



测定粉末流动性用金刚砂标准物质

陈木兰* 李忠全

(冶金部钢铁研究总院, 北京 100081)

摘要 金刚砂标准物质用于校正粉末流动性测定仪的漏斗, 以保证粉末流动性测量的准确性。该标准物质化学性能稳定、耐磨、无磁、均匀、试验的重现性好, 各项指标均符合 ISO 4490 的规定。

主题词 粉末流动性 金刚砂标准物质

1 引言

流动性是粉末重要的物理-工艺性能之一。准确测量粉末流动性非常重要。目前国内都用标准漏斗来测定^[1], 所测流动性的准确性主要取决于漏斗。在有关的国际和国家标准中均把漏斗的校正和标准物质放在首位, 这种物质首先必须满足在通过小孔直径为 2.5 ± 0.05 mm 的标准漏斗时, 流动性应在 40 ± 0.5 s/50g 范围内。

该物质主要用在两个方面。第一, 在制定流动仪漏斗时用来校正漏斗, 要求 50g 标准物质在其上的流动时间为 40 ± 0.5 s, 以保证漏斗的制造精度, 统一测量数据。第二, 漏斗在使用当中, 其小孔会磨损, 使粉末在其中的流速发生变化, 因此必须经常或定期用标准物质对漏斗进行校正, 以保证粉末流动性测量的准确度。在国际标准 ISO 4490-78^[1] 中规定了当 50g 标准物质通过漏斗的时间小于 37s 时, 漏斗就失去准确性, 必须报废。

我们从 1981 年开始对多种物质进行试验研究^[2], 经反复试验比较, 最后确认通过处理选配的一种天然金刚砂能达到要求。其化学

性能稳定, 耐磨性好, 颗粒形状等都符合要求。于 1984 年试制成功这种标准物质, 统一了我国粉末流动性的测量标准。该标准物质与我院生产的粉末流动性测定仪配套, 在国内销售 600 余份样, 同时将被国际标准化组织所采用, 代替近年已无货源的土耳其金刚砂标准物质, 现已向美国批量出口, 与其制造的霍尔流速计配套销售世界各国。

2 标准物质的制备

一般天然金刚砂都含有一定量的杂质, 而且在粒度组成方面不可能正好符合测量粉末流动性用金刚砂标准物质的要求, 必须经过一系列的处理和选配, 主要制备工序如下:

原料 → 磁选净化 → 分级 → 烘干 → 测流动性 → 配料 → 混合 → 烘干 → 测流动性 → 合格品

首先经磁选净化处理, 使原料粉末的磁性能降到最低水平。磁选后的粉末再经筛分分级处理, 使粉末粒度保持在 $63 \sim 106 \mu_m$ 的范围, 筛分后的粉末在 120°C 下烘干 2h, 经自然冷却, 测定各级粉末的流动性。根据各粒级粉末的流动性按比例进行配料, 将配好的料

* 陈木兰, 工程师, 长期从事粉末及粉末冶金制品的物理性能检测工作

收稿日期: 1996.7.4

充分混合均匀,经烘干,自然冷却后,取不同部位的粉末测定其流动性。

3 测量方法及仪器

标准物质流动性的测量是在流动仪的标准漏斗上进行的,其漏斗的各项指标都严格按照国际标准ISO 4490-78^[1]的要求制作。测量前先将漏斗用乙醇清洗干净,然后用干净的纱布和绸布将漏斗及其小孔擦干,放在流动仪支架上备用。

3.1 取样

至少取100g 标准物质,称量50g 备用。

3.2 仪器

(1) 流动仪 漏斗的各项技术指标均须符合国际标准要求。

(2) 天平 最大称量100g, 精度0.05g

(3) 秒表 精度0.1s。

3.3 测量 每种标准物质测量5次, 时间精确到0.1s。

4 试验结果

4.1 重复性试验

将上述配制的合格样品,在流动仪标准漏斗上进行重复性、稳定性、均匀性以及不同漏斗的对比试验。标准物质的可重复性对测试结果影响较大,用户最为关心。为了保证测试数据的准确度和可靠性,对同一样品进行了50次的重复测量,其标准偏差仅为0.09s/50g, 证明其重复性是好的,见表1。

