — 30 с.

Настоящие методические указания содержат описание методики седиментационного анализа, приборов, материалов и методов расчета.

Методические указания предназначены для студентов III курса, изучающих курс «Поверхностные явления и дисперсные системы», студентов старших курсов, обучающихся на кафедре высокоэнергетических процессов, и по другим химико-технологическим специальностям. Могут быть полезны студентам, преподавателям и научным сотрудникам, специализирующимся в областях, связанных с изучением и применением дисперсных материалов.

Ил. 14, табл. 5, библиогр. 4 назв.

Рецензент: В. Б. Осташев, кандидат технических наук, доцент кафедры общей физики ГОУ ВПО СПбГТИ(ТУ)

Утверждены на заседании учебно-методической комиссии химического отделения 06.10.2005.

Рекомендованы к изданию РИСо ГОУ ВПО СПбГТИ(ТУ).

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ .....	4
1 СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ .....	5
1.1 Общие сведения из теории седиментации.....	5
1.2 Основы обработки экспериментальной кривой седиментации .....	7
2 ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ.....	10
2.1 Приготовление суспензии .....	10
2.2 Анализ суспензии.....	10
2.3 Ручная обработка экспериментальных данных .....	12
2.4 Содержание отчета о лабораторной работе .....	19
ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (СПРАВОЧНОЕ). НОМОГРАММА СТОКСА....	20
ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (СПРАВОЧНОЕ). ПАРАМЕТРЫ ДИСПЕРСНОЙ ФАЗЫ И ДИСПЕРСНОЙ СРЕДЫ .....	21
ПРИЛОЖЕНИЕ 3 (СПРАВОЧНОЕ). СОПРЯЖЕНИЕ ВЕСОВ ОНАУС С ПЕРСОНАЛЬНЫМ КОМПЬЮТЕРОМ И НАСТРОЙКА ПАРАМЕТРОВ.....	22
ПРИЛОЖЕНИЕ 4 (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ). ОПИСАНИЕ ПРОГРАММЫ DINAMICWEIGHT .....	24
ЛИТЕРАТУРА.....	29

## ВВЕДЕНИЕ

Грубодисперсные системы имеют размеры частиц дисперсной фазы  $10^{-5}$ — $10^{-6}$  м. К ним относятся суспензии, эмульсии, пены и грубые аэрозоли.

Грубодисперсные системы являются принципиально термодинамически неравновесными и агрегативно неустойчивыми системами.

Так как относительно крупные частицы дисперсной фазы в грубодисперсных системах не могут совершать поступательного броуновского движения, они оседают или всплывают в гравитационном поле. Таким образом, грубодисперсные системы седиментационно неустойчивы.

На изменении массы седиментационного осадка основаны методы седиментационного анализа.

Настоящие методические указания содержат описание методики седиментационного анализа, приборов, материалов и методов расчета.

Целью работы является освоение метода определения микроразмерного состава дисперсной фазы суспензий.

# 1 СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ

## 1.1 Общие сведения из теории седиментации

Седиментационный анализ применяется для определения размеров частиц в системах относительно низкой степени дисперсности (суспензия, эмульсия).

Целью дисперсионного анализа является получение кривых распределения, анализ которых позволяет установить, каково относительное содержание частиц в заданных интервалах радиусов или, иначе говоря, каков фракционный состав системы.

Седиментационный анализ основан на зависимости размеров частиц от скорости их оседания, выражающейся уравнением

$$r = \sqrt{\frac{9\eta u}{2(D-d)g}}, \quad (1)$$

где  $r$  — эквивалентный радиус частицы;

$\eta$  — вязкость среды;

$u$  — линейная скорость движения частицы;

$D$  и  $d$  — соответственно, плотность дисперсной фазы и дисперсной среды;

$g$  — ускорение силы тяжести.

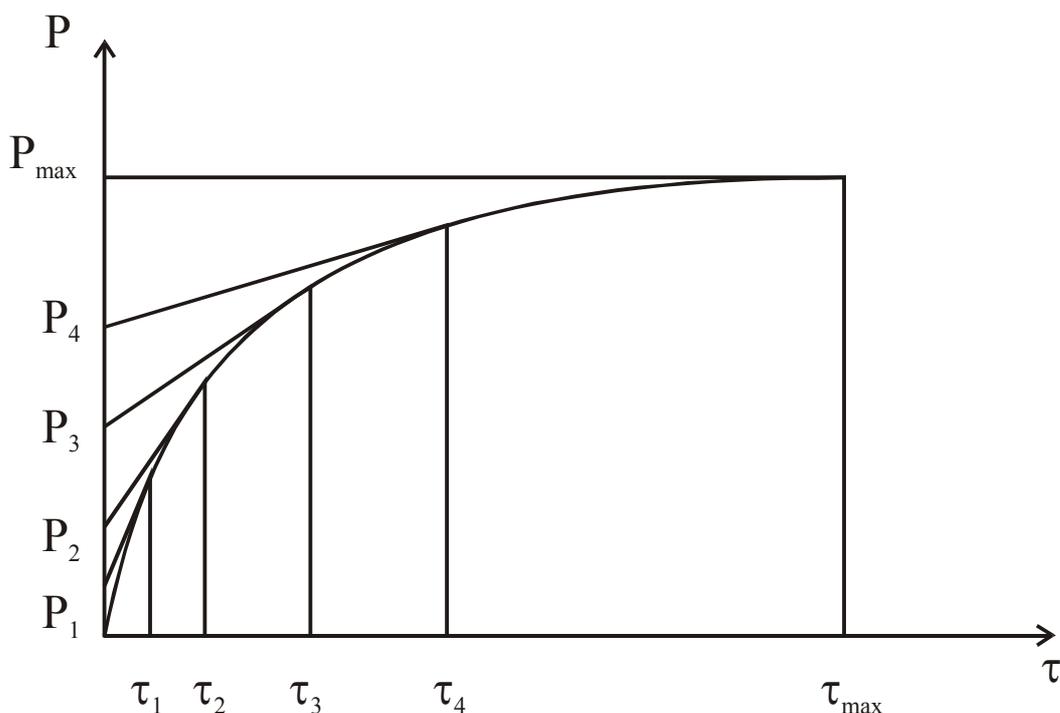


Рисунок 1.1 — Кривая седиментации

Так как для данной системы все величины, кроме скорости, являются постоянными, то уравнение (1) можно представить в следующем виде

$$r = K\sqrt{u}, \quad (2)$$

где  $K = \sqrt{\frac{9\eta}{2(D-d)g}}$  — константа Стокса.

Очевидно

$$u = \frac{H}{\tau}, \quad (3)$$

где  $H$  — высота оседания частиц (высота химического стакана или столба жидкости);

$\tau$  — время оседания частиц.

Определив экспериментально эти величины и рассчитав константу Стокса, можно вычислить эквивалентные радиусы частиц, оседающих за те или иные промежутки времени.

Можно достигнуть тех же целей, пользуясь номограммой Стокса.

