



布莱恩空气透过法装置的改进

黄永书

(中国科学院上海冶金研究所)

〔摘要〕 本文叙述了布莱恩(Blaine)空气透过法装置的一点改进:改进定位器以保持试样体积的恒定性;提高测量压力以缩短测量时间。

用布莱恩空气透过法测量粉末比表面是粉末冶金及水泥工业等部门的常用方法。它的装置简单,操作方便,利于自己制造,而且造价便宜,性能重复性良好〔1〕。

当测试样品的孔度较小时,由于粉末的弹性后效作用,试样的体积将稍为增大,从而影响测试结果。另外,测量的粉末较细时,测试的时间较长,实验不便。因此对它的装置作了一些改进,以保持试样体积的恒定性及缩短测量时间。

一、定位器的改进

从柯金尼—卡曼(Kozeny—Carman)方程式

$$S_w = \frac{1}{\rho} \cdot \left(\frac{2 A \cdot g \cdot \rho_s}{k \cdot a \cdot L \cdot \eta \cdot \ln h_1 / h_2} \right)^{1/2} \cdot \frac{\varepsilon^{3/2}}{1 - \varepsilon} \cdot t^{1/2} \quad (1)$$

中知道,测量粉末的比表面时,除样试的孔度 ε 及测量(或渗透)时间 t 为变数外,其余都是常数(详见文献1);孔度随粉末量及体积而变,如粉末量固定,则试样体积确定其孔度的大小。布莱恩空气透过法的试样体积是一定的,它靠定位器保持其体积(图1)。测试时将所需的粉末放入试样筒中,用手压紧至固定位置,松手即可进行测试。当试样的孔度较小时,则加入的粉末较多,粉末承受的压力较大,去压后发生弹性后效作用,

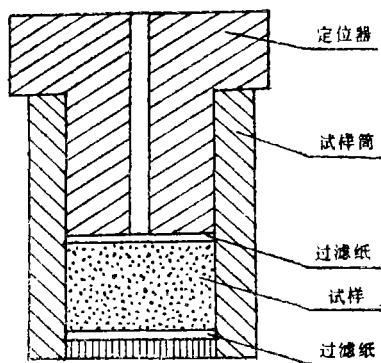


图1 布莱恩空气透过法装置原定位置示意图

定位器自行升起,并与试样筒之间有明显的缝隙(有时可达0.5—1.0mm),这样试样的体积变大,密度变小,孔度变大;同时弹性后效作用大,体积增量也大。从(1)式可知,粉末的比表面与 $\varepsilon^{3/2}/1 - \varepsilon$ 值成正比;孔度 ε 大,则 $\varepsilon^{3/2}/1 - \varepsilon$ 亦大,比表面亦变大。因此,弹性后放作用是有影响的。

布莱恩空气透过法的试样为 $\sim \phi 13.0 \times 15.0\text{mm}$,由于粉末的弹性后效作用,试样的高度增大0.5及1.0mm,其体积将分别增大3.37及6.67%。

当比表面趋近恒值时,即使在一定范围内再降低孔度,比表面亦无明显变化〔1〕;一般说,达此孔度时才会产生弹性后效作用。计算羰基铁粉及羰基镍粉(二者的比表面分别

表1 试样高度变化对 $\frac{\varepsilon^{3/2}}{1-\varepsilon}$ 及 $L^{1/2} \cdot \frac{\varepsilon^{3/2}}{1-\varepsilon}$ 值(或比表面)的影响

试样高度		炭基铁粉					炭基镍粉				
的增量*	粉量	孔度	孔度	$\frac{\varepsilon^{3/2}}{1-\varepsilon}$ 值的	$\frac{1}{L^{1/2}} \cdot \frac{\varepsilon^{3/2}}{1-\varepsilon}$ 值的		粉量	孔度	孔度增量	$\frac{\varepsilon^{3/2}}{1-\varepsilon}$ 值的	$\frac{1}{L^{1/2}} \cdot \frac{\varepsilon^{3/2}}{1-\varepsilon}$ 值的
mm	g	%	增量 %	增量, %	值的增量, %		g	%	%	增量, %	值的增量, %
0		66.0	—	—	—			85.9	—	—	—
0.5	5.32	67.1	1.1	5.94	4.22	2.50	86.3	0.4	3.64	1.95	
1.0		68.1	2.1	11.71	8.16		86.8	0.9	8.50	5.06	
0		61.7	—	—	—			83.1	—	—	—
0.5	6.00	62.9	1.2	6.26	4.53	3.00	83.6	0.5	3.98	2.29	
1.0		64.1	2.4	12.97	9.38		84.1	1.0	8.20	4.78	
0		55.3	—	—	—			77.4	—	—	—
0.5	7.00	56.7	1.4	7.18	5.44	4.00	78.1	0.7	4.60	2.90	
1.0		58.1	2.8	14.87	11.24		78.8	1.4	9.51	6.03	

