

# Hydro2000Mu 马尔文粒径分析仪

## 简明使用说明

本说明包含的部分：

- A 基本使用流程
- B 仪器的清洗
- C 样品处理单元的设置
- D 仪器检测参数设置
- E 检测报告的获取和分析

2008年1月6日

# A. 基本使用流程

## 准备步骤

0. 确认仪器上次使用正常并清洗完毕（清洗方法参看流程说明 B）。

1. 依次打开计算机电源和位于主机侧面和位于样品处理单元的电源开关。打开设备电源后。再进入软件操作系统（即打开桌面 Mastersizer 2000 检测软件），用户名对话框直接选择确定。

2. 首次使用时，点击文件→新建，在 E:\Exp Data（在您想保存文件的盘符下建立）下建立相应个人文件夹并建立新的测量文件（.mea 文件）。如非首次使用，在个人文件夹中新建或打开测量文件。

## 参数设置步骤

3. 在烧杯中装入约 1000mL 纯净水\*，打开样品处理单元的泵，调节适合的泵速（一般设置为 2000-3000RPM 对于大颗粒的测量将泵的转速提高，才能将被测物质良好的分散于液体介质中），并视情况而定选择是否需要打开超声（样品处理单元的详细设置方法参看流程说明 C）。

\*注意：应使用与室温相同的水进行清洗与实验，以免产生气泡误差（或测量前将超声打开排气泡，在停止超声后再进行测量也可）。

4. 点击测量→手动（或进入已经建好方案的 SOP，直接进入测量）。进入测量显示窗体，点击其中选项按钮，进行软件和检测器参数设置（一般情况下可采用默认设置，详细设置方法参看流程说明 D）。

5. 点击测量显示窗体中文档按钮，为本次测量设置相应的测量名称。

## 测定步骤

6. 观察检测器信号，当检测器信号满足从小到大递减，且最大信号低于 100（如图 A.1）时，可以开始测量。

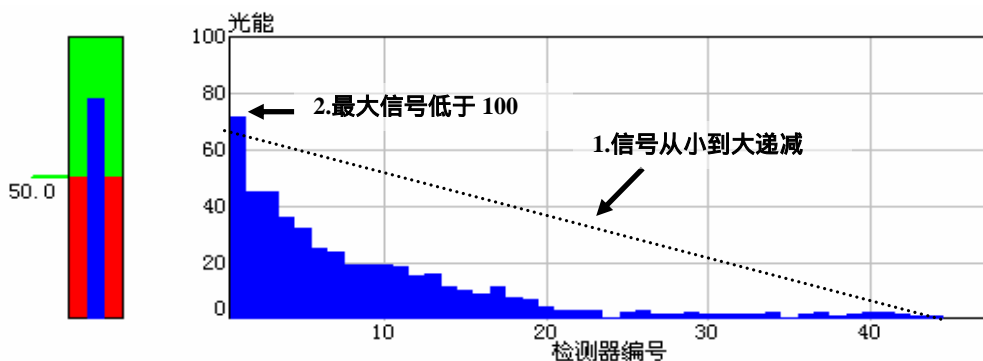


图 A.1 正常的检测器信号

7. 点击测量显示窗体中开始按钮，等待背景测量完毕。

8. 背景测量完毕后，测量显示窗体中增加了加入样品和测量样品选项卡，背景测量完毕后自动进入加入样品选项卡，这时向样品处理单元内的烧杯中缓缓加入待测量样品\*\*，直至窗体中激光遮光度显示稳定在设定范围内（默认 10-20%，到达后左侧条状图示中的遮光度条进入绿色部分）。\*最低的测量遮光度可设置为 3%\*

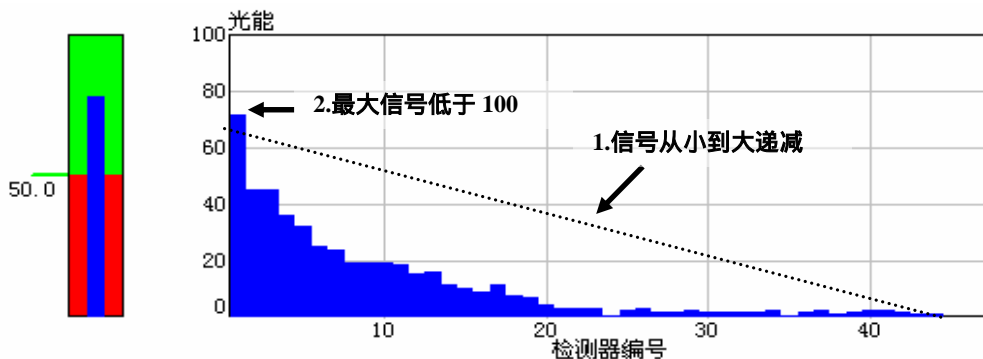
\*\*注意：检测范围为 0.02-2000 $\mu\text{m}$ ，请不要使用超过测量范围的样品，以免测量不准甚至损坏设备

