

René95超合金粉末粒度分布函数关系的探讨

俞克兰 龚章汉

(北京航空材料研究所)

〔摘要〕 本文主要讨论氩气雾化René95超合金粉末的粒度分布函数。通过对几种类型的René粉末的试验和回归分析,确定了其粒度分布函数为负指数模型。

本文试图用比较线性回归方程斜率的统计量,来检验两条粒度分布曲线之间的差异。在特定条件下,即当两条曲线的分布函数相同、且取值范围一致时,计算证明是可行的。

找出粒度分布函数,进行方差分析,确定其置信区间,检验两条分布曲线之间的差异,便于控制粉末质量,制订粒度分布标准。

一、前言

金属粉末的粒度分布可表达成微分分布曲线,也可表达成累积分布或筛余分布曲线。这些表达曲线一般均用实测数据汇集而成,没有统计成函数关系,不能计算置信区间,统计检验曲线之间的差异,因而不便于制订粒度分布的标准。

本文目的是探讨寻找氩气雾化René95合金球形粉末粒度分布函数关系的可能性,选择适当的数学模型进行回归处理,并利用方差分析对两条分布曲线进行统计检验,以鉴别是否有显著性差异。

二、粒度分布函数的选择

各种René95合金粉末粒度分布代表性曲线如图1所示。

-80+325目的国产区间粉末(M)的粒度分布为单峰值曲线,近似正态分布; -20目的国产全粉(P)、国产悬浮分离器中的全粉(R)和-150目的美国全粉(us),其粒度分布均为多峰值曲线。多峰值曲线是很难用某种函数关系来表示的,而如用累积分布或筛余分

布曲线,则有可能寻找其函数关系。

根据这种粉末粒度累积分布(或筛余分布)的散点图,回归分析时可以选用双曲线函数、幂函数、对数函数、负指数函数和概率曲线(罗逊拉姆勒分布)等。通过我们的实际运算和统计检验,认为负指数函数($y = ae^{-b/x}$)和罗逊拉姆勒分布函数($y = 100e^{-ax^b}$)较适合于表达目前我们所用的René95粉末粒度分布规律。如用相应的函数座标图表示(图2),则出现以下情况:在负指数分布和罗逊拉姆勒分布的函数座标图上,多峰值的P、R、us型粉末的粒度累积(或筛余)分布的实测值近似直

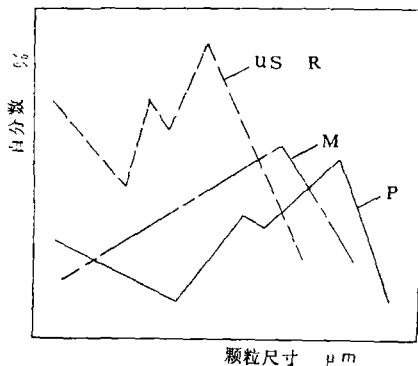


图1 René95粉末粒度分布曲线示意图

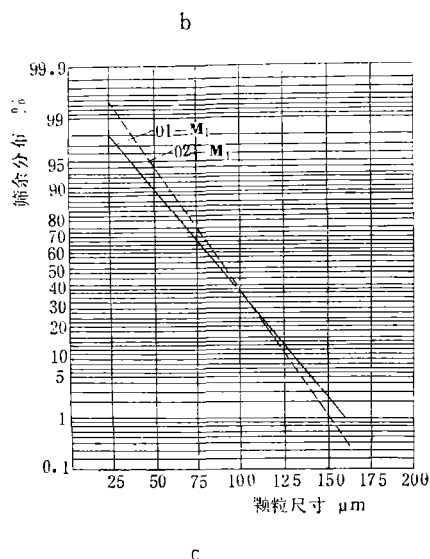
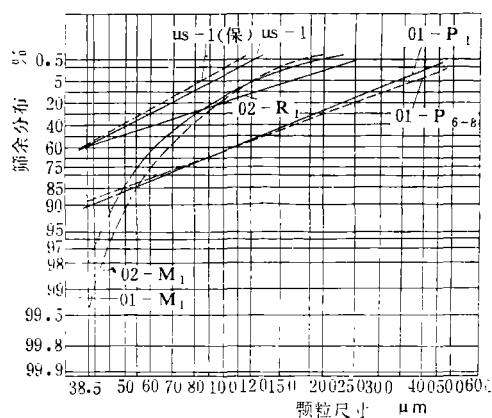
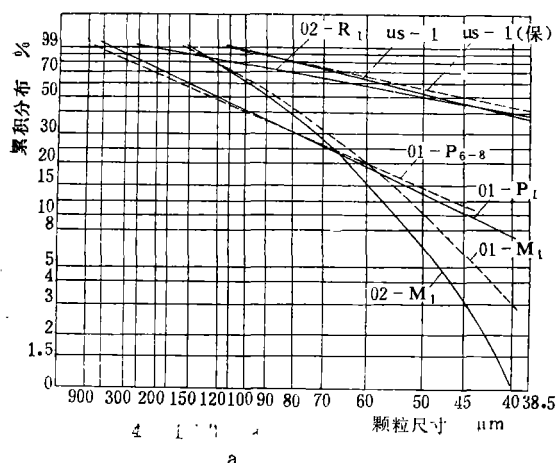