* 试样为 $\phi 13.0 \times 15.0$ mm

为3320及26400cm²/g, 达比表面恒值的孔度分别为66.0及86.0%〔2〕。从随弹性后效作用所引起的变化(表1)可以看出, 弹性后效大者(即试样高度增量较大者)其孔度 ε 及 $\varepsilon^{3/2}/1-\varepsilon$ 值亦大, 自然测得的比表面亦大; 在相同的弹性后效作用下, 孔度小的 $\varepsilon^{3/2}/1-\varepsilon$ 值的增量比孔度大者稍大。在所计算的孔度中, 试样高度增量为0.5mm时, 铁粉试样的孔度增大为1.1—1.4%, $\varepsilon^{3/2}/1-\varepsilon$ 值增大5.94—7.18%, 而镍粉则分别增大0.4—0.7%及3.64—4.60%; 当试样高度增量为1mm时, 铁粉试样的孔度增大2.1—2.8%, $\varepsilon^{3/2}/1-\varepsilon$ 值增大11.71—14.87%, 而镍粉则分别增大0.9—1.4%及8.50—9.51%; 因此, 粉末的弹性后效作用的影响不能忽视。

粉末的比表面与试样高度的平方根成反比, 见(1)式; 试样的厚度增大, 会降低比表面值, 另外又会随孔度增大而增大比表面值; 因此, 它对比表面的影响是试样高度的平方根的倒数(即 $1/L^{1/2}$)与 $\varepsilon^{3/2}/1-\varepsilon$ 值的乘积(见(1)式); 此乘积(见表1)除稍小于 $\varepsilon^{3/2}/1-\varepsilon$ 值外, 对比表面的影响亦与其相

似。这里没有考虑随试样体积变化对测量时间产生的影响。

为保证测量结果的“真实”性, 必需“抑制”粉末的弹性后效作用, 以保持试样体积的恒定性; 因此将原来的定位器(图1)改为底部有30—40个小孔($\phi 1$ mm)的坩埚形定位器, 并增加一个固定螺帽(图2); 当粉末放入试样筒后, 放上定位器, 再旋紧固定螺

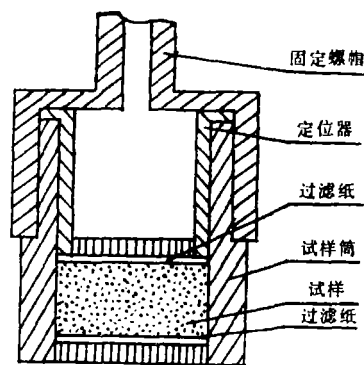


图2 布莱恩空气透过法的定位器改进示意图

帽, 这样在整个测量过程中定位器就不会再移动, 从而达到“抑制”粉末的弹性后效作用, 保持试样的恒定高度, 消除粉末的弹性后效的影响, 简便地达到了预期的目的。同

时实验说明改进的定位器对测量时间并无影响〔2〕, 另外, 加上固定螺帽还有助于压紧试样。

二、提高测量压力以缩短测量时间

在测量较细的粉末时, 达到趋近于比表面恒值(一般视此值为粉末的“真实”的比表面)所需测量时间往往较长; 如1号及2号羰基镍粉都比较细, 其视密度分别为0.38及0.13g/cm³, BET法比表面分别为7.41及25.4cm²/g; 当试样的孔度分别为84.1及94.6%时, 测量时间分别为~870及490s, 而2号镍粉尚未达到趋近比表面的恒值〔2〕。

从(1)式可知, 若粉末试样的孔度不变, 则 $t/\ln h_1/h_2$ 值亦应为一常数(t 为测量时间, h_1 及 h_2 为计时的始点及终点的压力——见图