В работе используется метод непрерывного взвешивания седиментационного осадка. По полученным экспериментальным данным строится кривая седиментации — зависимость веса седиментационного осадка  $P$  от

времени оседания  $\tau$  (Рисунок 1.1). В реальных полидисперсных системах кривые оседания имеют плавный ход и приближаются к параболам. Полученную седиментационную кривую обрабатывают графическим способом, то есть путем построения касательных в точках кривой, соответствующих разным значениям времени оседания. В результате получают данные для построения интегральной и дифференциальной гистограмм и кривых распределения частиц по размерам [1, 2, 3].

### 1.2 Основы обработки экспериментальной кривой седиментации

В монодисперсной суспензии, при одинаковых размерах всех частиц, вес седиментационного осадка должен увеличиваться пропорционально времени оседания (Рисунок 1.2). Тогда на графике  $P = f(\tau)$  должна получиться прямая  $OA$ , где  $\tau_1$  — время, в течение которого осядут все частички данных размеров.

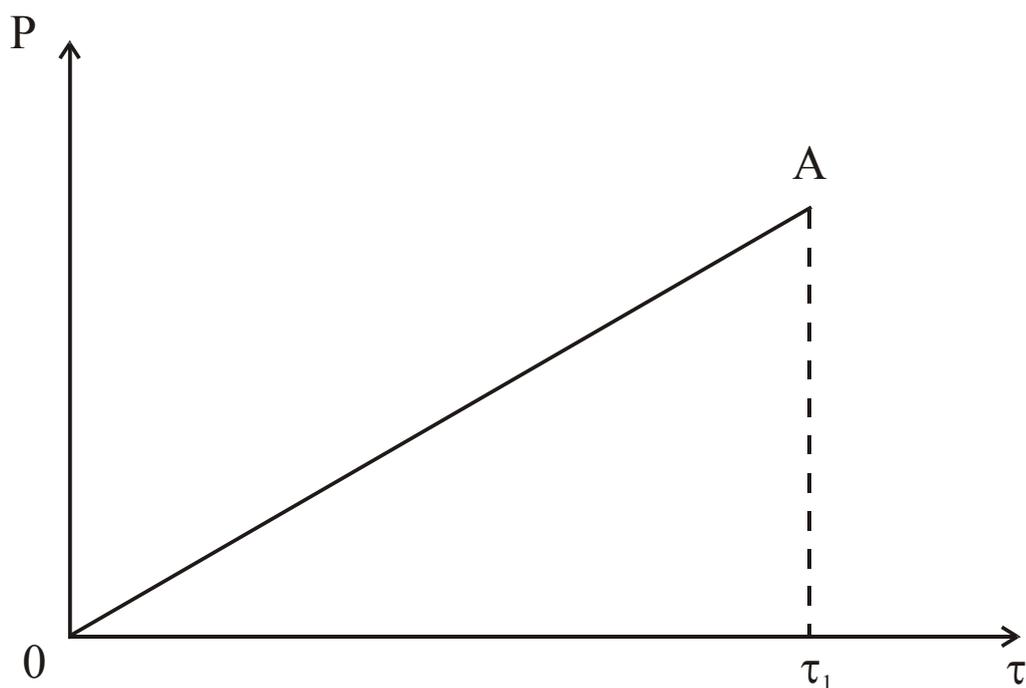


Рисунок 1.2 — Изменение веса седиментационного осадка для монодисперсной системы

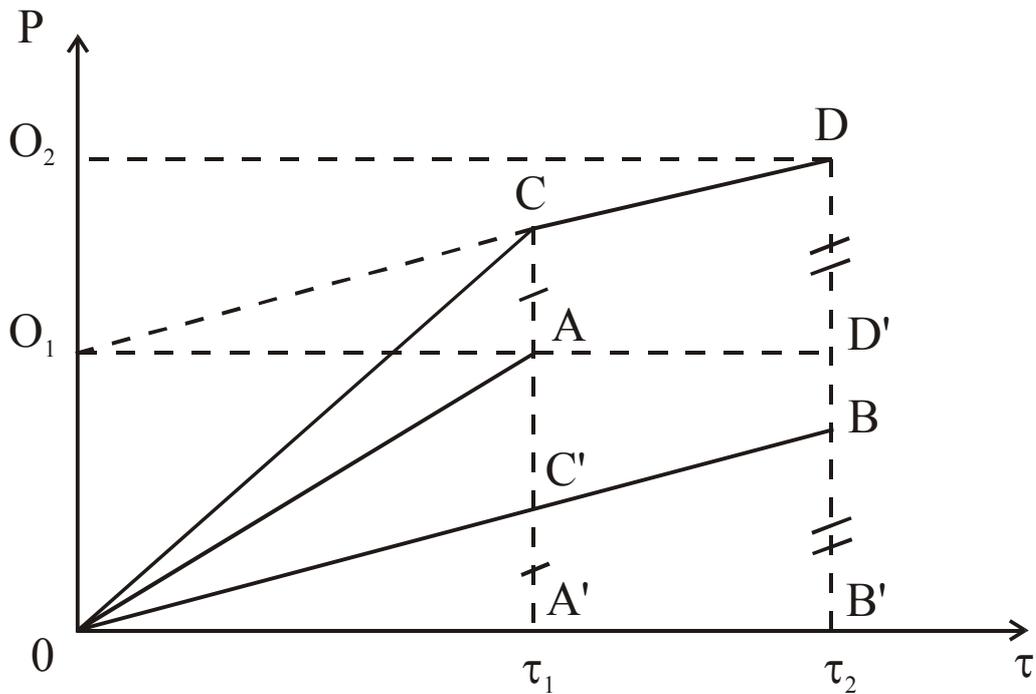


Рисунок 1.3 — Изменение веса седиментационного осадка для суспензии из двух фракций

Представим себе суспензию, состоящую из частиц двух фракций: крупных и мелких. Очевидно, будет происходить одновременно оседание крупных частиц за время  $\tau_1$  (увеличение веса седиментационного осадка за их счет происходит по прямой  $OA$ ) и мелких частиц за несколько большее время  $\tau_2$  (по прямой  $OB$ ). За время  $\tau_1$  будут оседать одновременно крупные и мелкие частицы. Общее увеличение веса седиментационного осадка за это время будет проходить по прямой  $OC$ , полученной путем сложения ординат линий  $OA$  и  $OB$  ( $AC = A'C'$ ). Далее увеличение веса седиментационного осадка происходит за счет оседания мелких частиц по линии  $CD$  (линия  $CD$  параллельна  $OB$  и  $B'B = D'D$ ). В результате изменение веса седиментационного осадка описывается ломаной линией  $OCD$ .

Если суспензия содержит три фракции частиц, седиментационная кривая будет состоять из трех прямолинейных отрезков. При увеличении числа фракций, очевидно, будет увеличиваться число изломов на седиментационной кривой и для реальной полидисперсной суспензии она превратится в плавную кривую, близкую к параболе (см. рис. 1)

На рисунке 3 видно, что отрезки ординаты  $OO_1 = P_1$  — весу первой фракции, а  $O_1O_2 = P_2$  — весу второй фракции ( $OO_1 = AA'$ ,  $O_1O_2 = B'B = D'D$ ).

