

用激光粒度仪测试锌粉粒度的条件试验

姜 丹, 蔡晓兰

(昆明理工大学, 材料与冶金工程学院, 云南 昆明 650093)

摘 要:金属锌粉粒度的准确测定直接关系到锌粉的性能。本文研究了试样质量浓度, 超声分散时间和分散剂的加入对锌粉粒度测定结果的影响。结果表明: 试样质量浓度的低或高, 使粒度测试结果偏小或偏大; 超声分散明显的有利于粒子的分散, 有利于粒度的准确测定; 分散剂的加入, 能很好的提高测试结果的重现性。

关键词: 锌粉; 粒度; 分析条件

中图分类号: TF122 文献标识码: A

文章编号: 1006 - 6543(2009)01 - 0032 - 03

SIZE DETECTION OF POWDER BY ZINC LASTER PARTICLE SIZE MEASUREMENT

Jiang Dan, CAI Xiaolan

(Kunming University of science and technology, Yunnan, Kunming, 650093)

Abstract: The accuracy of size measurement of zinc particles depends on the characterization of particles. The influence of concentration of the sample, dispersing time and dispersant addition on the size measurement was studied. The results showed that the increase or decrease of concentration of the sample influenced the error of measured data. The increased dispersing time made size measurement more accurate. The addition of dispersant improved the reproducibility of measured results.

Key words: zinc; size detection; analyzing condition

在粉末冶金工艺控制和生产过程中, 金属粉末颗粒的特性对金属粉末的加工性能有着重大的影响, 在很大程度上, 它们决定着最终冶金材料和制品的性能^[1]。因此, 准确的测定粉末颗粒的特性成为保证粉末制品品质的重要手段。近年来, 激光粒度分析仪的使用愈来愈广泛, 这是因为激光测定粉体粒度具有速度快, 结果重现性好, 结果准确等特点。但是固相能否均匀分散于分散介质中是测量结果准确与否的关键, 需要选择合适的测试条件, 防止粒子在测试过程中出现粒子团聚, 多次散射, 出现气泡等。本试验采用了 Rise - 2002 型激光粒度分析仪测定锌粉的粒度, 研究样品质量浓度, 分析用一定的

超声波强度和分散时间以及分散剂的加入对锌粉粒度测定结果的影响规律, 在此基础上确定适宜的测定条件。

1 测试技术概述

激光光散射法是 20 世纪 70 年代发展起来的一种有效快速的测定粒度的方法。Rise - 2002 采用的是米氏散射法, 粒子的折射率是必备的参数, 测定前应确定下来。但是, 折射率是以复数的形式表达的, 实数部为光的折射, 虚数部为光的吸收。在光散射法测定中, 折射率对测定结果影响很大。折射率

的虚部是很难测定的,不可能得到正确的数据,另外在光散射法测定中,还要考虑适当的测试质量浓度。

2 实 验

2.1 试验试剂及仪器

锌粉(实验室生产提供);工业乙醇;Rise - 2002 型激光粒度分析仪(济南润之科技有限公司生产)。

2.2 仪器参数选择

锌粉颗粒折射率实部为 1.76,吸收率(虚部)为 0.05,分散剂乙醇的折射率为 1.361,且由于生产条件的限制,颗粒形状为不规则。

2.3 测试步骤

打开电脑后再把粒度仪打开,预热 15 - 20 min,进入运行颗粒测量分析系统,准确称取一定量的锌粉,加入适量的去离子水,放入超声波分散器中进行分散 5 - 10 min。然后在样品池中放入分散剂进行基准测试。最后进行粒度测试,计算机进行数据处理,输出分析结果。

3 结果与讨论

3.1 试样质量浓度对粒度测定结果的影响

金属锌粉颗粒不易溶于水,所以在测定粒度时可以先用乙醇作为分散剂来分散,但是以乙醇来作为分散剂的成本很高,所以可以采用蒸馏法回收循环使用。用锌粉试样分别配成不同质量浓度的 100 mL 悬浮液的试样,用超声波分散 10 min,然后进行粒度测定。实验结果见表 1。

