

金属粉末粒度分布的测定

——光透法

Determination of Particle Size
Distribution of Metallic Powders by
Method of Photosedimentation

UDC

GB

~ISO

代替

本标准规定了用光透法测量金属粉末的粒度分布。

本标准的粒度测定范围一般为 $1 \sim 100 \mu\text{m}$ 。对于给定的所测粉末与测定中所用的液体介质，可测的粒度范围，其上限由斯托克斯公式适用的层流条件(即雷诺数 $Re < 0.25$)具体决定，下限则受布朗运动干扰的影响所制约。

本标准不适用于颗粒形状偏离球形太远的金属粉末，即片状、纤维状及其它形状复杂的金属粉末。本标准不适用于在液体中难以分散的粉末，例如磁性强的金属粉末。由两种以上密度不同的金属粉末形成的混合粉也不适用。

一般来说，非金属粉末粒度分布的测定，亦可参考本标准。

I. 原理

在沉降开始时刻($t = 0$)，粉末悬浮液处于均匀状态，其质量浓度为 C_0 。

在液面以下深度 h 处，令一束平行光通过悬浮液。颗粒在沉降初期，在光束平面处的各种粒径的颗粒都被从上面到达光束平面的颗粒代替，故在光束平面处的浓度保持不变。当悬浮液中存在的最大颗粒已从液面越过光束平面后，就不再有最大的颗粒到达光束平面，因此在该处的浓度开始减小。

图 1 为本标准的方法原理示意图。

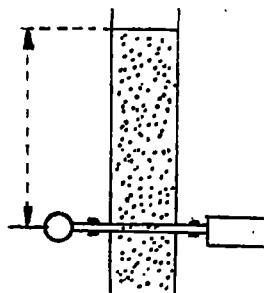


图1

在时刻 t (从悬浮液为均匀的瞬间算起)，光束平面处(深度 h)的悬浮液中只含有直径小于由斯托克斯公式决定的 d 的那些颗粒。

*以国家标准总局发布为准

$$d = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_l)gt}}$$

式中, η —液体粘度, $N \cdot S/m^2$;

h —沉降高度, m ;

ρ_s —固体粉末的有效密度, kg/m^3 ;

ρ_l —液体介质的密度, kg/m^3 ;

g —重力加速度, cm/s^2 (取9.81);

t —沉降时间, s 。

当光束通过悬浮液时, 除液体本身对光有吸收作用外, 悬浮液中的粉末颗粒还对光有散射和吸收作用, 因而产生光的强度的额外衰减, 根据兰伯特—比尔定律:

$$\lg(I_0/I) = KmA \cdot C_0 \cdot L$$

式中, I_0 、 I —分别为强度相同的人射光透过液体介质后光的强度和在时刻 t 透过悬浮液的光的强度;

Km —消光系数, 设为常数。

若经过时间间隔 $\Delta t = t_j - t_i$ ($j = i + 1$)后, 通过悬浮液的光的强度由 I_i 变化到 I_j ($I_i < I_j$)由于在时刻 t_i 和时刻 t_j 所有粒径大于 d_i 和 d_j ($d_j < d_i$)的颗粒已沉降到光束平面处, 故有:

$$\Delta m_{ji} \propto d_m (\lg I_j - \lg I_i)$$

式中, Δm_{ji} —样品中粒径在 d_i 至 d_j 间隔的颗粒质量

d_m —粒径 d_i 和 d_j 的平均值即:

$$\frac{d_i + d_j}{2}$$

对选定的每一粒径间隔算出 $d_m (\lg I_j - \lg I_i)$ 。然后, 就所有粒度间隔求其和。则样品中粒径为 d_i 至 d_j 的颗粒的质量百分数为:

$$N_{ji} (\%) = \frac{d_m (\lg I_j - \lg I_i)}{\sum d_m (\lg I_j - \lg I_i)} \cdot 100$$