图2 各种粉末粒度分布函数座标图

a—负指数分布函数座标图；

b—罗逊拉姆勒分布函数座标图；

c—标准正态分布座标图

线，说明其分布符合负指数函数和罗逊拉姆勒分布函数关系；单峰值的M型粉末则不成直线，而在标准正态分布座标图上成直线，说明其分布近似正态分布。

今用负指数函数和罗逊拉姆勒分布函数，对P和us型粉末粒度分布进行回归分析，以便寻找更合适的数学模型。计算结果列于表1和表2。

两种粉末粒度分布的回归曲线示于图3—图6。

用两种函数统计P和us型粉的粒度分布，

其相关指数 R ($R = \sqrt{1 - \frac{\sum (y - \hat{y})^2}{\sum (y - \bar{y})^2}}$)

均大于0.9，拟合性很好。但从表1和图3—图6中可以看出，用负指数函数回归统计时，回归曲线与观测值的偏差小于用罗逊拉姆勒分布函数回归统计的偏差，前者的65%置信区间 ($2\hat{\sigma}$) 也小于后者，置信区间愈小，说明统计的精度愈高。其他不同批号的René95合金粉末的精度分布（区间粉除外）均有相同的规律性。因此我们可以初步确定，目前我们所用的氩气雾化René95合金球形粉末，其粒度分布符合负指数函数和罗逊拉姆勒分布函数关系，其中用负指数函数统计，统计精度较高，偏差较小。罗逊拉姆勒分布函数符合概率统计的规律，即当X趋近无穷大时，Y的渐近线是100；而负指数函数在这里应用的缺点是当X趋近无穷大时，Y的渐近线不是100，而是大于100的常数项a值。但是任何回归方程是不允许外推的，在我们统计的粒度范围内，颗粒尺寸X值最大时，回归值 \hat{y} 与100%的偏差均小于置信区间（见表1—2）。我们认为对于这种特定的粉末，用负指数函数来统计粒度分布规律是有意义的。

三、两条分布曲线的统计检验

用回归统计分析粒度分布规律的函数关系外，还应进行统计检验，以便比较曲线之间的差异，达到制订粒度分布标准的目的。

检验两条回归直线的斜率是否有显著性差异，可以选用以下统计量^[1]：

表1

P、us 型粉末粒度分布回归分析数据

回归模型	项 目	P 型 01—P ₁ (本所筛分数据)	粉末 01—P ₀₋₈ (钢研总院筛分数据)	us 型 us—1 (筛分数据)	粉末 us—1 (粒度分布仪分析数据)
负指数函数 $y=ae^{-\frac{b}{x}}$	回归方程	$\hat{y}=122.1195e^{-\frac{109.3605}{x}}$	$\hat{y}=120.8077e^{-\frac{104.7886}{x}}$	$\hat{y}=158.9357e^{-\frac{51.3226}{x}}$	$\hat{y}=160.4207e^{-\frac{56.4100}{x}}$
	相关指数 R	0.9926	0.9895	0.9892	0.9958
	$ y-\hat{y} $ 最大	8.21	7.55	5.83	5.85
	95%置信区间 $2\hat{\sigma}$	± 8.34	± 7.67	± 7.22	± 6.96
罗逊拉姆勒 分布函数 $y=\frac{1}{100e(-ax^b)}$	回归方程	$\hat{y}=100e^{-0.004x^{1.0844}}$	$\hat{y}=100e^{-0.0002x^{1.6456}}$	$\hat{y}=100e^{-0.000011x^{2.8636}}$	$\hat{y}=100e^{-0.000011x^{2.8319}}$
	相关指数 R	0.9943	0.9871	0.9820	0.9145
	$ y-\hat{y} $ 最大	10.99	7.90	10.59	21.16
	95%置信区间 $2\hat{\sigma}$	± 12.23	± 11.79	± 14.04	± 23.25

• X——粉末颗粒尺寸 μm ; Y——累积分布(筛余分布)观测值%; \hat{y} ——累积分布(筛余分布)回归值%; $\hat{\sigma}$ ——剩余标准差