9. 点击测量样品选项卡（或再次点击上方开始键，或计算机的空格键），进行样品粒径

分布的测量。(测量时注意：一定在样品被均匀的分散到液体介质中时，测量才准确)

10.检测完成后，在 Mastersizer 2000 主窗体中会出现检测结果(报告的获取和分析方法参看流程说明 E)。

11.如果继续测量下一个样品，请点击测量界面的背景测量选项卡，进入背景测量选项卡，清洗样品分散单元，看到背景被洗至合格即可进行下次测量。



12. 如果不需要再次测量，请将测量界面最小化，进入分析主界面分析结果即可。

## 完成步骤

11.按规程清洗设备，依次关闭 Mastersizer 2000 软件、样品处理单元电源和检测器电源，根据需要可关闭计算机电源，填写实验记录。

## B. 仪器系统的清洗

清洗对象主要为设备的**样品处理单元**，其结构如图 B.1 所示：

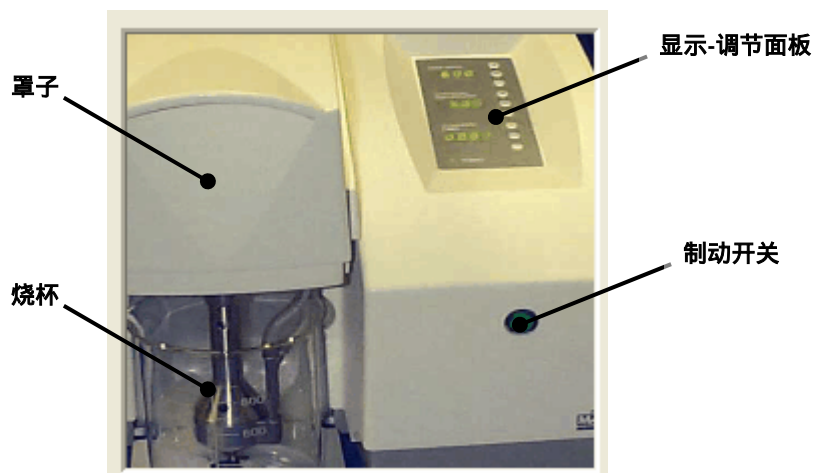


图 B.1 Hydro2000Mu 样品处理单元

### 仪器清洗方法

1. 仪器使用或清洗循环完毕后，关闭样品处理单元的泵 off 键（和超声 off 键），将样品处理单元的**罩子**稍稍抬起至规定位置，见左测标线，观察发现样品处理单元连通管道内液体排尽后，再将**罩子**完全抬起。
2. 将**烧杯**内的液体和样品倒掉，彻底清洗**烧杯**。
3. 将**烧杯**内盛满水，将**罩子**浸没其中，打开泵 30-60 秒，泵速可适当提高。清洗进样-检测系统。
4. 重复 1-3 循环，使用自来水清洗 2 次，纯净水清洗 1 次。（注意观察背景，清洗次数和背景能否合格有关）
5. 清洗完毕，将罩子浸入纯净水。

### 清洗效果判定

清洗过程中保持测量显示窗体打开，观察仪器吸光度情况，清洗完成后，应当满足检测器信号满足从小到大递减，且最大信号低于 100（如图 A.1）。否则应继续清洗。

### 注意事项

可以自行清洗样品室，注意要清洗干净，以免污染样品室造成设备测量误差。

如需更换样品处理单元与检测器的连接管，注意输入输出口的对应，并注意更换的管道长度应与原长度相同，以免产生仪器误差。

## C. 样品处理单元的设置

样品处理单元的显示调节面板结构如图所示：

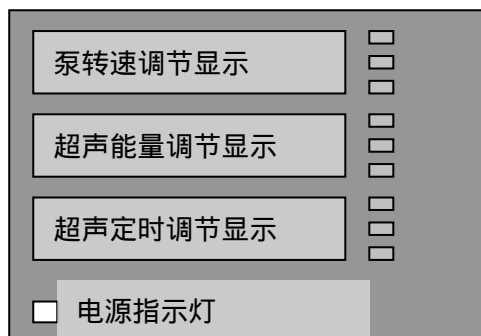


图 C.2 Hydro2000Mu 样品处理单元显示调节面板

### 调节参数

#### 泵转速调节：

调节范围 0-4000rpm，一般工作范围为 2000-3000rpm，调节步长为 50rpm。当样品颗粒较大、检测器遮光度不稳定时，可适当增大泵转速。

#### 超声能量调节：

调节范围为 0-20，一般工作范围为 10-15，调节步长为 0.5。一般情况下不需要打开超声，当样品颗粒较小或易于团聚时，可使用超声。一般连续使用超声不得超过 5min，否则易损坏超声探头。

