

# 粉体检测业务

## 1. 粉体概念

与大块固体相比较，相对微小的固体称之为颗粒。根据其尺度的大小，常区分为颗粒 (particle)、微米颗粒 (micronparticle)、亚微米颗粒 (sub-micronparticle)、超微颗粒 (ultramicroparticle)、纳米颗粒 (nano-particle) 等等。这些词汇之间有一定的区别，目前正在建立相应的标准进行界定。通常粉体工程学研究对象，是尺度界于  $10^{-9}\text{m}$  到  $10^{-3}\text{m}$  范围的颗粒。

根据各个产业中粉体加工对象的不同，粉体工程学已广泛应用到建材、机械、能源、塑料、橡胶、矿山、冶金、医药、食品、饲料、农药、化肥、造纸、资源、环保、信息、航空、航天、交通等几乎国民经济发展的各个领域。

颗粒的性质决定了粉体的性质，粉体工程学涉及的基本理论主要研究颗粒的体相性质 (粒径与分布、形状、比表面积与孔径测试、堆积特性)；颗粒的表面与界面性质 (表面的不饱和性、表面的非均质性、表面能等)；颗粒表面的润湿性 (润湿类型、接触角与临界表面张力、亲液/疏液性等)；颗粒表面的动电性质 (表面电荷起源、颗粒表面电位与吸附特性等)；颗粒表面的化学反应 (类型与机理与反应动力学) 等物性与特性。

## 2. 粉体测试分析

随着新材料产业的迅速发展，各种粉体材料与粉体测试技术日益受到人们的关注。掌握粉体测试技术对开发和生产各种新型粉体材料具有非常重要的意义。目前粉体的体相性质被广泛应用于检测粉体。

### 2.1 粉体的体相性质测试

粉体的体相性质包含粉体的形貌、大小与分布、比表面积与孔径测试、堆积特性等。

#### 2.1.1 粉体形状

固体颗粒除极少数情况外，大都为非球形，具有复杂的形状，且各颗粒间的形状也不相同，为此各固体颗粒以及颗粒系的表征比较复杂。颗粒的形状可以用球形度、长径比等来表征。球形度定义为周长的平方与 4 倍面积的比。长径比指的是颗粒界面两点之间最长的距离与最短距离的比。

我们实验室常用的颗粒形貌分析仪器是颗粒图像分析仪，有动态和静态两种。静态颗粒图像分析仪 (图一) 观测直观、数据丰富，但取样数量少，测试代表性不强。动态颗粒图像仪 (图二) 是近年发展起来的，相比于静态颗粒图像仪，有诸多优势。动态颗粒图像仪采用了鞘流技术的动态粒度粒形分析系，具有搅拌、超声分散等功能，仅需将样品放到烧杯里制成一定浓度的悬浮液就可以进行粒度分析，在拍摄图像的同时电脑对颗粒进行快速识别和处理，在屏幕上实时显示每个颗粒的图像和粒度粒形数据。另实验室还有扫描电镜，可以对粉末颗粒进行更细微的表征分析。



图一：静态颗粒图像分析仪



图二：动态颗粒图像分析仪

#### 2.1.2 粉体粒径与分布

粒度分布通常是指某一直径或某一粒径范围的颗粒在整个粉体中占多大的比例。它可用简单的表格、绘图和函数形式表示颗粒群粒径的分布状态。颗粒的粒度、粒度分布及形状能

显著影响粉末及其产品的性质和用途。颗粒的形状通常为非球形，难以直接用直径表示其大小，因此在颗粒粒度测试领域，对非球形颗粒通常以等效粒径来表征颗粒的粒径。等效粒径是指一个颗粒的某一物理特性与同质球形颗粒相同或相近时，就用该球形颗粒的直径代表这个实际颗粒的直径。粒径测试方法包含多种如下表：

