



布莱恩空气透过法的测量范围

黄永书

(中国科学院上海冶金研究所)

[摘要]用自制布莱恩(Blaine)空气透过法装置测量了九种粗细不同的镍粉、铁粉、铜粉及银粉的比表面,其值在 $690\sim26400\text{cm}^2/\text{g}$ 之间,平均粒径为 $0.26\sim11.1\mu\text{m}$ 。

一、前言

关于透过法测量粉末比表面的范围,各种报导不一,而且相差颇大,如有的说为 $0.001\sim10\mu\text{m}$ ⁽¹⁾;而有的说下限为 $1\mu\text{m}$,最适宜的粉径为大于 $100\mu\text{m}$ ⁽²⁾。本文作者用自制的布莱恩空气透过法装置测定了几种粗细不同粉末的比表面,以观察该装置的测量范围。

实验装置及方法见文献⁽³⁾。所用粉末有比较细的化学还原片状银粉及羰基镍粉,而电解铁粉,还原铁粉及电解铜粉均比较粗(小于400目)。在测试之前,所有粉末均保存在硅胶干燥器内,未进行退火处理。

二、实验结果及讨论

几种粉末的粉层孔度与比表面的关系示于图1-6。图中曲线或直线中的数值是渗透时间 $t(\text{s})$ 。表明,粉末的比表面与粉层的孔度有关:粉层的孔度偏大时,比表面偏小,随着孔度的逐渐减小,比表面随之增大;当孔度降至一定值时,比表面趋近于恒值,即视此值为粉末的比表面⁽³⁾(图1-5)。小于400目的电解铜粉,粉层孔度为72.9及69.9%时的渗透时间较短,分别为8.2及11.8s,比表面分别为1210及 $1230\text{cm}^2/\text{g}$,二值已很接近,可视为趋近恒值,其平均粒径为 $5.48\mu\text{m}$;此时将所需要的粉末充填于试样盒内,靠人力压至装置所规定的体积已较困难,因此无法再降低孔度继续

测试;另两种小于400目的还原及电解铁粉,压缩性稍好,但测量至最低孔度时,亦有类似难压紧的情况,这两种铁粉趋近于比表面恒值的孔度分别为62.5及54.2%,比表面分别为1350及 $690\text{cm}^2/\text{g}$ (图1、2),平均粒径分别