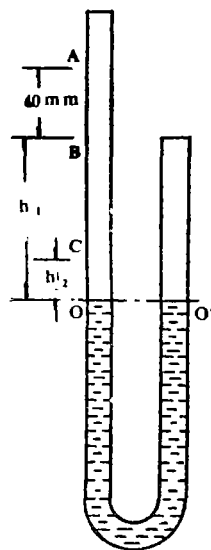


图3 布莱恩空气透过法的压力计示意图

表2

测试压力的影响

镍粉 编号	孔度 %	压力 cm 水柱		$\ln \frac{h_1}{h_2}$		渗透时间 t		比表面 cm^2/g		标准误差 $\sigma = \sqrt{\frac{\sum (s - \bar{s})^2}{n-1}}$	相对标准误差 $\frac{\sigma}{\bar{s}} \times 100\%$	
		h_1	h_2	值	减少量 %	s	减少量 %	$\ln \frac{h_1}{h_2}$	平均值			
									\bar{s}			\bar{S}
1	87.5	7.0	1.5	1.541		461.1		299.2	25853	25650	136.12	0.53
		8.5	3.0	1.042	32.4	305.2	33.8	292.9	25594			
		10.0	4.5	0.799	48.1	234.1	49.2	293.0	25588			
		11.5	6.0	0.651	57.7	190.4	58.7	292.5	25564			
	85.4	7.0	1.5			718.9		466.5	26625	26460	118.93	0.45
		8.5	3.0			475.9	33.8	456.7	26346			
		10.0	4.5			368.0	48.8	460.6	26458			
		11.5	6.0			298.8	53.4	459.0	26413			
	84.1	7.0	1.5			869.1		564.0	26269	26414	104.79	0.49
		8.5	3.0			594.1	31.6	570.2	26415			
		10.0	4.5			458.9	47.2	574.3	26513			
		11.5	6.0			372.4	57.2	572.0	26460			
2	95.2	7.0	1.5			381.5		206.7	63685	64160	322.0	0.50
		8.5	3.0			219.2	31.2	210.4	64251			
		10.0	4.5			168.8	47.0	211.3	64301			
		11.5	6.0			137.2	56.9	210.8	64314			
	94.6	7.0	1.5			485.7		315.2	69245	69639	279.5	0.40
		8.5	3.0			332.3	31.6	318.9	69657			
		10.0	4.5			256.5	47.2	321.0	69893			
		11.5	6.0			208.2	57.1	319.8	69759			

3〔2〕, 即 t 与 $\ln h_1/h_2$ 成正比关系; 因此要缩短测量时间, 就要使 $\ln h_1/h_2$ 值变小。众所周知, 在一定的条件下, 当压力大时, 流体流动得快, 即流经一定流程的时间短。所以只要增大测量时的压力, 即相应地分别提高压力计液面高度 h_1 及 h_2 之值(两者之差仍为仪器的规定值5.5cm), $\ln h_1/h_2$ 值则随之变小, 测量时间亦相应变短, 从而达到缩短测量时间的目的。因此在测试比表面时, 将压力计的液面高度 h_1 由7.0cm分别提高至8.5、10.0及11.5cm; h_2 的高度由1.5cm分别相应提高至3.0、4.5及6.0cm, 然后进行测试; 结果(表2)说明, 分别增大压力后, 测得的比表面与按原定压力所测得者完全相符, 相对标准误差小于1.0%。在所测量的各孔度及压力内, 其 $\frac{t}{\ln h_1/h_2}$ 比值基本近于恒值, 这符合于柯金尼—卡曼方程中的常数值。当压力计的液面提高后, 相应的 $\ln h_1/h_2$ 值分别减小32.4、48.1及57.7%, 说明压力增大得多,

测量时间亦随之缩短得多。在所提高的压力范围内, 测量时间缩短31.2—38.8%到56.9—58.7%。因此采用此简便方法, 不用增加任何工具, 即可缩短测量时间。

从提高测量压力所测得的结果亦可看出, 1号镍粉已趋近于比表面恒值, 而2号镍粉则尚未达到恒值; 这与以前的结果〔2〕是相符合的。

三、结论

1. 布莱恩空气透过法的试样体积是一定的。有时由于粉末的弹性后效作用, 会引起体积的增大、孔度的变大, 从而增大比表面值。因此改进其定位器及增加固定螺帽以保持恒定试样体积是必要的, 它能保证测量结果的真实性。

2. 提高测量压力, 可缩短测量时间; 压力提高大, 则测量时间缩短得多; 其结果均与按该装置规定压力测得者完全符合, 方法简易, 方便可靠。

参 考 文 献

- 〔1〕黄永书、沈邦儒, 粉末冶金技术, 2(3), 41, 1984
- 〔2〕黄永书, 粉末冶金技术, 3(3), 40, 1985

SOME IMPROVEMENT OF APPARATUS FOR BLAINE AIR PERMEABILITY METHOD

Huang Yongshu

(Shanghai Institute of Metallurgy, Academia Sinica)

ABSTRACT In this paper, two improvements of apparatus for Blaine air permeability method have been described: 1. Improving the position fixer to keep the constant volume of the sample; 2. Increasing the pressure of the manometer to decrease the measure time.

·简讯·

△中国金属学会粉末冶金学会科普和信息学组于1987年4月10—11日在北京召开成立会议。会议推选王盘鑫任组长, 任崇信、曹勇家任副组长。

(永佳供稿)

△辽宁省机械工程学会粉末冶金学会于1987.4.18—19, 在沈阳召开工艺装备学组成立会。会上讨论了学组的工作内容和活动计划并对如何提高粉末冶金工艺装备水平充分交换了意见。

(赵增任供稿)