表：常用粒度测试方法

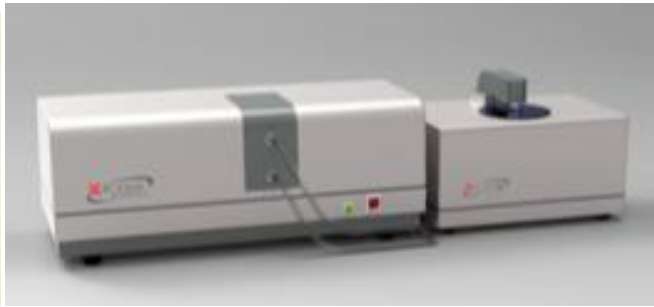
方法	大致粒度范围 (um)	测量依据的性质或效应	表达的粒度	直接的分布
筛分法(微目筛)	5-40	筛孔	D 筛	质量(体积)
光学显微镜	0.25-250	颗粒投影像的某种尺寸或某种相当尺寸	Da, df, dm 等	个数
电子显微镜	0.001-5			
全息照相	2-500			
激光：光散射、消光；X 光小角度散射	0.002-200 0.005-0.1	颗粒对光的散射或消光；颗粒对 X 光的散射	同效应的球直径	质量(体积)或个数
重力沉降	2-100	沉降效应：沉寂量、悬浮液的浓度、密度或消光等随时间和位置的变化	同沉降速度的球直径，在层流区即 dst	质量(体积)
离心沉降	0.01-10			
电传感法	0.4-800	颗粒在小孔电阻传感区引起的电阻变化	体积直径 dv，单常为同效应的球直径	个数
气体吸附		床层中颗粒表面对气流的阻力；在颗粒表面的吸附		/
气体透过				

其中激光法是用途最广泛的一种方法，是现代粒度测量的主要方法之一。

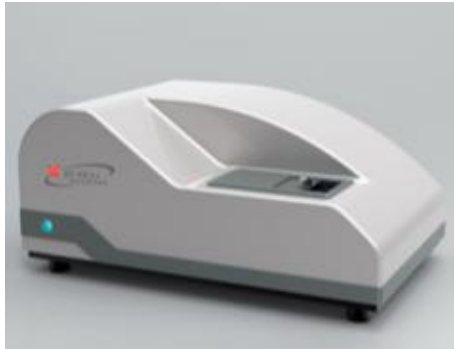
目前实验室拥有振动筛分机、重力沉降式颗粒分析仪（图三）、气体透过法粒度测定仪、激光粒度仪（图四）、纳米激光粒度分布仪（图五）、干湿两用激光粒度仪（图六）等。激光粒度分析仪是根据广德散射原理测量粉颗粒大小的，是一种比较通用的粒度仪。其特点是测量的动态范围宽、测量速度快、操作方便，尤其适合测量粒度分布范围宽的粉体和液体雾滴。可以根据不同需求对样品进行分析。



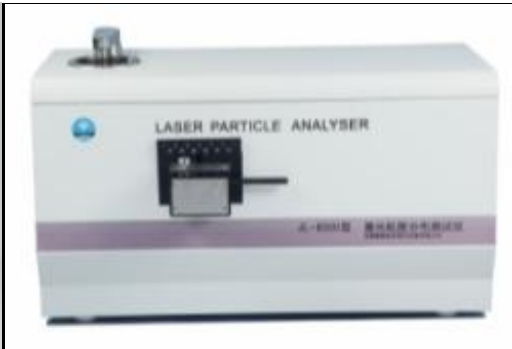
图三：重力沉降式颗粒分析仪



图四：激光粒度仪



图五：纳米激光粒度分布仪



图六：干湿两用激光粒度仪

2.1.3 比表面积与孔径测量

比表面积是指单位质量物料所具有的总面积。

比表面积测试方法主要分连续流动法（即动态法）和静态容量法。

动态法是将待测粉体样品装在 U 型的样品管内，使含有一定比例吸附质的混合气体流过样品，根据吸附前后气体浓度变化来确定被测样品对吸附质分子的吸附量。

静态法根据确定吸附量方法的不同分为重量法和容量法。重量法是根据吸附前后样品重量变化来确定被测样品对吸附质分子的吸附量，由于分辨率低、准确度差、对设备要求高等缺陷已很少使用；容量法是将待测粉体样品装在一定体积的一段封闭的试管状样品管内，向样品管内注入一定压力的吸附质气体，根据吸附前后的压力或重量变化来确定被测样品对吸附质分子的吸附量。

另超微粉体的微观特性不仅表现为表面形状的不规则，很多还存在孔结构。孔的大小、形状及数量对比表面积测定结果有很大的影响，同时孔材料体积大小及孔径分布规律对材料本身的吸附、催化及稳定性等有很大的影响。因此，测定孔容积大小及孔径分布规律是粉体材料性能测试的重要领域，且与比表面积测定密切相关。

孔径分布是指不同孔径的孔容积随孔径尺寸的变化率。通常根据孔平均半径的大小将孔分为三类：孔径 $\leq 2\text{nm}$  为微孔，孔径在  $2\text{--}50\text{nm}$  为中孔，孔径 $\geq 50\text{nm}$  为大孔。中孔和微孔采用气体吸附法测定，大孔采用压汞法测定。