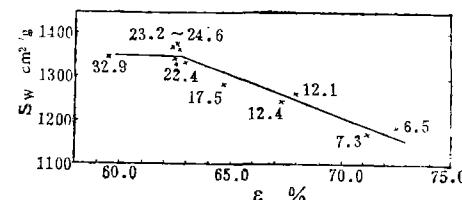


图1 还原铁粉比表面与孔度的关系

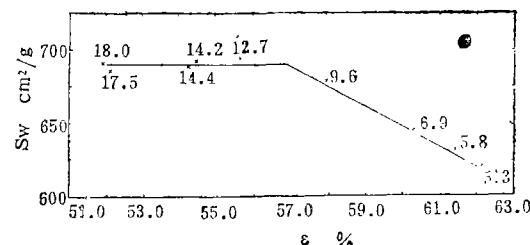


图2 电解铁粉比表面与孔度的关系

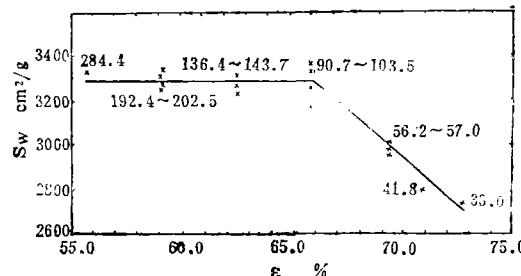


图3 纳米铁粉比表面与孔度的关系

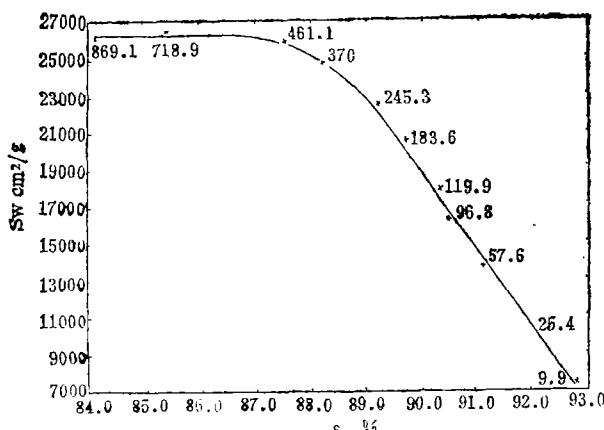


图4 1号羰基镍粉比表面与孔度的关系

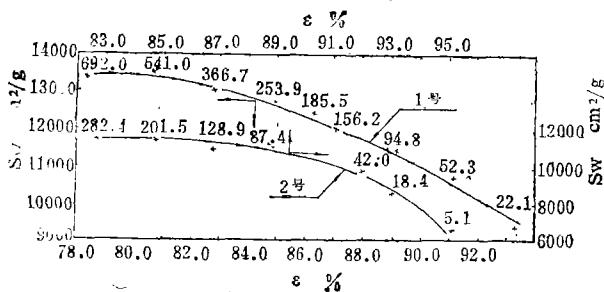


图5 1号及2号银粉比表面与孔度的关系

- 1号粉与左、下座标对应；
- 2号粉与右、上座标对应

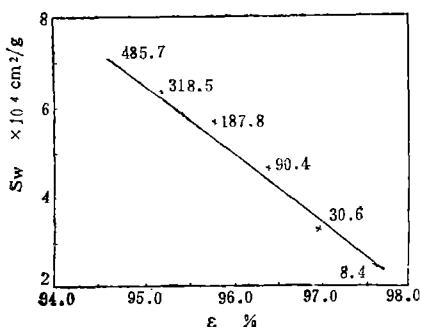


图6 2号羰基镍粉比表面与孔度的关系

为 5.65 及 11.1 μm ；羰基铁粉趋近于比表面恒值 ($3320 \text{ cm}^2/\text{g}$) 的孔度为 66% (图 3)，平均粒径为 $2.30 \mu\text{m}$ ；较细的 1 号羰基镍及 1 号银粉趋近于比表面恒值的孔度较大，分别为 87.5、86.6 及 84.90%，比表面分别为 26400 、 13500 及 $11500 \text{ cm}^2/\text{g}$ (图 4、5)，平均粒径分别为 0.26 、 0.42 及 $0.50 \mu\text{m}$ 。这说明粉末较细时，达到比表面恒值的孔度都较大，测量时渗

透时间也较长 ($\sim 540\text{s}$)。

还原铁粉及电解铜粉的平均粒径相近 (分别为 5.65 及 $5.48 \mu\text{m}$)，但其趋近于比表面恒值的孔度 (分别为 62.5 及 69.9%) 却相差达 7.4%，说明不同方法制备的粉末，其性能有差异。羰基铁粉的平均粒径 ($2.30 \mu\text{m}$) 比还原铁粉 ($5.65 \mu\text{m}$) 小很多，而其趋近比表面恒值的孔度 (分别为 66.0 及 62.5%) 反而稍大，这可能与羰基铁粉的形状为球形^[8] 有关。此外由于粉末性能的不同，适于布莱恩空气透过法测量的粉末平均粒径亦不同。如平均粒径为 $5.48 \mu\text{m}$ 的电解铜粉及 $11.1 \mu\text{m}$ 的电解铁粉，二者粒径相差一倍，但测量时都已比较困难。因此估计平均粒径大于 $15 \mu\text{m}$ 的粉末，可能已不适宜本装置用布莱恩空气透过法测量了。

在所测量的粉末中，多数比表面在趋近恒值之前，其孔度与比表面间均呈较好的线性关系 (图 1-4)；而银粉则未见此关系 (图 5)，这可能是因这种粉末为片状，其孔隙结构与粒状者不同的缘故。