Если к нескольким точкам на реальной седиментационной кривой (см. рис. 1), соответствующим разному времени оседания ( $\tau_1, \tau_2, \tau_3, \dots, \tau_{max}$ ), провести касательные, они отсекут на оси ординат отрезки, равные весу фракций, оседающих за соответствующие промежутки времени:  $P_1$  — за время  $\tau_1$ ,  $P_2$  — за время  $\tau_2, \dots, P_{max}$  — за время  $\tau_{max}$ , то есть  $P_{max}$  — максимальный вес седиментационного осадка за все время оседания.

Значение  $P_{max}$  получается тогда, когда седиментационный анализ доведен до конца, то есть когда осели частицы самых малых размеров. Если в системе содержатся очень мелкие частицы, анализ не всегда удается довести до конца (время оседания мелких частиц весьма велико, а прибавление осадка ничтожно). В этих случаях предел, к которому стремится кривая седиментации ( $P_{max}$ ), находят аналитическим путем. Один из таких путей описан в [3].

В некоторых случаях при проведении седиментационного анализа не удается зафиксировать оседание очень крупных частиц, которых обычно в системе мало, но оседают они очень быстро. Если необходимо знать размер самых крупных частиц в системе, его определяют при помощи микроскопа.

## 2 ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

### 2.1 Приготовление суспензии

Для приготовления суспензии взвешивают на часовом стекле 1 грамм указанного в задании порошка. Навеску переносят в фарфоровую ступку, туда же добавляют из стакана небольшое количество дисперсионной среды (не более 5 мл). Полученную таким образом пасту тщательно растирают в течение 2—3 минут, а затем добавляют еще небольшое количество дисперсионной среды и аккуратно переносят содержимое ступки в стакан. Затем суспензию тщательно перемешивают в стакане.

### 2.2 Анализ суспензии

Для проведения анализа используется установка, показанная на рисунке 3.

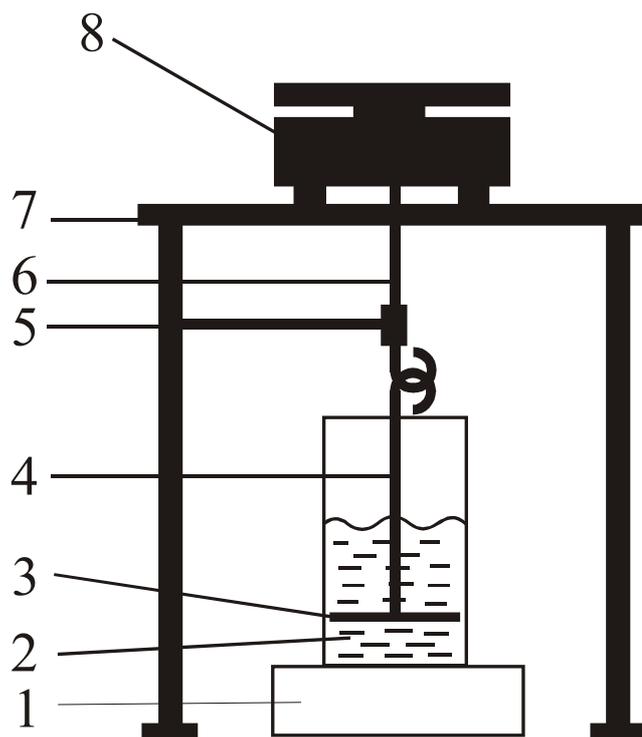


Рисунок 2.1 — Схема установки для проведения седиментационного анализа: 1 — магнитная мешалка; 2 — химический стакан с исследуемой суспензией; 3 — круглый диск для взвешивания осадка; 4 — штанга диска; 5 — удерживающее устройство; 6 — штанга весов; 7 — столик весов; 8 — весы

Перед началом анализа необходимо выполнить следующие действия:

- ознакомиться с описанием программы DinamicWaigth (приложение 4);
- включить весы и компьютер;
- проверить наличие на компьютере необходимого программного обеспечения (логотип-ярлык программы DinamicWaigth);
- проверить исправность весов по показанию дисплея, поместив на чашу весов гирьку с известной массой;
- запустить на компьютере программу DinamicWaigth, щелкнув дважды мышкой на ярлыке программы;
- установить заданный интервал времени измерений;
- убедиться в том, что штанга весов с диском зафиксирована в удерживающем устройстве и не находится в зацеплении с подвеской весов;
- поместить исследуемую суспензию в измерительный стакан и перемешать ее с помощью магнитной мешалки или ручной мешалкой (вариант подготовки раствора по заданию преподавателя);
- убедившись в том, что в суспензии после перемешивания прекратились заметные перемещения среды и взвешенных частиц, штангу весов ввести в зацепление с подвеской весов;
- приступить к анализу.

Для проведения анализа необходимо выполнить следующие действия:

- выбрать пункт «Tare» (тарирование) из меню «Tools» (инструменты);
- в появившемся окне нажать кнопку «Tare» (рис. 2.2) и, убедившись, что на дисплее весов показания массы равны 0,000, нажать кнопку «ОК»;
- выбрать пункт «Start» (начать) из меню «DAQ» (Data Acquisition — получение данных);

— ждать завершения процесса, визуально контролируя на экране компьютера график получаемой седиментационной кривой до появления прямой, отвечающей прекращению заметного нарастания массы осадка;

— при окончании процесса седиментации завершить опыт, выбрав пункт «Stop» (закончить) из меню «DAQ»;

— необязательно, только если указано преподавателем, сохранить данные на жестком диске компьютера, выбрав пункт «Save» из меню «File».

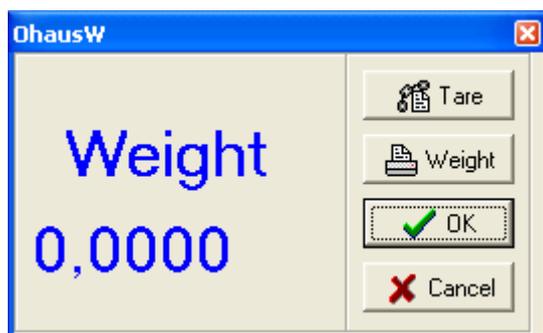


Рисунок 2.2 — Окно тарирования

— для обработки полученных данных вручную— из меню «Tools» выбрать пункт «ToExcel» и, в появившемся окне с таблицей, выписать 10—15 значений массы осадка, соответствующих значениям времени оседания от начала опыта до его завершения через равные промежутки времени;

— предъявить полученные данные преподавателю и выйти из программы DinamicWaigth.

По окончании анализа можно приступить к обработке результатов измерений.

Расчеты можно проводить либо вручную, либо при помощи программы Microsoft Excel, используя пункт «To Excel» меню «Tools», либо при помощи пункта «Calculate» (Расчет, см. приложение 4, вариант выполнения по заданию преподавателя).