表 1 不同试样质量浓度下的体积平均粒径(D₅₀)值

试样质量浓度 c /g · L ⁻¹	0.25	0.5	1.00	1.50	1.75
D ₅₀ /μm	21.1	23.9	24.3	28.3	31.1

实验结果表明:试样质量浓度小于 0.5g/L 时,所测的粒径数值较小;试样质量浓度大于 1.00 g/L 后,粒子粒径数值逐渐增大。为考察不同试样质量浓度下所测粉体粒度的变化幅度,特地研究计算粒径变化幅度与试样质量浓度间的关系(图 1)。由图所示来确定最佳试样质量浓度。

图 1 的结果表明,试样质量浓度在 0.25 g/L 到 0.5 g/L,平均粒径变化幅度最大,而在 1.5 g/L 以上时,平均变化幅度随试样质量浓度的增大而增大。由图中曲线可知,在 0.25 g/L 到 0.5 g/L 时曲

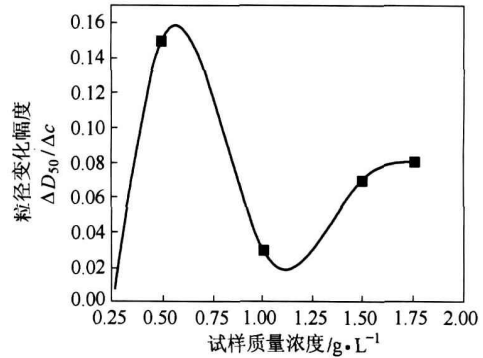


图 1 粒径变化幅度与试样质量浓度间 (D₅₀/ c) 的关系

线变化幅度很大。原因可能是由于测试过程中样品量太少导致测量的随机误差造成的。而在 1.5g/L 以后曲线上升可知,主要是在测量过程中存在颗粒的多次散射和粒子团聚导致测定结果偏大^[2-3]。所以样品质量浓度在 1 - 1.5 g/L 为最佳值。

3.2 超声时间对粒度测定结果的影响

基于实际情况,采用 750 w 的超声波(粒度仪自带)来进行分散。根据操作手册一般超声波处理样品的时间为 3 - 5 min^[4]。但对于不同的样品,粒子的粒径不同,粒子间作用力不同,因而需要选择合适的时间^[5]。配制成 0.5 g/L 的锌粉试样,分别用 750w 的超声波分散 5 min、10 min、15 min、20 min、25 min,试样分别记为 1 号、2 号、3 号、4 号、5 号,测定粒度分布试验结果如图 2 所示。

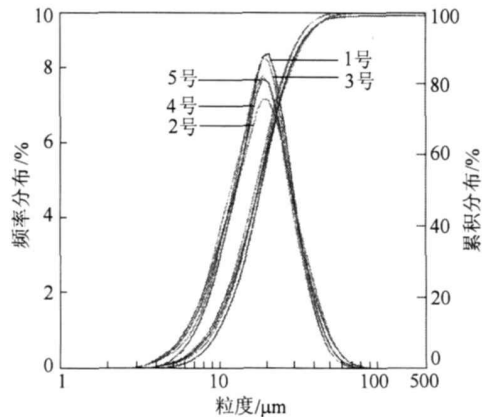


图 2 不同分散时间粒度结果比较图

由试验结果可知,不同时间试样的粒度分别为 18.34 μm、17.66 μm、17.65 μm、17.69 μm、16.89 μm,产生这些差别,主要是由于外场的作用时间不同导致粒子间团聚的破坏程度不同^[6]。结果表明:随着超声分散时间的增加,粉体的平均粒径变小,5 min 时测定数值较大;10 - 20 min 时数值变化不明显且趋于稳定;25 min 后数值又发生较大变化,分散 10 min

后,粒径变化不明显,结果较为准确,取其为最佳。

3.3 乙醇的加入量对锌粉粒度测试结果的影响

粒度测量时,团聚粉体的分散是寻找一次粉体分散的重要条件,如果粉体物料没有充分分散,即使使用很精密的仪器,也得不到精确的测量结果^[7]。本试验以乙醇作为分散剂,使用相同数量的锌粉,分别加入 10mL 和不加入分散剂,用超声波分散 10 min,试样分别为 1 号、2 号,结果如图 3 所示。