2. 试样的制备和要求

2.1 选取样品按GB $\times \times \times \times - \times \times$ 进行。

2.2 试样在 105 ± 2 °C的温度下, 在真空干燥箱中烘干1小时。取出试样, 放在干燥器内冷却至室温。

2.3 当试样中含有大于 $100\mu m$ 的粗颗粒时, 在测定以前, 须经过筛分析, 使颗粒粒径 $\leq 100\mu m$ 再进行测定。

3. 试验的仪器和设备

3.1 光透法测定粒度分布的仪器由光源、测定部和记录部组成。

应用光透法测定粒度分布的商业仪器有多种型号*, 凡符合本标准原理的均可采用。

3.2 应备有超声波清洗器、温度计、液体比重计和粘度计。

4. 试验条件和步骤

*推荐使用北京电子管厂产“WID—C301型”粒度分布测定仪和丹东仪表研究所产“GxG 203型”光定 点扫描式粒度分布仪。

4.1 试验条件

4.1.1 液体介质选择的原则:

a. 对粉末颗粒要具有好的润湿性和分散性。

b. 粘度应适当。因为由斯托克斯公式成立的条件 $R_s < 0.25$ 可以推出能测定的最大颗粒直径的表示式为:

$$d_{max} = \sqrt[3]{\frac{4.5\eta^2}{\rho_s(\rho_s - \rho_l)g}}$$

因此, 若液体的粘度太小, 则将使能测定的最大粒径减小。而若液体的粘度太大, 会不必要地增加测量时间, 并且对试样中的细颗粒, 沉降受布朗运动的干扰也会较为显著。

c. 选用的液体介质应不溶解试样, 并不发生化学反应。

d. 毒性和腐蚀性小, 挥发性不宜太大。

4.1.2 分散剂

为使介质液体对粉末有好的分散性, 须加入适量的分散剂。

要得到一种合适的液体介质、分散剂及其用量, 必须做条件试验。

在附录 A 中列出了常用金属粉末用的液体介质和分散剂表, 供参考选用。

4.2 试验步骤

4.2.1 接通电源, 使仪器处于正常工作状态。

4.2.2 悬浮液的制备

对已经选用的介质, 需在手册中查出其在测量温度下的密度和粘度值, 或直接测量。

取一定量的样品, 放入烧杯中。缓慢地加入适量液体介质调拌成糊状, 然后用液体介质稀释成悬浮液。

将盛有悬浮液的烧杯置入超声波清洗器中进行分散。超声波分散的时间和条件以能使团聚的颗粒充分分散为宜。

4.2.3. 测量

将盛有不含粉末试样的液体介质的沉降皿平稳垂直地放入测量仪器中, 测量其透光强度, 调至仪器规定的满度。

将已制备好的悬浮液倒入沉降皿中调至合适的浓度, 使透光强度在满度的15~30%之间。在测量计时开始前应搅拌约1分钟, 注意保持液面在刻度位置。

在测定过程中, 应使沉降皿尽可能保持在恒定温度, 以防止悬浮液由于温差太大而引起热对流, 并应保持仪器不受任何震动。

4.2.4 粒径间隔

建议 $10\mu m$ 以下的粉末间隔选取 $1\mu m$, $50\mu m$ 以下取 $5\mu m$, $100\mu m$ 以下取 $10\mu m$ 。

5. 结果的表示

对各个粒度间隔 d_i 至 d_{i+1} 的质量百分数经过处理换算成小于各粒径的累积质量百分数, 列表表示。也可用图表示, 横座标为粒径, 纵座标为小于该粒径的累积质量百分数, 在50%处的粒径为中位径。表示方法如表 1 和图 2 所示。

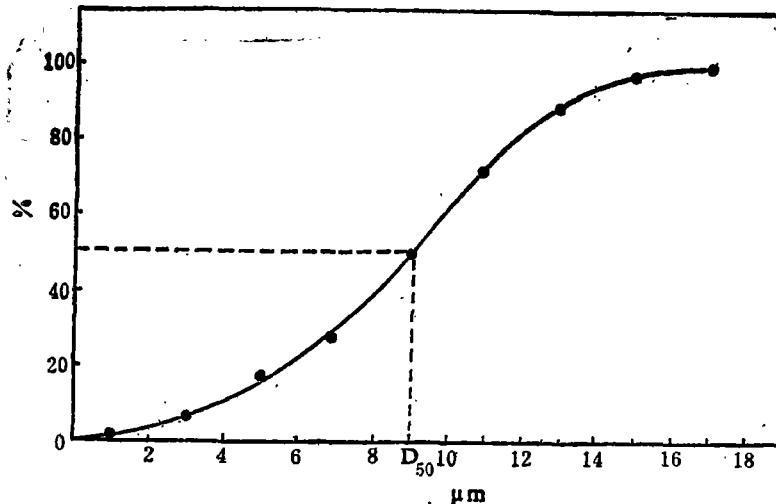
5.1 用表格形式表示

样品名称: 钨粉

介质液体: 异丁醇

表1

粒径间隔	0—1	1—3	3—5	5—7	7—9	9—11	11—13	13—15	15—17
累积百分数	1.18	6.34	17.8	26.4	50.1	71.2	88.9	98.4	100