#### 超声定时调节：

可调节超声工作时间的定时长度。

### 制动开关

按下**制动开关**后，开关绿色灯熄灭，此时样品处理单元的泵和超声（包括计时）被停止，样品分散系统水排空。重新按下开关，泵和超声重新被打开，计时继续。

**制动开关**用于临时清洗、调试等，也可用于紧急情况下的停机。

# D . 仪器检测参数设置

## D1 手动检测的设置方法：

在 Mastersizer 2000 主窗体点击测量-手动，进入测量显示界面（如图 D.1）：

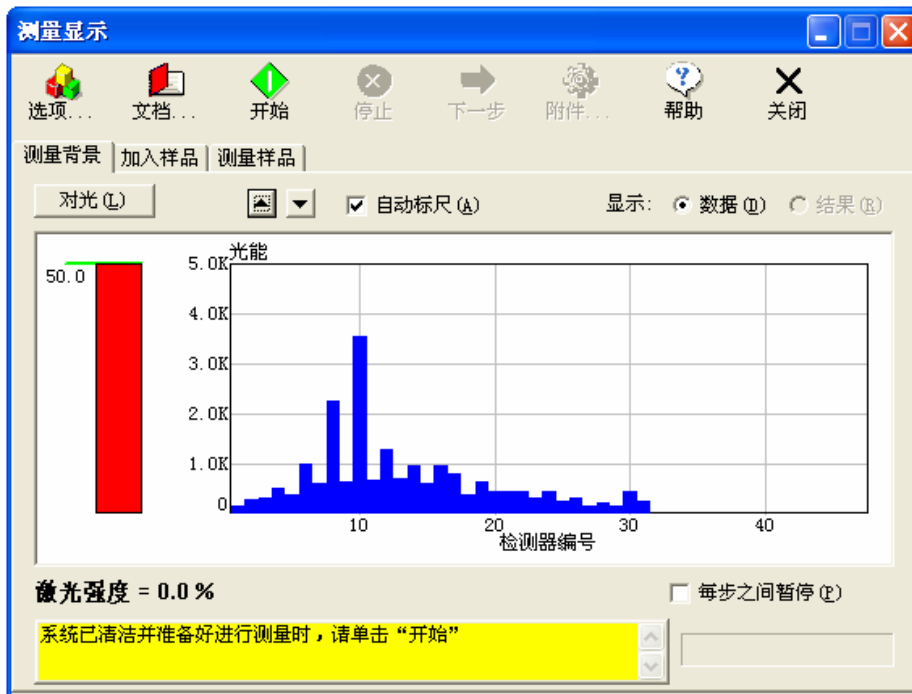


图 D.1 手动测量界面

点击选项按钮，进入测量选项界面（如图 D.2）：

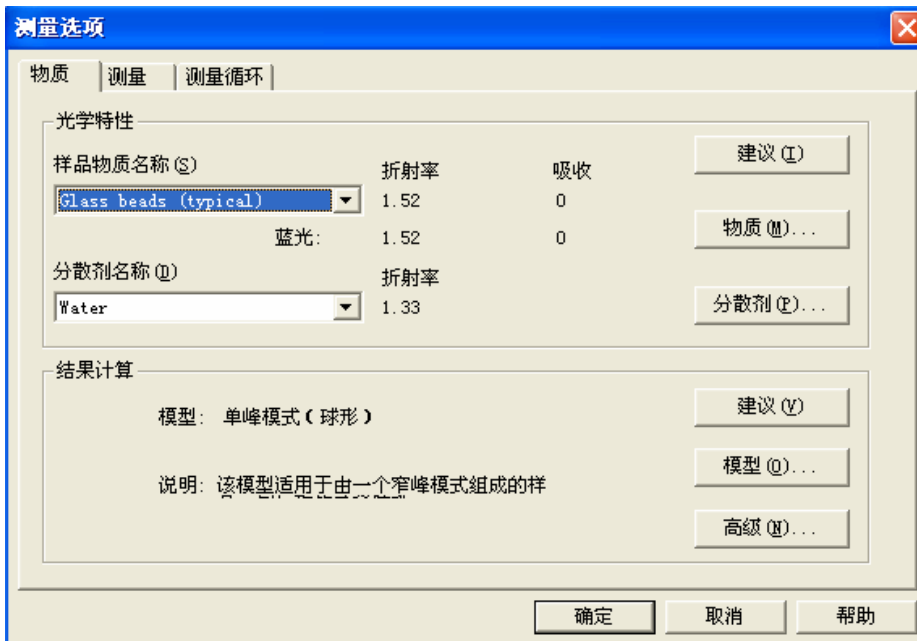


图 D.2 测量选项 1：物质

## 测量选项 1：物质选项卡中的选项说明：

### 光学特性

#### 样品物质名称：

选择所需测量的样品名称，不同的名称对应不同的样品光学特性（红光和蓝光的折射、吸收率），点击右侧的**物质**按钮，可以增加或删除下拉菜单中的物质名称和类型，并可自行添加物质。在不确定物质类型的情况下，可使用 Default 物质。