表1 重复性试验结果

Table 1 Repeatability test

次数	流动性 s/50g	次数	流动性 s/50g	次数	流动性 s/50g	次数	流动性 s/50g
1	39.9	11	40.0	21	39.9	31	40.0
2	40.2	12	40.1	22	40.1	32	40.0
3	39.9	13	40.1	23	40.1	33	39.9
4	40.0	14	40.0	24	39.9	34	40.0
5	40.2	15	40.1	25	40.1	35	40.1
6	39.9	16	40.0	26	40.0	36	39.9
7	39.9	17	39.9	27	39.8	37	40.0
8	40.0	18	40.0	28	40.1	38	40.1
9	39.9	19	40.1	29	40.0	39	39.9
10	40.0	20	39.9	30	40.0	40	40.0
平均值 Av.		40.00					
标准偏差 S.		0.09					

4.2 稳定性试验

测定粉末流动性须用金刚砂标准物质反复校正仪器,其稳定性非常重要。表2所列稳

定性试验数据是经过两年零九个月的时间测量积累的,各个时间测量的值其偏差都没超过规定值,所得数据是令人满意的。

表2 稳定性试验结果

Table 2 Stability test

测量日期	流动性, s/50g						
	1	2	3	4	5	平均值	S.D.
93-03-04	40.0	40.0	40.1	40.1	40.1	40.06	0.05
93-05-19	40.1	40.1	40.0	40.1	40.0	40.06	0.05
93-06-29	40.1	40.2	40.2	40.1	40.2	40.16	0.05
93-07-12	40.0	40.1	40.2	40.1	40.1	40.10	0.07
94-09-12	40.0	40.1	40.0	40.0	40.1	40.04	0.05
95-12-28	39.9	40.0	40.0	40.1	40.1	40.02	0.08
平均值 Av.	40.07						
总标准偏差 S.	0.07						

均匀性检验的样品是随机从10个不同批

号的桶中抽取的(每桶装样20kg),每桶取一

个试样。取样按 GB5314-85《粉末冶金用粉末的取样方法》规定进行, 即从每桶不同部位抽取所需样品, 保证所抽取的样品有足够的

代表性。每个样品测量5次, 经均匀性检验 F 值小于 1.82, 临界值 $F(0.05, 9, 40)$ 为 2.12^[3], 说明均匀性良好, 见表3。

表3 样品均匀性试验结果

Table 3 Homogeneity examining table of standard emery grit

取样份数 m	流动性, $s/50g$					
	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_i
1	40.2	40.1	40.1	40.0	40.0	40.08
2	39.9	40.1	40.1	39.9	40.0	40.00
3	39.9	39.9	40.1	40.0	40.0	39.98
4	39.9	40.1	40.0	39.9	40.0	39.98
5	40.1	40.0	40.3	40.1	40.2	40.14
6	40.0	40.1	40.0	40.3	40.2	40.12
7	40.0	40.1	39.9	40.0	39.9	39.98
8	39.9	40.0	40.1	40.1	40.1	40.04
9	39.9	40.1	40.0	39.9	40.1	40.00
10	40.1	40.2	40.1	40.0	39.9	40.06
总平均值 x	40.04				标准偏差 S	0.11
均匀性值 F	1.82				均匀性临界值 F	2.12

将上述配制的合格样品在流动仪标准漏斗上进行不同漏斗的对比试验, 结果列于表4 中。两个不同漏斗的测试数据都在测试误差

范围内且平均值相差仅 $0.08s/50g$, 标准偏差相差 $0.01s/50g$, 结果是令人满意的。

表4 不同漏斗对比试验结果

Table 4 Compare of results tested by different funnels

样号	流动性, $s/50g$									
	中国漏斗					美国漏斗				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
1	40.10	40.10	40.10	40.10	40.10	40.00	40.00	40.00	40.00	40.00
2	40.00	40.10	40.10	40.10	40.20	40.20	40.10	40.10	40.00	40.00
3	40.20	40.10	40.10	40.10	40.10	40.00	40.00	40.00	40.00	40.00
4	40.20	40.20	40.20	40.20	40.20	40.10	40.10	40.10	40.10	40.10
5	39.8	39.90	39.90	39.90	39.90	39.90	39.80	39.80	39.80	39.90
平均值 A_v	40.08					平均值 A_v	40.00			
标准偏差 $S.D.$	0.12					标准偏差 $S.D.$	0.11			