### **2.3 Ручная обработка экспериментальных данных**

Экспериментальные данные заносятся в таблицу (Таблица 1).

Таблица 1 — Экспериментальные данные седиментационного анализа

Время оседания (от начала опыта), $\tau$	15''	30''	1'	2'	4'	И так далее до постоянного веса
Вес осадка, мг						

По данным таблицы 1 строят кривую оседания  $P = f(\tau)$ , где  $P$  — вес седиментационного осадка, мг;  $\tau$  — время оседания, сек. Затем обрабатывают седиментационную кривую методом построения касательных (см. главу 1.2). Для этого на кривой выбирают 7—8 точек, соответствующих разному времени оседания, и проводят касательные к седиментационной кривой, продолжая их до пересечения с осью ординат (см. Рисунок 1.1). Отрезки ординат, отсекаемые касательными, дают вес отдельных фракций частиц ( $P_1, P_2, \dots, P_n$ ). Отрезок ординаты от начала координат до первой касательной соответствует весу наиболее крупной фракции ( $P_1$ ). Последний отрезок ординаты (между последней касательной и горизонтальной прямой, соответствующей  $P_{max}$ ) дает вес частиц самой мелкой фракции. Последнюю касательную нужно проводить как можно ближе к горизонтальной прямой, чтобы величина  $P_n$  была небольшой.

Зная вес частиц отдельных фракций, а также общий вес седиментационного осадка ( $P_{max}$ ), можно определить процентное содержание отдельных фракций

$$Q = \frac{P}{P_{max}} \cdot 100, \quad (4)$$

где  $Q$  — процентное содержание фракции;

$P$  — вес фракции, мг;

$P_{max}$  — общий вес седиментационного осадка, мг.

Очевидно, что  $Q_1 + Q_2 + \dots + Q_n = 100\%$ , так как  $P_1 + P_2 + \dots + P_n = P_{max}$ . Результаты вычислений записывают в таблицу (Таблица 2).

Таблица 2 — Данные для построения интегральной кривой распределения

№ п/п	Значение времени оседания для точки, в которой проведена касательная $\tau$ , сек	Вес фракции осадка, оцреленный по седиментационной кривой $P$ , мг	Процентное содержание фракции $Q$ , %	Нарастающее суммарное содержание частиц (начиная с самых мелких), %	$K^*$ (найденный по номограмме Стокса)	Эквивалентный радиус частиц (найденный по номограмме Стокса) $r$ , мкм
1				100%		$>r_1(r_{max}-r_1)$
2				∴		∴
∴				∴		∴
и.т.д.				∴		∴
				$Q_n + Q_{n-1} =$		$r_{n-1}$
$n$				$Q_n =$		$<r_n(r_n-r_{min})$
		$\sum P = P_{max}$	$\sum Q = 100\%$			

Примечание: \* —  $k = \sqrt{u} = \sqrt{\frac{H}{\tau}}$  — по номограмме Стокса.

Затем, пользуясь номограммой Стокса (см. приложение 1.), находят эквивалентный радиус частиц отдельных фракций, который также записывается в таблицу.

Для расчетов по номограмме Стокса необходимо знать следующие величины

$D-d$  — разность плотностей дисперсной фазы ( $D$ ) и дисперсной среды ( $d$ ), г/см<sup>3</sup>;

$\eta$  — вязкость дисперсной среды, пауз;

$H$  — высота оседания частиц, см.

$H$  находят экспериментально: она равна глубине погружения чашечки.

Расчет по номограмме Стокса ведут в следующем порядке.

1. Откладывают на шкале 1,*а* разность плотностей дисперсной фазы и дисперсной среды  $D-d$ , а на шкале 1,*б* — вязкость дисперсной среды  $\eta$  в

паузах. Соединив эти точки прямой, находят на шкале 1 значение константы уравнения Стокса  $K$  (записывают его значение).

2. Соединяя на шкале 2,а значения времени оседания  $\tau$  (в точках, к которым построены касательные) со значением высоты оседания  $H$  2,б, находят на шкале 2 значения  $\sqrt{u} = \sqrt{\frac{H}{\tau}}$  и вносят в таблицу 2.

3. Наконец, соединяя прямой значение  $K$  на шкале 1 со значением  $\sqrt{u}$  на шкале 2 и продолжая прямую до пересечения со шкалой 3, находят на последней величину эквивалентного радиуса частиц данной фракции и также вносят в таблицу 2.

По данным таблицы 2 строят интегральную (суммарную) кривую, для чего на оси абсцисс откладывают значения эквивалентных радиусов, начиная с самых мелких частиц, а на оси ординат – нарастающее суммарное процентное содержание всех частиц от наименьшего до данного радиуса включительно, относя его к наибольшему в данной фракции радиусу. Эту величину подсчитывают предварительно и вносят в табл. 2. подсчет начинают с самых мелких частиц (т.е. с последней строки табл. 2), где процентное содержание составляет  $Q_n$ ; для частиц следующей (более крупной) фракции суммарное процентное содержание будет  $Q_n + Q_{n-1}$  и т.д.

Таким образом, последняя суммарная величина, соответствующая фракции от  $r_1$  до  $r_{\max}$  и отнесенная к  $r_{\max}$ , составит 100%.

Размер самых крупных частиц  $r_{\max}$  с достаточной долей приближения определяют, проводя касательную к седиментационной кривой из начала координат. Вначале на каком-то участке касательная совпадает с седиментационной кривой, а затем разойдется с ней, начиная со времени  $\tau_0$ . Определив  $\tau_0$  из графика  $P = f(\tau)$ , находят для него обычным путем по номограмме Стокса радиус самых крупных частиц  $r_{\max}$ .

Величину эквивалентного радиуса, соответствующего наиболее часто встречающемуся размеру частиц в данной системе, находят из диффе-

ренциальной кривой распределения, для построения которой обрабатывают интегральную кривую следующим образом (рис. 2.3): через равные интервалы радиусов, которые выбираются произвольно (например,  $\Delta r = 2$  мк), строят координаты до пересечения с интегральной кривой, сносят эти точки на ось ординат и находят значение  $\Delta Q$  – разности между двумя соседними ординатами. Число отрезков  $\Delta r$ , на которые разбивают абциссу, должно иметь не менее 8–10. Полученные таким образом данные вносят в таблицу 3.