图2 $D_{50} = 9.0 \mu\text{m}$

5.2 用粒度分布曲线表示

6. 试验报告

试验报告应包括以下内容

- 本标准号;
- 辨别试样所需的详细情况;
- 使用的仪器;
- 试样的处理方法(干燥、分散条件);
- 介质的粘度值、密度值、分散剂的名称及用量;
- 测试结果;
- 能影响测试结果的任何细节。

• 简讯 •

宁波粉末冶金厂引进工作初见成效

宁波粉末冶金厂从日本住友电工株式会社引进铁基粉末冶金机械零件制造技术及关键设备的合同于84年6月生效。现已完成首批6种合同产品模具设计和制造及设备操作维修的培训，建成了由日产100吨机械式成形压机推杆式自动烧结炉，水蒸气处理炉及国产125吨液压机等组成的年产260万件铁基粉末冶金机械零件生产线，并于85年10月由日方移交中方开工试生产。生产的汽车减震器零件，油泵零件经省机械厅组织技术评审会鉴定，技术性能达到国外同类产品水平。汽车减震器零件经日方400万次台架耐久试验合格，获浙江省85年优秀新产品奖。至86年3月止，已累计生产了五十五万件产品，一次送验合格率达90%以上，受到用户好评。按日方图纸自制的模具，模架，经日方专家评定，达到技术要求，可以一次成形出典型的上二段下三段并在横截面有多孔的异形结构零件，形位公差达GB1184—80七级水平。目前，该厂正在进行第二批合同产品(组合烧结斜齿轮等五个产品)的模具设计及制造技术培训工作。

(本刊通讯员 舒正平供稿)

附录 A
一些金属粉末适用的液体介质和分散剂

金属粉末	液体介质和分散剂(浓度约0.5g/l)	金属粉末	液体介质和分散剂(浓度约0.5g/l)
铝	环己醇 环己酮 异丙醇 石腊油 四氯化碳 水+十六偏磷酸钠 水+焦磷酸钠 n-丁醇+乙醇	镍	水+多偏磷酸钠或多烷基磺酸盐表面活性剂 水+甘油 乙醇 环己酮 水+芳基碳酸盐表面活性剂 乙醇
碳化硼	环己醇	硅	水+焦磷酸钠 n-丁醇 水+甘油
青铜	环己酮	碳化硅	乙醇
铬	n-丁醇	银	水+甘油
钴	煤油 乙醇 n-丁醇 异丁醇	钼	乙醇 环己醇 环乙酮 n-丁醇 异丁醇
铜	水+焦磷酸钠 乙醇 丙酮 环己醇 n-丁醇 异戊醇 水+甘油(1:1)	钛 钨	水+焦磷酸钠或羟乙基盐表面活性剂 水+多烷基磺酸盐表面活性剂或 多偏磷酸钠 水+甘油 乙醇 n-丁醇 水+甘油
石墨	水+烷基碳酸盐表面活性剂 或丹宁酸或油酸钠 乙醇 n-丁醇	碳化钨	水+焦磷酸钠 水+多烷基磺酸盐表面活性剂 或多偏磷酸钠 乙醇 环己醇 n-丁醇
铁和钢	水+多偏磷酸钠或羟乙基盐表面活性剂	锌	乙醇 n-丁醇 水+多偏磷酸钠HCl(0.01g/l)
铅	环己醇 环己酮 丙酮 n-丁醇	锆	异丁醇 甲醇 水+乙醇(1:1)
镁	乙醇 n-丁醇	铁、铁合金	菜子油+丙酮 大豆油+丙酮(1:1)
锰	环乙醇 异丁醇		水
钼	乙醇 丙酮	钽	环己醇 环己酮

本刊第三卷合订本征订

本刊编辑部备有少量《粉末冶金技术》第三卷(85年)合订本,欲购者请从邮局汇

款到编辑部,每本定价6元(含挂号邮费及包装费)。