表2

几种粉末粒度分布回归分析数据

序号	通过的颗粒尺寸 $x \mu m$	累积百分数 $y \%$	回归值 $\hat{y} \%$	偏差 $y_i - \hat{y}$
1	900	99.9367	108.1467	-8.2100
2	630	99.7772	102.6589	-2.8817
3	500	99.4197	98.1286	1.2911
4	450	99.0450	95.7726	3.2724
5	250	85.9525	78.8508	7.1017
6	154	62.0484	60.0314	2.0170
7	100	38.4260	40.9108	-2.4848
8	71	24.3500	26.1726	-1.8226
9	56	19.4163	17.3247	2.0916
10	45	10.7033	10.7485	-0.0452
11	40	7.6769	7.9327	-0.2558

01-P₁

01-P₆₋₈

序号	通过的颗粒尺寸 $x \mu m$	累积百分数 $y \%$	回归值 $\hat{y} \%$	偏差 $y_i - \hat{y}$
1	125	99.999	105.147	-5.418
2	110	99.946	99.677	0.269
3	85	92.723	86.895	5.828
4	60	67.833	67.567	0.266
5	50	56.653	56.943	-0.290
6	40	42.896	44.055	-1.159
7	38.5	42.453	41.907	0.546

us-1

su-2

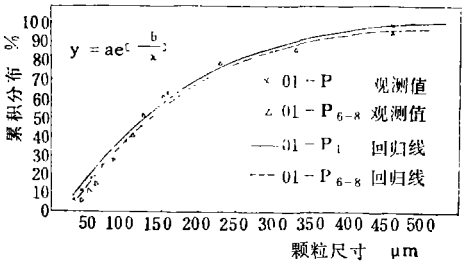


图3 按负指数函数回归分析P型粉的粒度分布图

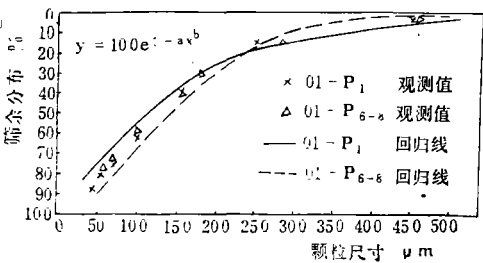


图4 按罗逊拉姆勒分布函数回归分析P型粉的粒度分布图

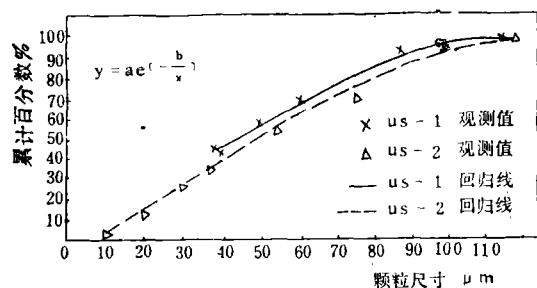


图5 按负指数函数回归分析us型粉的粒度分布图

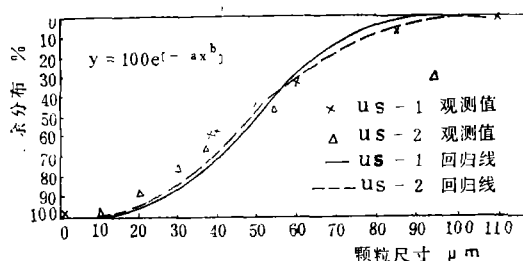


图6 按罗逊拉姆勒分布函数回归分析us型粉的粒度分布图

统计量 $t =$

$$\sqrt{\frac{|b_1 - b_2|}{\frac{Q_{\text{残}1} + Q_{\text{残}2}}{n_1 + n_2 - 4} \left[\frac{1}{L_{x_1 x_1}} + \frac{1}{L_{x_2 x_2}} \right]}}$$

其中 b —回归系数; n —样本个数;

$Q_{\text{残}}$ —一剩余方差; L_{xx} — X 的离差平方和

$$L_{xx} = \sum (x - \bar{x})^2 = \sum x^2 - (\sum x)^2 / n$$

回归系数 b 表示直线的斜率。当 $t \leq t_2$ 临界值(查表)时, 两条回归直线的斜率在信度 α 下无显著性差异, 反之则有显著性差异。

今试图用变量转换后的参数(即将非线性方程转换为线性方程后的参数, b' 、 $Q'_{\text{残}}$ 、 $L_{x'x'}$)来统计检验两条粒度分布曲线是否有显著性差异。举例说明如下。