5 标准物质性能和对比

5.1 化学性能

对美国、日本和我国三种标准物质进行了相分析, 美国标准物质主要相成分为 α Al_2O_3 和 αFe_2O_3 , 次相为 $\beta Al_2O_3 \cdot H_2O$, 日本标准物质的主要成分是 αAl_2O_3 ; 中国标准物质主相为 $Fe_3Al_2(SiO_3)_3$ 。三种物质的化学稳定性都很好, 而中国标准物质是直接从天然金刚砂(铁铝榴石)经过一系列的处理得到的, 其化学稳定性较其他两种物质更好。

5.2 物理性能

美国标准物质的粒度组成在 $106 \mu_m$ 以下范围, 含有一定量的细粉。我国标准物质其粒度组成在 $63 \sim 106 \mu_m$ 范围, 其分布较窄。三种物质的流动性很接近(见表5), 而中国金

刚砂更接近国际标准规定值。三种物质的硬度都比较高, 耐磨性都很好, 而中国金刚砂莫氏硬度在 $6 \sim 7.5$ 之间^[4], 其耐磨性较其它两种物质更好。三种标准物质的颗粒都是不规则形状, 我国标准物质与日本标准物质的颗粒形状更接近一些。三种标准物质的显微照片如图1所示。

表5 不同标准物质的试验结果

Table 5 The results tested by different reference materials

标准物质	流动性, $s/50g$		
	中国漏斗	美国漏斗	日本漏斗
中 国	40.0	39.9	38.9
美 国	41.1	41.1	39.5
日 本	39.3	39.1	38.5

图1 标准物质的显微照片 $\times 50$

a. 中国 b. 美国 c. 日本

Fig. 1 microphotograph of reference materials

从国内外使用情况来看, 我国金刚砂标准物质的性能优于其他标准物质。从图1b 明显看出美国标准物质(土耳其金刚砂) 中细粉含量高, 这些细粉在测试过程中容易飞失, 经过一定时间后, 其流动性会发生变化, 从而降低其标准性。瑞典在测试中还发现, 用一新开瓶的土耳其金刚砂作试验时, 其流动时间远偏离漏斗上的标计值, 而中国金刚砂偏离要小一些^[5], 这说明我国金刚砂的稳定性比土耳其的好。日本的标准物质是购买仪器时带的, 我们用该金刚砂标准物质作试验时发现, 其标准物质烘干后有粘结现象, 对测试数据会带来一定的影响。我国金刚砂经烘干后没有粘结现象, 测试数据的稳定性、重复性及均匀性好。

6 误差分析

6.1 仪器误差

粉末的流动性以50g 粉末流过标准漏斗所需的时间来表示, 可用下式描述:

$$x = \frac{t}{50} \quad (1)$$

式中 x —— 粉末流动性, $s/50g$

t —— 粉末流过标准漏斗所需时间, s

50 —— 试验时要求称量的粉末质量, g

仪器给试验带来的误差可由下式求出:

$$\frac{\Delta x}{x} = \left| \frac{\Delta t}{t} \right| + \left| \frac{\Delta_w}{50} \right| \quad (2)$$

用标准物质进行试验时可近似取:

$$\Delta_x = 40 \times \left(\left| \frac{\Delta_t}{40} \right| + \left| \frac{\Delta_w}{50} \right| \right) \quad (3)$$

式中 Δ_x —— 粉末流动性测量误差, $s/50g$

$\frac{\Delta_t}{40}$ —— 粉末流动性测量的相对误差

Δ_t —— 计时误差(秒表精度), s

Δ_w —— 称量误差(天平感量), g

所用秒表精度0.1s, 天平感量0.05g。由式(3)求出的仪器给试验所带来的误差只有 $\pm 0.14s/50g$ 。

6.2 统计标准误差

用样品均匀性的试验数据(见表3)对金刚砂标准物质流动性的测量误差进行统计分析, 该试验是在不同批号的10个样品上进行的, 具有广泛的代表性。测量的算术平均值和标准偏差分别由式(4)和式(5)求出。