更细的 2 号羰基镍粉 (氮气吸附法比表面为 $254000 \text{ cm}^2/\text{g}$ 、平均粒径为 $0.027 \mu\text{m}$)，在能测量的粉层孔度范围内仍与比表面呈线性关系 (图 6)，未出现恒值阶段。而现有装置已无法再降低孔度继续测试。因此，可以说此种细粉已不适用于本装置测量。

曾用还原铁粉及 1 号银粉进行重复测量，其相对标准误差小于 2% (表 1)，说明本装置的测量重复性良好。两种粉末的比表面最大单项偏差分别为 27 及 $102 \text{ cm}^2/\text{g}$ ，是否为偶然性所引起的误差？根据可疑观察测量值的舍弃原则，当测量次数为 5 时，其最大单项偏差值与或然率误差的比值 $d/r = 2.5$ ；测量 10 次时， $d/r = 2.9$ ；测量次数增多， d/r 值则增大；如从测量结果计算出来的 d/r 值大于上述比值，则认为该值可疑，应该舍弃。实验中测量的次数分别为 9 及 6 次，求得的 d/r 值分别为 2.21 及 2.23 (表 1) 均小于上述规定比值 (2.9)，因此结果是可信的。

表11

还原铁粉及银粉的重复性测试结果

粉末	孔度%	比表面 s^* cm^2/g	比表面 平均值 $\bar{S} \cdot \text{cm}^2/\text{g}$	标准误差 $\sigma = \sqrt{\frac{\sum (S - \bar{S})^2}{n-1}}$	相对标准误差 $\frac{6}{S} \times 100\%$	最大单项 偏差值 $d \cdot \text{cm}^2/\text{g}$	或然率 误差 $r = 0.6745 \times \sigma$	d/r
还原铁粉	62.5	1323(23.2), 1326(23.3), 1359(24.5), 1334(23.6), 1351(24.2), 1362(24.6)	1350	17.93	1.33	27	12.09	2.23
	62.6	1358(24.2), 1369(24.6), 1369(24.6)						
银粉	1*	12039(157.3), 12240(162.6), 12125(159.5), 12163(160.6), 12069(158.7), 12163(160.4)	12138	68.39	0.56	102	46.13	2.21
	86.8							

* 括号内的数值为渗透时间 (s)。

三、结论

用自制布莱恩空气透过法装置测量了羰基镍粉、电解铜粉、还原及电解铁粉和银粉的比表面，其值为 $690\text{--}26400\text{cm}^2/\text{g}$ ，平均粒径为

$0.26\text{--}11.1\mu\text{m}$ 。低温氮气吸附法 (BET法) 比表面为 $25.4\text{m}^2/\text{g}$ (平均粒径为 $0.027\mu\text{m}$) 的2号羰基镍粉已不适于本装置测量。

装置的测量重复性良好，相对标准误差小于2%。

参考文献

- 松山芳治、三谷裕康、铃木寿，*總説一粉末冶金学*，日刊工业新闻社，1972年
- И.М.федориенко и Р.А.Адриевский *Основы Порошковой Металлургии*, Кийев
Изд во АН УССР, 113, 1961
- 黄永书、沈邦儒，*粉末冶金技术*, 2(3), 41, 1984

MEASURING RANGES OF BLAINE'S AIR PERMEABILITY METHOD

Huang Yongshu

(Shanghai Institute of Metallurgy, Academic Sinica)

ABSTRACT The specific surface of nickel, iron, copper and silver powders in different sizes has been measured by using self-made Blaine's air permeability apparatus. The specific apparatus surface and average particle size obtained by above are in the ranges of $690\text{--}26400\text{cm}^2/\text{g}$ and of $0.26\text{--}11.1\mu\text{m}$ respectively, which are consistent with the upper and lower limits in the literature published.

出版消息

《第四届全国金属粉末学术会议论文集》已经出版发行。文集包括理论研究、铁粉工艺研究、铁精矿还原铁粉研究、合金钢粉研究、有色金属粉末研究、金属粉末应用研究、设备及测试技术、标准讨论及综述等部份，共计52篇论文约50万字，定价7.50元。欲购者请与北京西直门外钢铁研究总院邓开建联系。