#### 分散剂名称：

选择分散剂及其相应参数，一般为水（**有机分散剂如果用在非有机分散系统中，会损坏管道密封系统，慎用**），点击**分散剂**可以增加或深处理菜单中的分散剂类型，并可自行添加。

点击**建议**按钮，可查看到相关帮助信息。

### 结果计算

#### 模型：

点击模型按钮，弹出模型选项卡（如图 D.3）：

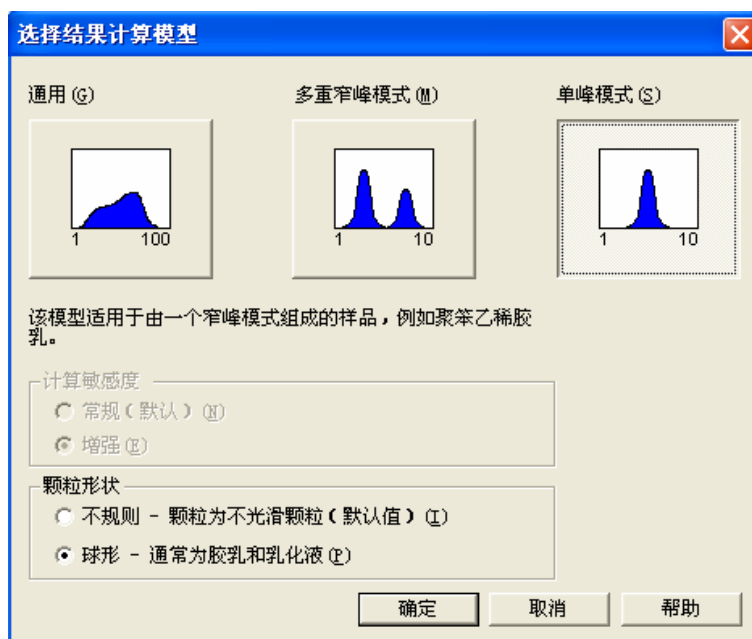


图 D.3 选择计算结果模型

#### 相关选项和说明：

**通用**：适用于大多数情况下的样品检测。

**多重窄峰模式**：适用于样品中有需要区分的几个峰分布区间的测量。

**单峰模式**：适用于对测量精度要求较高的测量模式。

#### 计算敏感度：

有常规和增强两个模式，当选择**多重窄峰**和**单峰**模式时，将强制为增强

#### 颗粒形状：

当颗粒圆度较高时可选择球形，一般情况下应选择不规则。

#### 高级：

可选择粒度范围和结果转换方式（表面积、长度或数量）。一般情况下，除非待测

颗粒为正圆形，否则结果转换的结果精确度和可信度较低，不建议使用。

## 测量选项 2：测量选项卡中的选项说明：

点击**测量**选项卡，得到测量设置界面：



图 D.4 测量选项对话框

## 选项说明

**测量次数：**

**样品和背景测量时间：**仪器检测样品和背景值是需要的时间，一般建议在 10-20 秒。

**样品和背景测量快照：**仪器检测样品和背景值时的测试频率，一般建议在 12000 左右。

当颗粒较大时，需要适当降低快照频率，反之则需增大。

**高级选项：**

**测量：**点击**测量**选项卡，得到相应的设置界面：

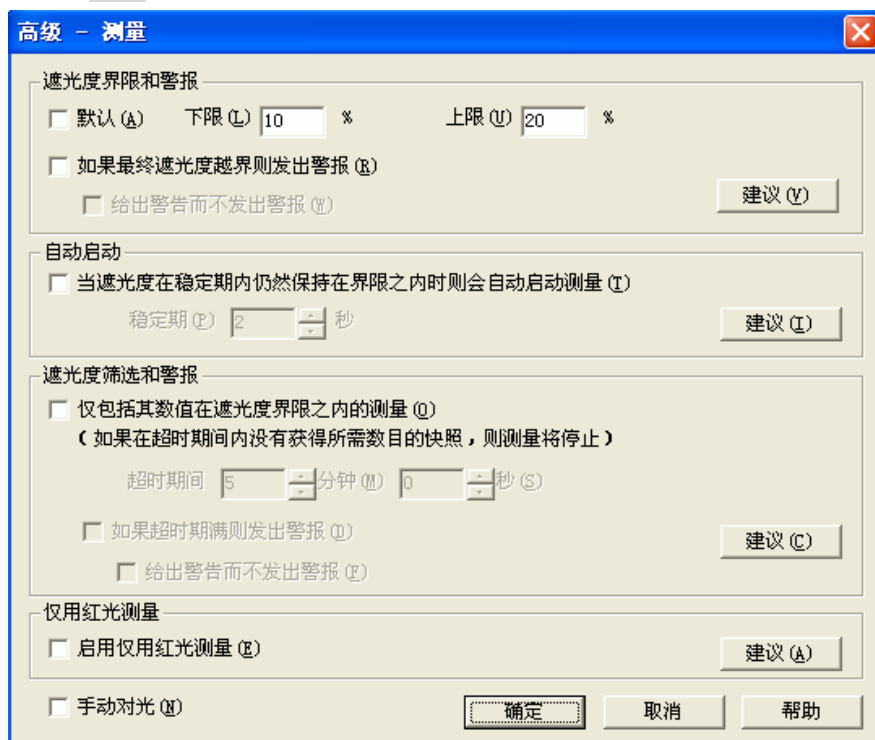


图 D.5 测量高级对话框

**相关选项：****遮光度界限和警报：**

选择适合的遮光度检测界限，一般情况下可选择 10-20%，当颗粒较大时，应适当增大遮光度，反之可减小（大约 0.5 $\mu\text{m}$  时，遮光度范围可在 10%左右，大约 50 $\mu\text{m}$  时，可选择遮光度 15%左右）。同时可选择在遮光度越界情况下是否警报。

**自动启动：**

选择是否在遮光度到达要求后自动进行测量。

**遮光度筛选警报：**

选择在遮光度越界时是否进行测量或发出警报。

**仅用红光测量：**

在长期进行颗粒较大（ 10 $\mu\text{m}$  ）的样品检测时，可选择此项以延长蓝光激光器的使用寿命。

**● 手动对光：**

当检测曲线异常（空白曲线不满足图 A.1 结构）且自动对光无法调节至正常状态时可选择进行手动对光。选择手动对光后，检测界面上会出现相关选项，选择传感器设置和调节步长后可以手动对光。