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} \quad (4)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum \Delta_{xi}^2}{n-1}} \quad (5)$$

式中 \bar{x} —— 流动性测量的算术平均值, $s/50g$

x_i —— 流动性测量值, $s/50g$

n —— 测量次数

S —— 测量的标准偏差, $s/50g$

由式(4)和式(5)求出的算术平均值和标准偏差分别为 $40.04s/50g$ 和 $\pm 0.11s/50g$ 。如果按正态分布, 取95%的置信度, 则其测量

值在 $x + 2S$ (即 $40.04 \pm 0.22s/50g$) 的范围内, 其定值与标准中规定的 $40.0s/50g$ 值非常接近, 而误差远小于标准中规定的 $\pm 0.5s/50g$ 。

6.3 ASTM 巡回试验数据分析

ISO/TC119/SC2秘书处于1995年上半年将中国金刚砂发送给其主要成员国进行巡回试验^[6]。与此同时, 美国 ASTM 也将中国金刚砂发送给其成员进行巡回试验^[7], 即用 Alcan 公司的母体霍尔漏斗按一定顺序从一个实验室传递给另一个实验室。由于所有实验室都在这个母体霍尔漏斗上进行试验, 从而保证了各实验室之间测试数据的可比性。

有14个实验室参加了试验, 共得到21组试验数据, 对这21组试验数据进行了误差分析, 见表6。中国金刚砂的平均流动性为 $39.95s/50g$, 其标准偏差为 $0.26s/50g$ 。如果是正态分布, 取95%的置信度则中国金刚砂的流动性在 $39.95 \pm 0.5s/50g$ 的范围内。ASTM 得出的结论是, 对中国金刚砂的流动性规定为 $40 \pm 0.5s/50g$ 是完全可以接受的。

他们还用 ASTM E691 统计分析软件对试验数据进行了处理^[7], 求出了试验的重复性 r 值(实验室数据的一致性)为 $0.31s/50g$, 再现性 R 值(实验室之间数据的一致性)为 $0.76s/50g$ 。

表6 ASTM 巡回试验数据

Table 6 The data of round-robin test made by ASTM

实验室 编 号	No.	流动性 $s/50g$	实验室 编 号	No.	流动性 $s/50g$	实验室 编 号	No.	流动性 $s/50g$
1	1	40.27	8	1	40.08	15	1	39.78
	2	40.23		2	40.39		2	39.75
	3	40.59		3	40.07		3	39.90
	Av	40.36		Av	40.18		Av	39.81
	1	39.59		1	39.89		1	40.16
	2	39.37		2	40.08		2	40.07
2	3	39.48		9	40.14	16	3	39.95
	Av	39.48		Av	40.04		Av	40.06
	1	39.83		1	39.93		1	39.96
	2	39.59		2	39.83		2	39.99
	3	39.72		10	39.85		3	39.97
	Av	39.71		Av	39.89		Av	39.96
3	1	39.55	11	1	39.79	17	1	39.89
	2	39.73		2	39.59		2	39.85
	3	39.71		3	39.70		3	40.03
	Av	39.66		Av	39.69		Av	39.92
	1	40.23		1	39.95		1	39.80
	2	40.52		2	39.90		2	39.88
4	3	40.37		12	39.68	18	3	40.00
	Av	40.37		Av	39.84		Av	39.89
	1	40.23		1	39.94		1	40.19
	2	40.08		2	40.08		2	40.05
	3	40.12		3	40.00		3	40.08
	Av	40.14		Av	40.01		Av	40.11
5	1	39.73	13	1	39.71	19	1	40.50
	2	39.70		2	39.67		2	40.52
	3	39.64		3	39.84		3	40.27
	Av	39.69		Av	39.74		Av	40.43
	总 平 均 值	Av. 39.95						
	平均值的标准偏差	S. 0.25						