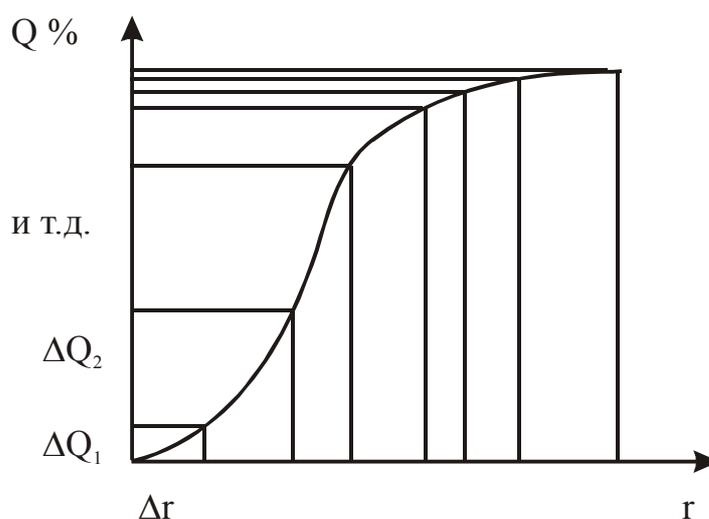


Рисунок 2.3 — Обработка интегральной кривой распределения для построения дифференциальной кривой

Таблица 3 — Данные для построения дифференциальной кривой распределения

$r$ , МК	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
$\Delta r$ , МК	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
$\Delta Q$ , %										
$\frac{\Delta Q}{\Delta r}$										

Затем, откладывая на оси абсцисс значения эквивалентных радиусов  $r$ , а по оси ординат  $\frac{\Delta Q}{\Delta r}$ , строят прямоугольники, беря за основание равные интервалы радиусов  $\Delta r$ , а за высоту —  $\frac{\Delta Q}{\Delta r}$ , соответствующую данному радиусу  $r$  (см. Рисунок 1.1).

Соединив плавной кривой середины верхних оснований прямоугольников, получают дифференциальную кривую распределения, по которой можно определить  $r_{\max}$  — радиус частиц, которых больше всего в данной дисперсной системе (см. рис. 1.1).

Площадь каждого прямоугольника представляет собой процентное содержание фракции с определенным интервалом размера частиц. Площадь фигуры, описываемой кривой, должна быть равна сумме площадей всех прямоугольников.

По форме дифференциальная кривая чаще всего представляет статистическую кривую распределения с одним максимумом, но она может быть и другой. Вид кривой зависит от характера дисперсной системы.

Ниже приведен пример ручного расчета.

Проводился седиментационный анализ суспензии песка в воде. Результаты обработки седиментационной кривой и расчеты по номограмме Стокса сведены в табл. 4;  $D - d = 1,1 \text{ г/см}^3$ ;  $\eta = 0,01 \text{ н}$ ;  $H = 10 \text{ см}$ ;  $K = 68 \cdot 10^{-4}$ ;  $r_{\max} = 19 \text{ МК}$ .

Таблица 4 — Данные для построения интегральной кривой распределения

№ п/п	Значение времени оседания для точки, в которой проведена касательная $\tau$ , сек	Вес фракции осадка, определенный по седиментационной кривой $P$ , мг	Процентное содержание фракции $Q$ , %	Нарастающее суммарное содержание частиц (начиная с самых мелких), %	$K^*$ (найденный по номограмме Стокса)	Эквивалентный радиус частиц (найденный по номограмме Стокса) $r$ , мкм
1	2	5,4	12,9	100%	0,28	> 16,0
2	6	17,8	42,3	87,1	0,17	11,0
3	10	7,5	17,8	44,8	0,13	8,1
4	16	5,6	13,3	27,0	0,10	6,6
5	20	2,5	6,0	13,7	0,09	6,0
6	25	2,4	5,7	7,7	0,08	5,4
7	30	0,8	2,0	2,0	0,07	< 4,9
		$\sum P = P_{\max} = 42$	$\sum Q = 100\%$			

По данным табл. 4 построена интегральная кривая распределения, изображенная на рис 2.4.

Таблица 5 — Данные для построения дифференциальной кривой распределения

$r$ , мк	2	4	6	8	10	12	14	16	18	
$\Delta r$ , мк	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
$\Delta Q$ , %		1	14	33	29	17	4	2,5	1,5	
$\frac{\Delta Q}{\Delta r}$		0,5	7	16,5	14,5	8,5	2	1,25	0,75	

Результаты обработки интегральной кривой записаны в табл. 5; по ним построена дифференциальная кривая распределения (рис. 2.4).

Как показывает дифференциальная кривая, больше всего в суспензии песка в воде имеется частиц с размерами 7 – 8 мк.

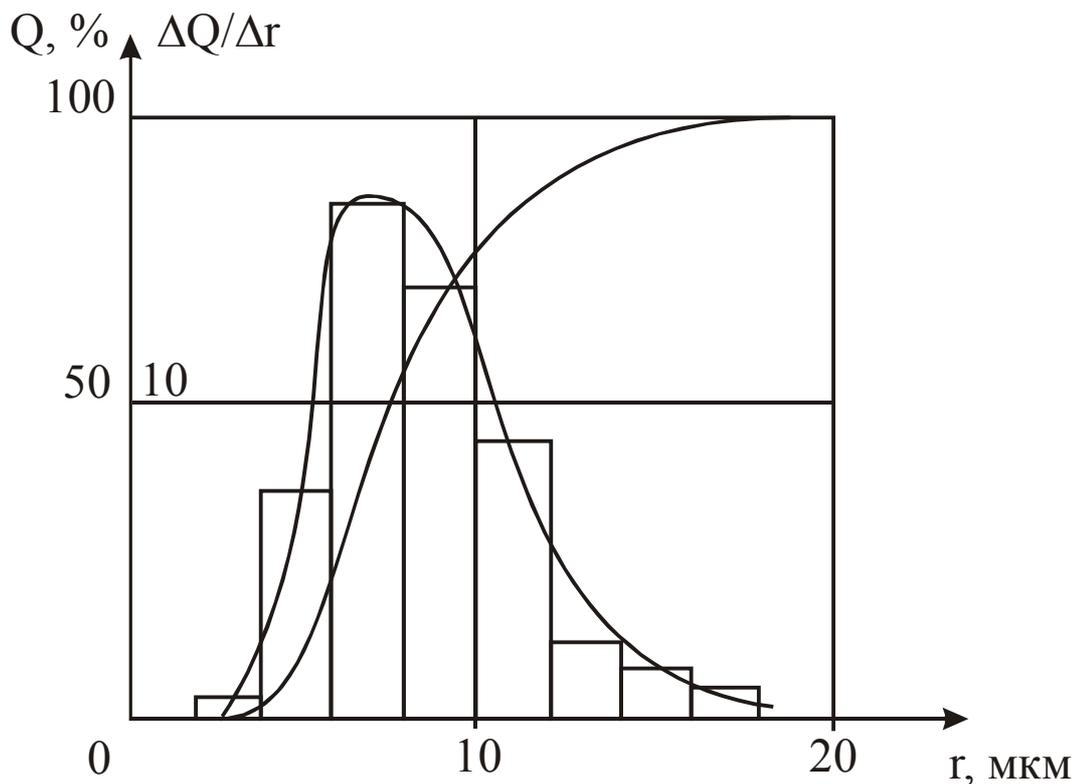


Рисунок 2.4 — Интегральная и дифференциальная кривые распределения для суспензий песка в воде