手动对光难度较大，一般不推荐使用。

**警报：**

用于设置洁净度、对光和粒径的警报，一般推荐使用默认设置。

## 测量选项 3：测量循环选项卡中的选项说明：

点击**测量循环**选项卡，得到测量设置界面：

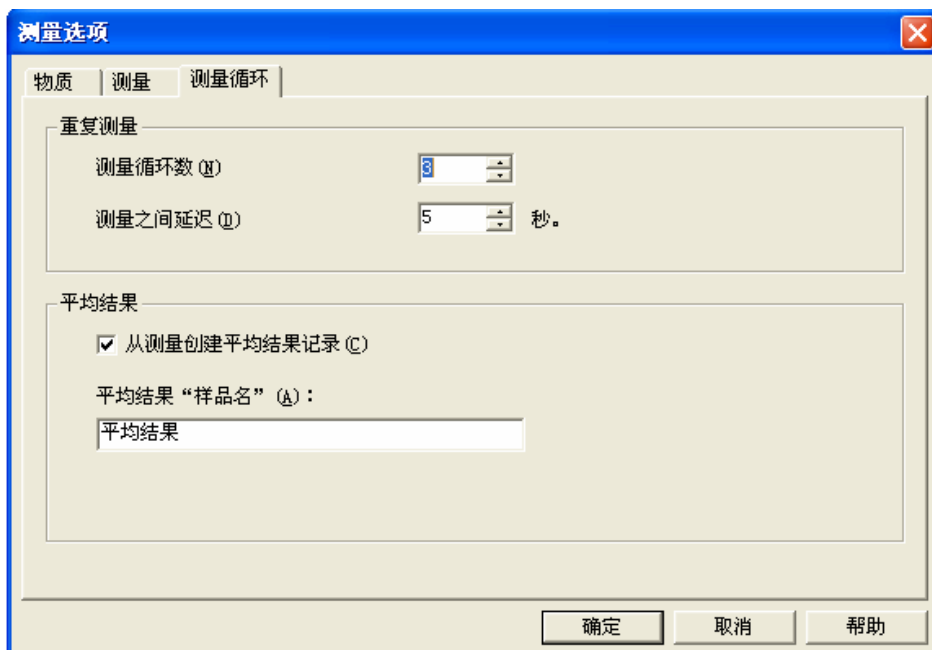


图 D.6 测量选项对话框 3：测量循环对话框

### 选项说明

#### 重复测量选项：

测量循环次数建议为 3 次，测量延迟建议为 5-10 秒。

#### 平均结果选项：

建议选择为创建平均纪录，此时将会把测量得到的几组数据取平均值后保存为一个虚拟的检测结果，并按设定的“样品名”进行保存。

## D2 自动检测的设置方法：

1.在 Mastersizer 2000 主界面点击**配置**→**新建 SOP**，进入新的 SOP 创建向导窗体（如图 D.7）。



图 D.7 新的 SOP 创建向导界面

2.在窗体中点击**下一步**，在**进样器选择**窗体中的下拉菜单选择相关的样品处理单元，本设备应选择 Hydro 2000Mu(A)进样器。

3.点击**下一步**，进入**物质**窗体，其选项与设置方法参看图 D.2 与**测量选项 1：物质选项卡**中的选项说明。