总 平 均 值 Av. 39.95

平均值的标准偏差 S. 0.25

7 结 论

(1) 以我国富有的天然金刚砂为原料, 经过精心处理、配制和反复的性能试验所研制的测量粉末流动性用金刚砂标准物质, 其化学性能稳定, 耐磨、无磁、均匀, 试验的重现性好, 各项指标均符合国际标准 ISO 4490-78 的规定。

(2) 误差分析表明, 我国研制的测量粉末流动性用金刚砂标准物质的流动性为 $40 \pm 0.5 \text{ s}/50\text{g}$, 试验数据分析表明, 其测量误差只有 $0.2 \text{ s}/50\text{g}$ 。

8 参考文献

- 1 ISO 4490-78 Metallic Powder - Determination of Flowability by Means of a Calibrated funnel (Hall Flaw meter)
- 2 冶金部钢铁研究总院·粉末流动性和松装密度测

量装置(研究报告). 1982

- 3 GB1482-84 金属粉末流动性的测定—标准漏斗法(霍尔流量计)
- 4 李忠全, 陈木兰·FL4-1型粉末流动性测定仪·粉末冶金, 1982, (2): 87
- 5 中国科学院数学研究所·常用数学统计方法·北京: 科学出版社, 1979. 56
- 6 南京大学地质学系岩矿教研·结晶学与矿物学·北京: 地质出版社, 1978. 417
- 7 ISO/TC 119/SC2 主席关于他们(瑞典)对中国金刚砂试验情况给中国的信. 1993. 5. 7
- 8 美国 Alcan 公司给 ISO/TC 119/SC2 主席(G Skoglund)的信·ASTM 关于中国金刚砂巡回试验情况. 1995. 6. 14
- 9 ISO/TC 119/SC2N 387·SC2各成员国关于中国金刚砂巡回试验情况. 1995. 6. 13

《先进制造技术》书讯

为了庆祝中国机械工程学会成立六十周年, 中国机械工程学会于1996年9月在北京隆重召开了以“21世纪的制造业——人、机器与环境”为主题的“先进制造技术”大型学术会议, 这次学术会议得到了机械工业部、国家科委和国家自然科学基金会的支持和协助。这是一次跨学科的学术盛会, 两院院士、国家科委工业司和国家自然科学基金委员会的领导和特邀外宾在大会上做了重要的学术报告, 许多学术带头人、知名教授、学者撰写了论文, 这些文章反映了我国当前的制造技术水平并具有前瞻性。

《先进制造技术》一书已由中国机械工业出版社正式出版, 中国机械工程学会青年工作委员会代为发行。本书为16开精装本, 150多万字(900多页), 每本售价150元(含邮资费用)。本书收录了中国机械工业部总工程师朱森第、中国工程院院士、机械工业部科技委副主任姚福生、中国科学院副院长路甬祥、中国工程院院士徐滨士、郭孔辉、中国科学院院士王立鼎、著名教授张曙、国家科委工业司陈贤杰和国家自然基金委雷源忠等人的大会报告和从会议论文中精选的200余篇论文, 内容包括现代设计技术、设计原理与方法, 机械人与自动化, CAD、CAM、CAE、CAPP 和 CIMS, 制造过程模拟、虚拟制造, 快速成型, 现代铸造, 精密成型、超塑成型, 先进焊接技术, 热处理与新材料及其加工技术, 表面工程, 激光加工和其它特种加工技术, 先进传动技术, 精密和超精密加工、系统测量、亚微米与纳米材料及其制造技术, 高速切削和超高速切削, 先进制造技术的发展和战略, 制造业环境保护技术, 先进生产、组织及管理技术等专题。本书可供与制造技术相关企业、大专院校、科研单位的领导、科技人员、管理人员以及大专院校师生参考。

您可以通过邮局或银行汇款, 并请写信通知我们, 以便查收汇款。收到汇款后, 我们用挂号信给您正式发票和书。开户行: 工商银行北京海淀东升分理处; 帐号: 891207-62; 收款单位: 机械工业部北京机电研究所, 请务必注明“购《先进制造技术》书款 张立斌 收”。