#### 2.4 Содержание отчета о лабораторной работе

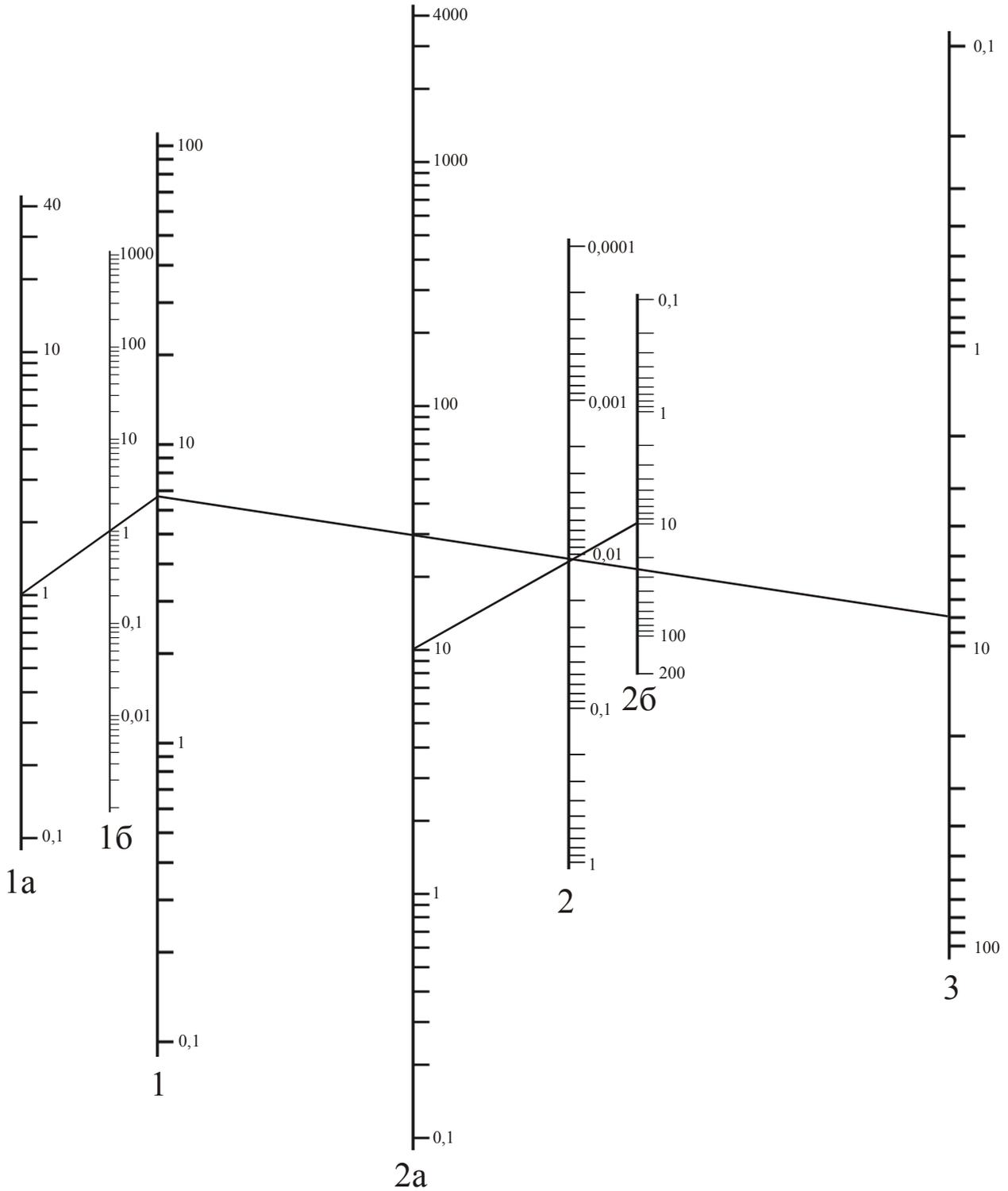
Отчет о лабораторной работе может выглядеть по-разному, поскольку расчеты могут выполняться либо на компьютере, либо вручную.

Отчет о лабораторной работе должен содержать следующие пункты.

1. Задание на выполнение работы с указанием всех исходных данных.
2. Схему экспериментальной установки.
3. Седиментационную кривую.
4. Результаты расчетов, включая кривые распределения частиц по размерам.

По заданию преподавателя также отчет может быть выполнен и сдан в электронном виде непосредственно на компьютере.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (СПРАВОЧНОЕ). НОМОГРАММА СТОКСА



1a—  $(D - d) 10^3$ ; кг/м<sup>3</sup>, 1б—  $\eta 10^3$ ; Н с/м<sup>2</sup>, 1—  $K = 10^4 \sqrt{\frac{9\eta}{2(D - d)g}}$ ; 2a—  $\tau$  с;

2—  $\sqrt{u} = \sqrt{\frac{H}{\tau}}$ , 2б—  $H 10^2$ , м; 3—  $r 10^6$ , м

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (СПРАВОЧНОЕ). ПАРАМЕТРЫ ДИСПЕРСНОЙ ФАЗЫ И ДИСПЕРСНОЙ СРЕДЫ

1. Вязкость воды (и разбавленного раствора уксусной кислоты)  $\eta = 0,01$  пуаз.

2. Плотность дисперсной среды (воды и разбавленного раствора уксусной кислоты)  $d = 1$  г/см<sup>3</sup>.

3. Плотность дисперсной фазы  $D$ , г/см<sup>3</sup>:

Латшинская глина	2,70
Еловская глина	2,75
Воронежская глина	2,72
Кембрийская глина	2,78
Глуховская глина	2,74
Гороховская глина	2,73
Каштинская глина	2,70
Печорская глина	2,76
Часовьярская глина	2,76
Шурф-8	2,72
Шурф-15	2,78
Шурф-18	2,77
Мрамор	2,71
Тальк	2,74
Мыловки с № 1 по № 6	2,76
Глинозем	3,90
Мел	2,71

## **ПРИЛОЖЕНИЕ 3 (СПРАВОЧНОЕ). СОПРЯЖЕНИЕ ВЕСОВ OHAUS С ПЕРСОНАЛЬНЫМ КОМПЬЮТЕРОМ И НАСТРОЙКА ПАРАМЕТРОВ**

Использование весов описано в [4]. Перед началом работы необходимо ознакомиться с устройством весов и порядком взвешивания.

### **Назначение**

Модуль OhausWaighth предназначен для взаимодействия с весами Ohaus и решения прикладных задач, например, седиментационного анализа либо простого одиночного взвешивания. Поскольку сигналы весов и использование интерфейса RS232, унифицированы, модуль может работать почти со всеми весами этой фирмы. Модуль содержится в библиотеке OhausW.dll.

### **Подготовка к работе**

Перед началом работы необходимо убедиться, что соединительный кабель подключен и имеет правильную распайку проводов.