4.点击**下一步**，进入**标记**窗体（如图 D.8）：

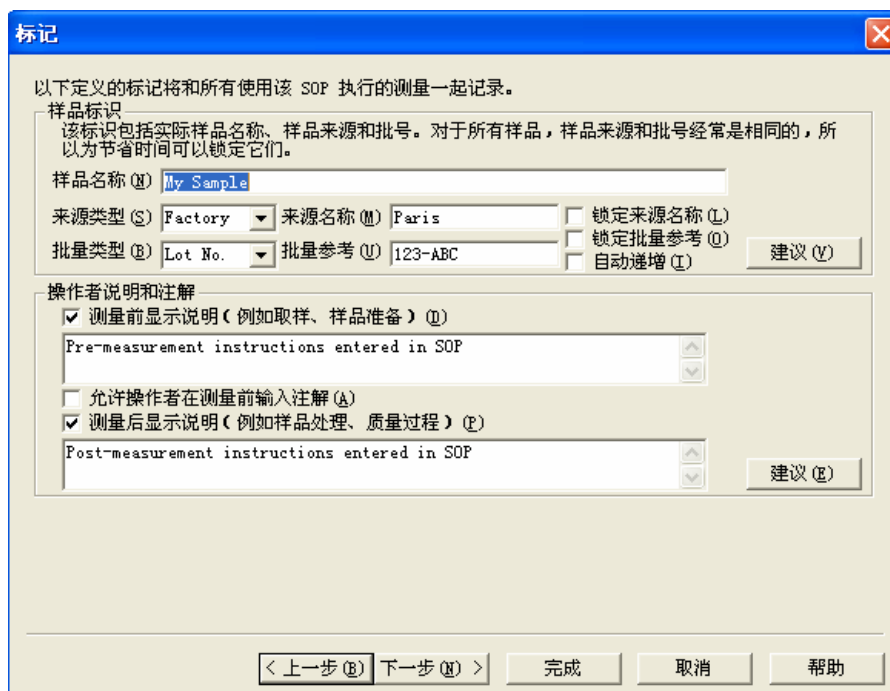


图 D.8 新建 SOP 向导标记窗体

窗体中，可设置样品相关名称和附注，方便在处理数据时弄清样品的性质。

5. 点击**下一步**，进入**报告/保存**窗体，可在其中设置报告的打印和输出方式。

6. 点击**下一步**，进入**测量**窗体，其选项与设置方法参看图 D.4 与**测量选项 2：测量选项卡**中的选项说明。

7. 点击**下一步**，进入**进样器设置**窗体，如图 D.9，其选项与设置方法参看 C. **样品处理单元**的设置。

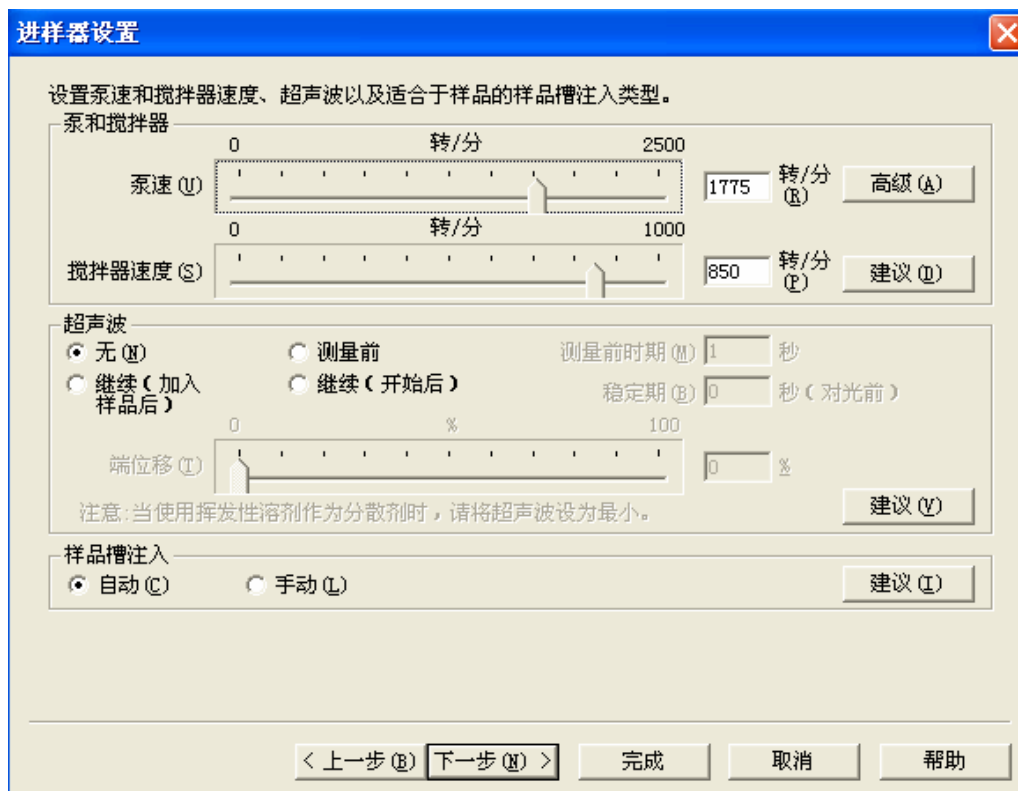


图 D.9 进样器设置窗体

8. 点击**下一步**，进入**测量循环**窗体，其选项与设置方法参看图 D.6 和**测量选项 3：测量选循环项卡**中的选项说明。同时可进行冲洗模式的选择，建议选择默认。

9. 点击**下一步**，进入**数量**窗体，选择样品数量和预分散设置，建议选择默认。

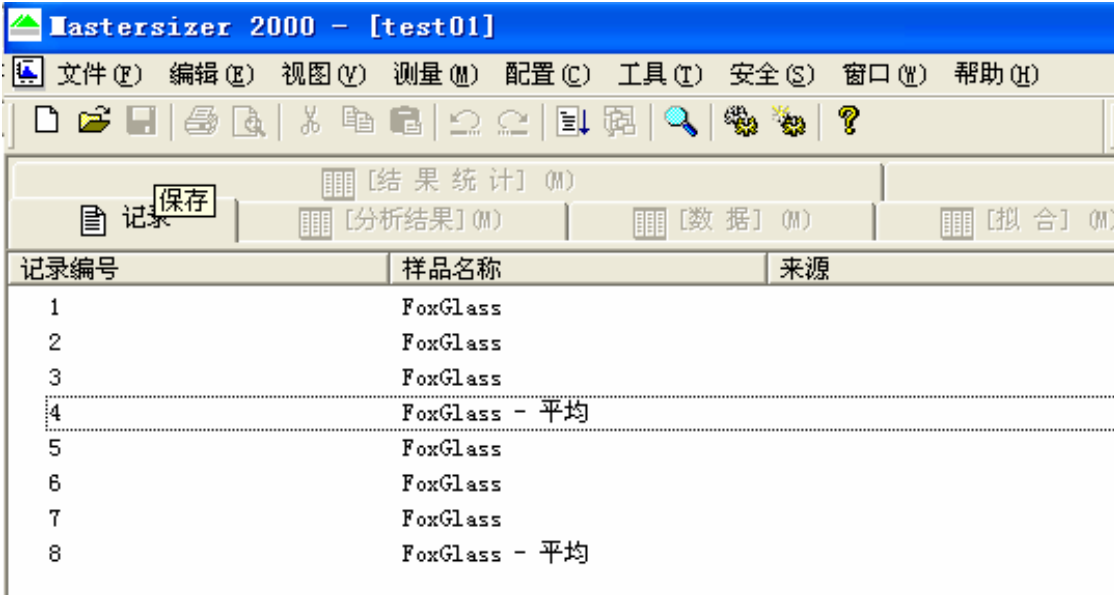
其中，步骤 8 和 9 对于本设备的进样器没有意义，建议采用默认设置。

10. 点击**下一步**，完成 SOP 的设置，并点击**完成**保存 SOP，在 1-9 中的任意步骤均可点击**完成**保存 SOP，未完成的部分均按照默认设置保存。

## E. 检测报告的获取和分析

### 报告的获取

检测完成后，在 Mastersizer 2000 软件主界面上将出现各次检测后的检测结果（如图 E.1）



The screenshot shows the Mastersizer 2000 software interface. The title bar reads 'Mastersizer 2000 - [test01]'. The menu bar includes '文件(F)', '编辑(E)', '视图(V)', '测量(M)', '配置(C)', '工具(T)', '安全(S)', '窗口(W)', and '帮助(H)'. Below the menu bar is a toolbar with various icons. The main window displays a table with the following data:

记录编号	样品名称	来源
1	FoxGlass	
2	FoxGlass	
3	FoxGlass	
4	FoxGlass - 平均	
5	FoxGlass	
6	FoxGlass	
7	FoxGlass	
8	FoxGlass - 平均	

图 E.1 检测结果列表

图 E.1 中，1-3 和 5-7 为实验测定的结果，4、8 分别为系统对 1-3、5-7 进行平均后得到的虚拟实验结果。

实验结果可以分别单独分析，也可以选定多个实验结果同时分析。

## 报告的分析

选定某一次或多次的检测结果，点击**分析结果**选项卡，可获得检测结果（如图 E.2）：

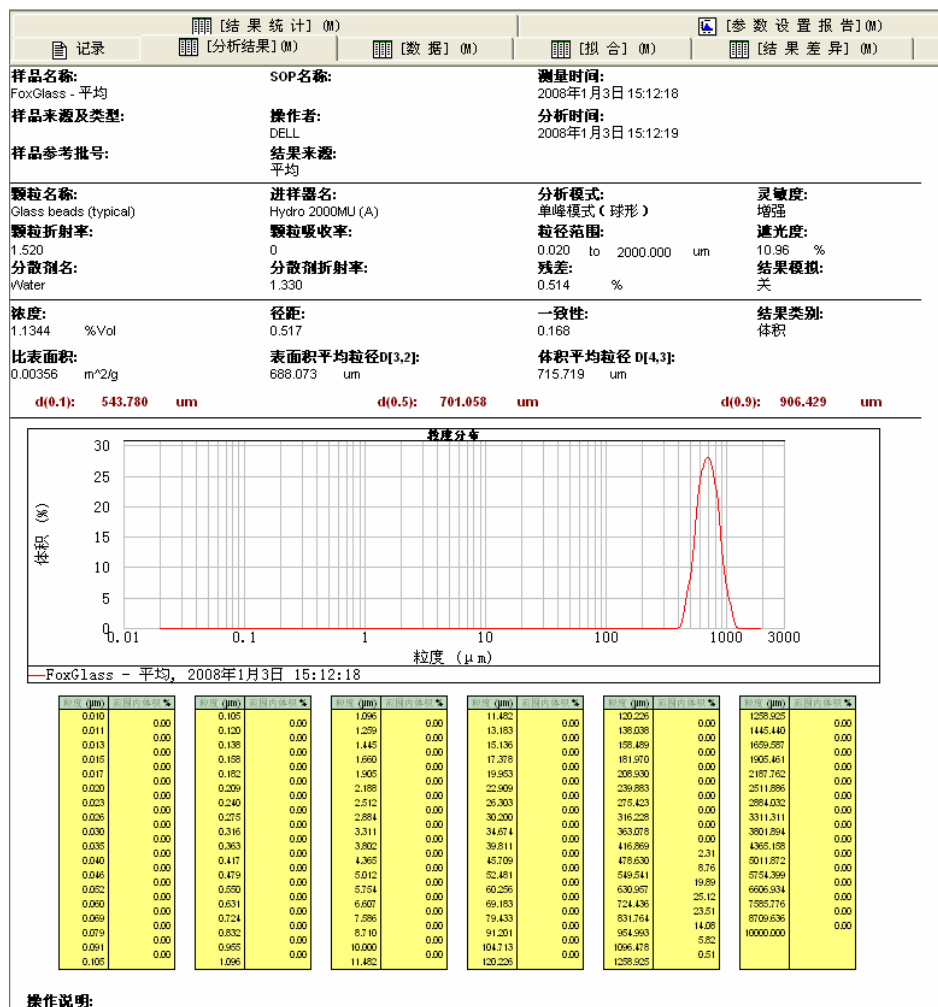


图 E.2 检测结果分析报告

其中，第一栏为测定相关的参数，第二栏为粒径分布曲线，第三栏为粒径-分布的具体数据。相关参数一栏又可分为三个部分，第一部分为实验环境的相关参数，第二部分为实验设定的主要条件，第三部分为实验结果的相关参数。

在报告结果图上点击鼠标右键会出现**结果图属性**窗体，可设置结果图的显示参数。用鼠标左键在结果图上选取一片区域，可将此区域放大观察，在放大图上双击，可恢复全图浏览模式。

在报告中，需要重点指出的几个和参数如下：

- 残差**：标示着结果经模型转换的可逆性，当残差 3%时，得到的数据才是可信的。
- 表面积平均粒径 D(3,2)和体积平均粒径 D(4,3)**：

$$D(3,2) = \frac{\sum d_i^3}{\sum d_i^2}, D(4,3) = \frac{\sum d_i^4}{\sum d_i^3}$$

**3.D(0.1), D(0.5)和 D(0.9)**：分别为体积分数积分达到 10%，50%和 90%所获得的颗粒直径。其中 D(0.5)可被认为是体积平均粒径。