例1 01— P_1 :

$$\text{回归方程 } \hat{y}_1 = 122.1195e^{\left(-\frac{109.3605}{x}\right)}$$

$$b'_1 = 109.3605; n_1 = 11; Q'_{\text{残}1} = 2.4871;$$

$$L_{x'_1 x'_1} = 0.0008.$$

01— P_{6-8} :

$$\text{回归方程 } \hat{y}_2 = 120.8077e^{\left(-\frac{104.7886}{x}\right)}$$

$$b'_2 = 104.7886; n_2 = 9; Q'_{\text{残}2} = 0.0156;$$

$$L_{x'_2 x'_2} = 0.0004.$$

统计量 $t =$

$$\sqrt{\frac{|109.3605 - 104.7886|}{\frac{2.4871 + 0.0156}{11 + 9 - 4} \left[\frac{1}{0.0008} + \frac{1}{0.0004} \right]}}$$

$$= 0.1886$$

$$t = 0.1886 < t_{(0.05)}^{f=16} = 2.120$$

例2 us—1

$$\text{回归方程 } \hat{y}_1 = 158.9357e^{\left(-\frac{51.3226}{x}\right)}$$

$$b'_1 = 51.3226; n_1 = 7; Q'_{\text{残}1} = 0.0046;$$

$$L_{x'_1 x'_1} = 0.0004.$$

us—2:

$$\text{回归方程 } \hat{y}_2 = 160.4207e^{\left(-\frac{56.4100}{x}\right)}$$

$$b'_2 = 56.4100; n_2 = 7; Q'_{\text{残}2} = 0.0634;$$

$$L_{x'_2 x'_2} = 0.0059.$$

$$\text{统计量 } t = 1.1942 < t_{(0.05)}^{f=10} = 2.228$$

两个计算 t 值均小于表中的 t 值, 即01— P_1 和01— P_{6-8} 以及us-1和us-2两条分布曲线的斜率, 在0.05信度下无显著性差异。从图3-图6中又可以看到, 终点均接近100%, 且统计的粒度范围相同, 两条曲线近似重合。以上两例说明, 在本试验中同一种粉末采用不同的分析手段(us-1和us-2), 或不同的操作人员(01— P_1 和01— P_{6-8})所得的粒度分布曲线, 在0.05信度下无显著性差异。由以上分析我们认为, 可以借用检验两条回归直线斜率的统计量 t , 来统计检验具有相同函数关系、且统计范围一致的两条粒度分布曲线是否有显著性差异。

四、结论

1. 氩气雾化的Renè95镍基高温合金粉末, 其粒度分布符合负指数和罗逊拉姆勒分布函数关系。其中负指数函数的统计精度高, 曲

线与观测值间的偏差小。

2. 两条呈相同函数关系, 且统计范围一致的粒度分布曲线, 可以借用比较两条回归直线斜率的统计量, 来检验它们之间是否有显著性差异。

3. 将粒度分布统计成函数关系, 可以进行方差分析, 计算分布曲线的置信区间, 比较不同曲线之间的差异, 摸清分布规律, 因而便于控制质量, 制订粒度分布标准。

我们的研究工作, 是从某种特定的粉末入手, 得到经验的粒度分布函数模型, 希望能对寻找其他粉末粒度分布函数提供一条可引为借鉴的思路和方法。

参考文献

- [1] 曾秋成, 技术数理统计方法, 安徽科学技术出版社, 1981, 240—242页

AN INVESTIGATION ON PARTICLE SIZE DISTRIBUTION FUNCTION OF RENÉ95 SUPERALLOY

Yü Kelan, Gong Zhanghan

(Beijing Institute of Aeronautical Materials)

ABSTRACT The present paper studies the particle size distribution function of atomized René95 superalloy powder. several batches of René95 powder were tested and the results were regressively calculated. It's defined that the particle size distribution function is of the negative exponential function model.

The statistic comparison between the slopes of linear regression equations was carried out in order to inspect the difference between two particle size distribution curves. Under given conditions, i.e., both curves are of the same distribution function and are in the same statistical range. It's proved that the assume is feasible.

By finding out the particle size distribution function, the standard deviation can be calculated, the confidence interval can be defined, and the difference between two distribution curves can be inspected, therefore it's very useful to control the quality of powder and to stipulate the specifications of particle size distribution.

* 简 讯 *

△浙江省机械工程学会粉末冶金学组于84年7月8日至21日在浙江肖山杭州粉末冶金研究所内举办了第二期粉末冶金烧结技术培训班。来自六个省市的粉末冶金工厂的27名技术人员和工人参加学习。学员中不少同志是带着改造工厂里的烧结炉的任务来参加学习的。通过讲课、参观和讨论, 解决了一些疑难的问题, 学员普遍反映收获较大。

[本刊通讯员 何万罗供稿]

△山东省机械工程学会粉末冶金小组在青岛粉末冶金研究所实验厂的协助下于7月10日至18日在青岛举办题为“铁粉的性能及其在制品生产中的应用”技术讲座。参加本次讲座有16个单位31人, 正式学员24人, 其中有来自福建、河南、江西、湖南、湖北和江苏的学员。学习期间学员参观了青岛粉末冶金研究所实验厂。

[王鸿灏供稿]