Обычный RS 232 кабель не подойдет. Необходимо использовать фирменный кабель, либо переделать стандартный по следующей схеме рекомендованной производителем весов:

Balance pin to PC pin

PIN 2 (TXD) to PIN 2 (RXD)

PIN 3 (RXD) to PIN 3 (TXD)

\* PIN 5 (CTS) to PIN 4 (DTR)

\* PIN 6 (DTR) to PIN 8 (CTS)

PIN 7 (GND) to PIN 5 (GND)

\* Pins 5 & 6 may be shorted together at the balance and NOT connected to the computer.

### **Настройка параметров порта**

Для настройки параметров порта необходимо запустить программу Ohaus Test и выбрать «Setup» (Рис. 1).

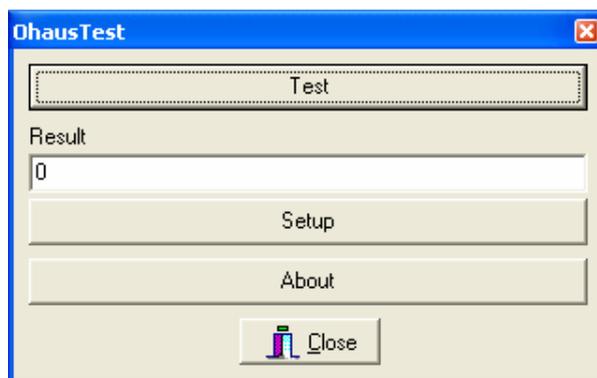


Рисунок 1 — Окно программы Ohaus Test

В открывшемся окне необходимо выбрать настройки порта. Настройки порта весов по умолчанию, либо в случае отсутствия настройки порта со стороны весов показаны на рисунке 2.

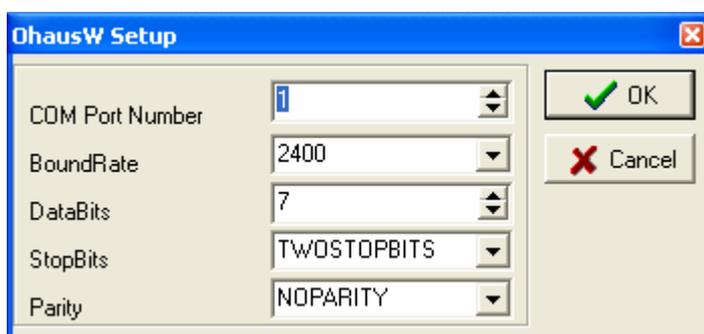


Рисунок 2 — Окно настройки порта

Для проверки правильности установки параметров необходимо в главном окне программы Ohaus Test выбрать «Test» и, в открывшемся окне произвести тарирование и взвешивание (рис. 3). Если результат окажется положительным— можно работать дальше. Для единичного взвешивания можно также использовать эту опцию.



Рисунок 3 — Окно взвешивания

## ПРИЛОЖЕНИЕ 4 (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ). ОПИСАНИЕ ПРОГРАММЫ DINAMICWEIGHT

### Назначение программы

Программа динамического взвешивания DinamicWeight работает с настройками выбранными при помощи Ohaus Test. Программа позволяет вести непрерывную регистрацию изменения веса с интервалом опроса 1—30 с, экспортировать данные в Microsoft Excel и получать результаты седиментационного анализа в виде интегральной и дифференциальной кривых распределения частиц по размерам.

### Интерфейс программы

Управление программой производится при помощи команд меню, которые дублируются быстрыми клавишами. Быстрые клавиши оснащены всплывающими подсказками, поясняющими их назначение.

Система меню построена следующим образом:

«File» — содержит операции с файлами данных:

— «Open» — открытие файла данных;

— «Save» — сохранение файла данных;

— «Exit» — выход из программы;

«DAQ» — меню аналого-цифрового преобразователя весов:

— «Tare» — тарирование весов (сброс на ноль текущего значения веса);

— «Start» — начать регистрацию информации с весов;

— «Stop» — закончить регистрацию информации с весов;

«Tools» — меню инструментов:

— «Choice Interval» — выбор интервала для обработки или экспорта в Microsoft Excel;

— «Spline Smooth» — сглаживание сплайном; применяется для фильтрации помех;

— «Test» — построение тестового графика;

— «Calculate» — обработка данных седиментационного анализа;

- «To Excel» — экспорт данных в Microsoft Excel;
- «Help» — «About» — о программе.

Строчка «Timer Interval» на панели инструментов позволяет задавать интервал опроса весов в секундах, при этом необходимо учитывать, что максимальное число точек измерения не должно превышать 10000. Это означает, что при частоте опроса в одну секунду опрос весов будет проводиться в течение 10000 секунд (если не выбрать команду «Stop»), при частоте опроса в 2 секунды — в течение 20000 секунд и т. д.

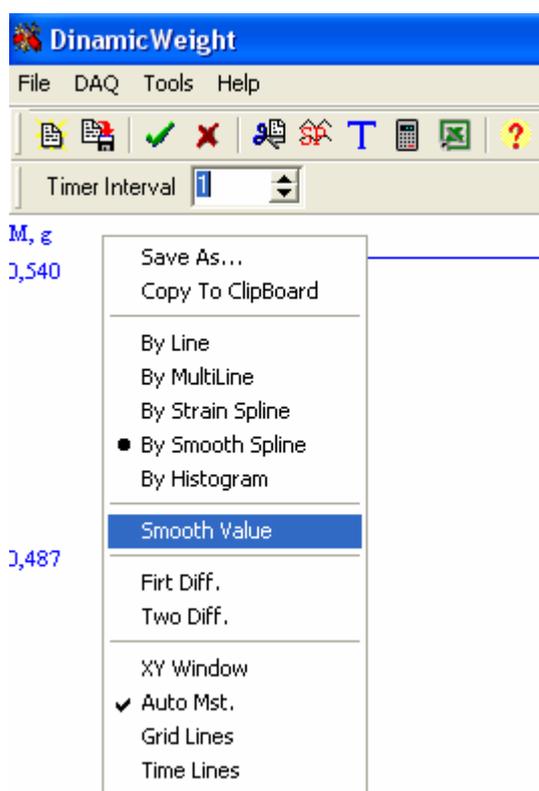


Рисунок 1 — Элементы управления программы DinamicWeight

К управляющим элементам программы также относится сплывающее меню графика (рис. 1). Оно вызывается нажатием правой кнопки манипулятора «мышь» на поле графика и позволяет выполнять несколько полезных сервисных команд

- «Save As...» — сохранение текущего изображения графика на жестком диске;
- «Copy To Clipboard» — копирование текущего изображения графика в буфер обмена;

- «By Line» — вывод графика преобразованного к прямой линии;
- «By MultiLine» — вывод графика ломаной линией;
- «By Strain Spline» — вывод графика аппроксимированного напряженным сплайном;
- «By Smooth Spline» — вывод графика аппроксимированного сглаживающим сплайном;
- «By Histogram» — вывод графика в виде гистограммы;
- «Smooth Value» — параметр сглаживания, чем он больше тем больше сглаживание (параметр обратно пропорциональный весам точек);
- «XY Window» — вызов окна, позволяющего просматривать значение координат при перемещении указателя манипулятора «мышь» по графику;
- «First Diff.» — просмотр первой производной графика;
- «Two Diff.» — просмотр второй производной графика;
- «Auto Mst.» — позволяет задать масштаб или включить/выключить режим автомасштабирования;
- «Grid Lines» — позволяет включить/выключить отображение линий сетки.