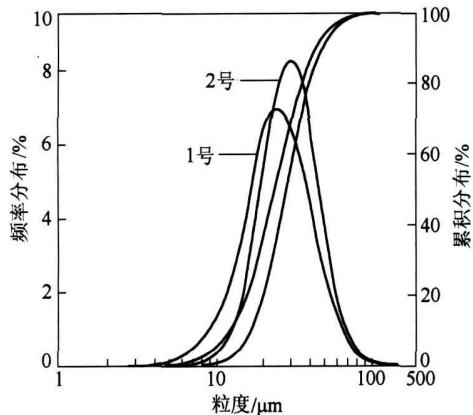


图 3 1 号、2 号试样粒度分布比较

实验结果表明:1 号、2 号试样分别为加入 10mL 分散剂和不加入分散剂的粒度,结果分别为 23.74 μm、28.29 μm。不加分散剂乙醇,测试出的样品粒径偏大,而加入分散剂结果重现性较好,且得出的粒径较小。这是由于分散剂的加入,改变了锌粉在水中的界面性质,改变了粒子间的作用形式,减少了团聚现象。

4 结 论

(1) 激光粒度仪测定粒度分布时,在测试试样中

选择合适的试样质量浓度、控制超声波处理的时间和分散剂的加入,均能改善粉末的分散度,从而提高测试结果的准确性。

(2) 锌粉试样质量浓度太大或太小都会影响最后测试结果的准确性。当试样质量浓度小于 0.5 g/L 时,测定的数值太小,且变化幅度较大;当试样质量浓度大于 1 g/L 后测定的数值又逐渐增大;所以取粒度值趋于稳定的质量浓度区间 0.5 - 1 g/L 为最佳。

(3) 分散试验结果表明:加入 10 mL 乙醇后,在 750 w 超声波中分散 10 min 时测定的粒度数值重现性有所提高,结果较准确。

参考文献

- [1] 王盘鑫. 粉末冶金学[M]. 北京:冶金工业出版社, 1997.
- [2] 郭瑶庆,朱玉霞,宿艳芳等. 激光散射法测定催化裂化催化剂粒度分布的影响因素[J]. 石油冶炼与化工, 2005,36(3):55-60.
- [3] Javanand C, Cladwell N R, Gowldby s J, et al. Experimental and theoretical values of the ultrasonic properties of dispersions, Effect of particle state and size distribution[J]. Ultrasonic, 1991, 29(4):331-337.
- [4] 黄惠忠,等. 纳米材料分析[M]. 北京:化学工业出版社, 2003:263-274.
- [5] Taramasso M, perego G, Notari B. Preparation of porous Crystalline Synthetic Material Comprised of Silicon and Titanium Oxides[P]. US, US4410501, 1983.
- [6] 刘桂华,张玉敏. 激光粒度分析中粉体分散方法的研究[J]. 兵器材料科学与工程, 2002, 25(5):55-60.
- [7] 卢寿慈. 粉体技术手册[M]. 北京:化学工业出版社, 2004.

·网络信息·

欧洲粉末冶金协会发行新版粉末冶金宣传手册

中图分类号:TF12 文献标识码:D

欧洲粉末冶金协会开始发行第六版粉末冶金宣传手册,新版粉末冶金宣传手册共 32 页,采用彩色印刷,是由 David Whittaker 在欧洲粉末冶金协会原来使用的粉末冶金宣传手册(1992 年由 Gordon Dowson 编写)的基础上改编而成。在新版粉末冶金宣传手册中增加了一些新的图片和文字说明材料,第六版粉末冶金宣传手册中的内容有:粉末冶金零件种类、生产方法和粉末冶金零件的性能,总结了使用粉末冶金工艺生产一些产品的优点,第六版粉末冶金宣传手册中还有对金属粉末生产技术和金属注射成形技术的简要说明。粉末冶金宣传手册对欧洲地区的居民是免费发送的,需要粉末冶金宣传手册的人可以通过欧洲粉末冶金协会的网站(<http://www.epma.com/onlinepublications>)订购,也可以与欧洲粉末冶金协会的秘书 Talbot House 联系。

孙世杰译自《Powder Metallurgy》,2008,51(1):4