联系电话: (010) 62922277-312 传 真: (010) 62920623

联系地址: 邮编100083, 北京市海淀区学清路18号北京机电研究所 张立斌 李伯梅 张雷 收

中国机械工程学会青年工作委员会

1996. 11. 28

Analyses of Statistical Characteristics of the Flexural Strength of an Advanced Ceramic Tool Material Xu Chonghai, Ai Xing, Huang Chuanzhen (Shandong University of Technology, Jinan 250061)

The flexural strength of an advanced ceramic tool material and its statistical characteristics have been studied experimentally in this paper, according to which hot pressing parameters are optimized and the fracture feature is also analysed. Results of linear regression analysis and K-S distribution fit test show that the flexural strength of this kind of ceramic tool material obeys three-parameter Weibull distribution very well. A statistical model is built which can be used to explain the size effect of the flexural strength.

Key words: advanced ceramic tool, flexural strength, statistical characteristic, size effect

Investigation of Contact Materials for Microcrystal Cu-Cr⁵⁰ Vacuum Breaker Cui Jiangguo, Yang Zhimao and Ding Bingjun (Xian Communication University, 710049)

CuCr⁵⁰ alloy powder was made by high energy ball-milling process and compacted into dense compact by hot pressing in vacuum furnace. The particle size, change of morphology, microstructure of hot pressed compact and its density change with temperature and time during milling process were reviewed by using scanning electronic microscope, X ray diffractometer, nely spectrometer, etc.

Key words: microcrystal, contact material, high energy balling milling, vacuum hot pressing

A Rudimental study on Manufacture of Cemented Carbide / Steel Composite Materials by HIP Sintering-Connecting Process Cheng Feixiong, Li Shikui (Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081)

Composite adaptor of YG15C and 45# steel have been manufactured by HIP sintering-connecting method. The composite features, the elements diffusion and the binding strength in interface of the adaptor have been reviewed. The mechanism of HIP sintering-connection for YG15C and 45# steel has been analysed.

Key words: HIP (hot isostatic pressing), cemented carbide/steel composite material

Application of Solid lubricating Materials for Pantograph slide Plate Huang Hanzhong (Datong Locomotive Factory, Shanxi 037038), Li Mulin (Beijing Research Institute of Powder Metallurgy, 100078)

The weariness mechanism on the metal base pantograph slide plate and the contact network conductor of electric locomotive have been studied. A new type of solid Lu-

briating materials have been developed. The results show that after applying the solid lubricating materials to electric locomotive, the service Life of the contact network conductor and slide plate have been obviously improved.

Key words: solid lubricating materials, pantograph slide plate

The Effect of Copper on Structure and Properties of Sintered Iron-based Anti-friction Materials Zhou Bide, Ci Lirjie (Harbin Institute of Tecnology, Box 434, 150001), Ma Xuezhu (Harbin Railroad Breau Institute of Sience and Technology)

The effect of the amount of copper to iron-base anti-friction sintered materials were studied. It was concluded that effect of copper contains tow sides. Eirst, it is strengthening element and can increase mechanical properties. Second, it is the main cause of formation of porosity, and decreases mechanical properties of matrix. However, porosity makes materials frictionizing under oil lubricification and has good anti-friction property. 5% copper was regarded as the best composition of iron-based anti-friction alloys. The negative effect on mechanical properties, especially tensile strength of copper is lowered when phosphorus was added.

Key words: sintered iron-base anti-friction material, mechanical property, microstructure

Standard Emery Grit for Determination of Flowability of Powder Chen Mulan, Li Zhongquan (Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081)

A standard emery grit for determination of flowability of powders has been developed which shall be used for calibrating of the funnel of the apparatus. We tested many materials, finally a sort of natural mineral was chose as to make emery grit. The emery grit has had success though dressing and sieving. The reference material has good wear resistace, chemical stability, homogeneity and is free of magnetic particles. All technical specifications of the emery grit accord with the demands of ISO4490.

Key words: flowability of powders, reference material of emer grit (standard emery grit)

Development of Binders for Metal Powder Injection Molding Qu Xuanhui, Yan Hansong, Huang Baiyun (Central South University of Techology, Changsha, 410083)

The function and development of binders for metal powder injection molding are outlined. In addition, the suitability and cost of several typical binder systems and the debinding processes are discussed.

Key words: metal powder injection molding, binder