### **Проведение расчетов**

Проведение расчетов осуществляется при выборе команды «Calculate» меню «Tools», либо при нажатии соответствующей кнопки на панели инструментов.

*Перед началом расчета, для устранения случайных помех и нежелательных кратковременных колебаний весов, необходимо провести сглаживание экспериментальных данных.*

Делается это при помощи команды «Spline Smooth» (сглаживание сплайном) из меню «Tools». При этом на экране появляется окно позволяющее задать «Smooth value» (параметр сглаживания). Чем больше этот параметр, тем больше эффект сглаживания, за счет уменьшения статисти-

ческих весов точек. *Рекомендуемое значение для эксперимента длительностью ~ 5 мин. — 1000.*

Расчет дисперсного состава порошка по данным седиментационного анализа осуществляется в соответствии с [2].

Перед выполнением расчетов на экране появляется окно (рис. 2), в котором необходимо задать дополнительные параметры

— «Points» — число точек на исходной кривой седиментации в которых будут строиться касательные;

— «Liquid Viskosity» — вязкость жидкости (для воды 0,001);

— «Liquid Density» — плотность жидкости (для воды 1000 кг,м<sup>3</sup>);

— «Substance Density» — плотность вещества порошка;

— «Height of Glass» — высота стакана (столба жидкости).

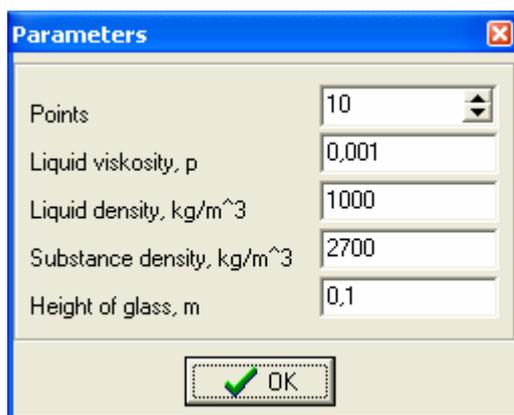


Рисунок 2 — Окно ввода дополнительных параметров расчета

При выполнении расчетов на экране появляется окно (рис. 3), представляющее собой несколько страниц следующего содержания

— «PreView» — просмотр графика построения касательных в выбранных точках;

— «Grid» — таблица расчетных значений;

— «Int.» — интегральная гистограмма распределения частиц по размерам;

— «Diff.» — дифференциальная гистограмма распределения частиц по размерам.

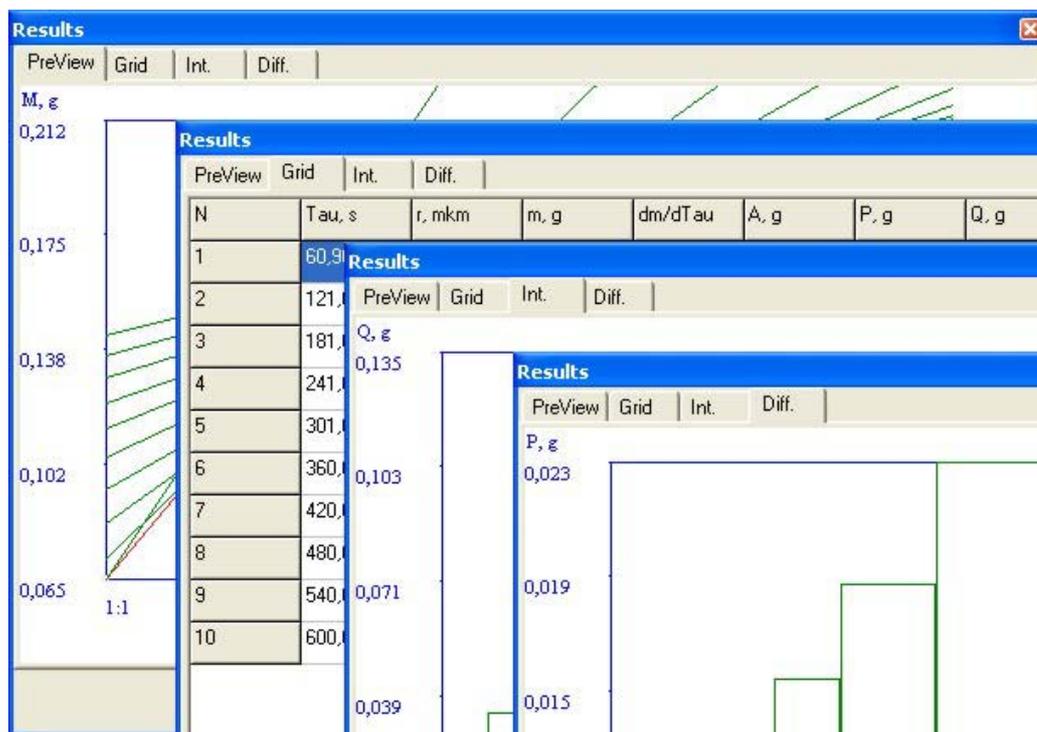


Рисунок 3 — Окно результатов расчета

На странице «Grid» результатов расчета заголовки столбцов таблицы имеют следующие значения

— «Tau, s» — время седиментации в текущей точке на исходной кривой, с;

— «r, mkm» — размер частиц фракции, мкм;

— «m, g» — масса осевших частиц за время Tau на исходной кривой, г;

— «dm/dTau» — производная в текущей точке (параметр используется для построения касательной);

— «A, g» — отрезок отсекаемы касательной на оси ординат, г;

— «P, g» — значения интегральной гистограммы (масса фракции), г;

— «Q, g» — значения дифференциальной гистограммы, г/мкм.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Руководство к лабораторным работам по коллоидной химии: часть III.— Л.: ЛТИ им. Ленсовета, 1972.— 77 с.
2. Воюцкий С. С. Курс коллоидной химии.— М.: Химия, 1975.— 512 с.
3. Руководство к практическим работам по коллоидной химии/ под ред. О. Н. Григорова.— М.—Л.: Химия, 1964.
4. Ohaus Scout Pro Balance: Users manual.— Ohaus, USA, 2003.— 87 p.

Кафедра коллоидной химии  
Кафедра высокоэнергетических процессов

Седиментационный анализ суспензий

Методические указания к лабораторной работе

Владимир Николаевич Наумов  
Дмитрий Владимирович Королев

---

Отпечатано с оригинал макета. Формат 60×90. <sup>1</sup>/<sub>16</sub>.

Печ. л. 1,82. Тираж 75 экз.

---

Государственное образовательное учреждение высшего  
профессионального образования  
Санкт-Петербургский государственный технологический институт  
(технический университет)

---

198003, Санкт-Петербург, Московский пр., 26