实验室拥有比表面积仪、数显勃氏透气比表面积仪（图八）和全自动比表面积及孔隙分析仪（图七）。全自动比表面积及孔隙分析仪可同时进行一个样品的分析和两个样品的制备，可进行单点、多点 BET 比表面积、Langmuir 比表面积、BJH 中孔、孔分布、孔大小及总孔体积等的多种数据分析。



图七：全自动比表面积及孔隙分析仪



图八：数显勃氏透气比表面积仪

#### 2.1.4 堆积特性

粉体是由颗粒组成的集合体，粉体的堆积特性可理解为粉体的休止角、崩溃角、差角、平板角、分散度、松装密度、振实密度、压缩度、孔隙率、凝结度、均齐度、流动性指数、喷流行指数各参数的集合体。

休止角：静平衡状态下，粉体自然堆积斜面与水平面所夹锐角叫做休止角，他是通过电磁振动方式是粉体自然下落到特定平台上形成的。休止角大小直接反映粉体的流动性，休止角越小流动性越好，休止角越大流动性越差。休止角也称安息角或自然坡度角。

崩溃角：崩溃角是对测量休止角时堆积的粉体以一定的外力冲击，这时堆积粉体表面就可能产生崩塌，崩塌后粉体堆积斜面与水平面所夹锐角称为崩溃角。崩溃角越小，粉体的流动性越好。

差角：休止角与崩溃角之差称为差角。差角越大，粉体的飞溅性越强。

平板角：将埋在自然堆积粉体中的平板垂直向上提起，粉体在平板上的自由表面(斜面)和水平面之间的夹角与受到一定冲击后的夹角的平均值称为平板角。平板角越小，粉体的流动性越好。一般地，平板角大于休止角。平板角也称为抹刀角。

松装密度：松装密度是指粉体在特定容器中处于自然充满状态后的密度。

振实密度：振实密度是指一定质量(或体积)的粉体在填满特定容器后，对容器进行一定强度、次数的振动，从而压缩颗粒间的空隙，使粉体处于紧密状态。这时的粉体密度叫振实

密度。

**压缩度：**压缩度是指粉体的振实密度与松装密度之差与振实密度之比。压缩度越小，粉体的流动性越好。压缩度也称压缩率。

**分散度：**从一定高度投下一定量的粉体后，飘散到接料盘外的量占所投粉体总量的百分比。分散度就是粉体在空气中的飘散程度。分散度与粉体的分散性、飘散性和飞溅性有关。如果分散度超过 50%，说明该样品具有很强的飘散倾向。

**空隙率：**空隙率是指粉体中的空隙占整个粉体体积的百分比。空隙率因粉体的颗粒粒径、形状、排列结构等因素的不同而变化。颗粒为球形时，粉体空隙率为 40%左右；颗粒为超细或不规则形状时，粉体空隙率为 70~80%或更高。

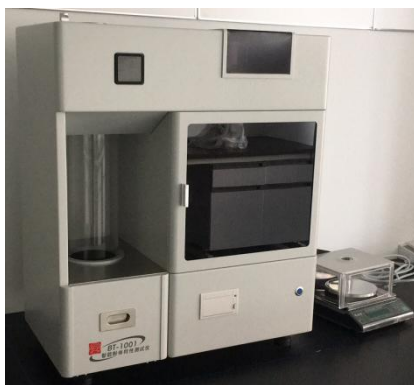
**均齐度：**均齐度是粒度分布的 D60 和 D10 的比值。

**凝集度：**在一定时间内，使用标准筛给粉体特定的振动后，称取筛上残留团聚物的质量进行计算。凝集度越大，粉体的流动性越差。凝集度适用于易团聚的细粉。

**流动性指：**流动性指数是休止角、压缩度、平板角、均齐度或凝集度等项指数的加权和。

**喷流性指数：**喷流性指数是流动性指数、崩溃角、差角、分散度等项指数的加权和。

实验室常用智能粉体特性测试仪（图九）完成以上各参数的测量与计算。该仪器的特点是智能化程度高、一机多用、操作简便、重复性好、测定条件灵活多样、适合多种标准等，该仪器的研制成功，为粉体物性精确测量提供了一个科学的手段。



图九：智能粉体特性测试仪

### 3. 粉体其他测试

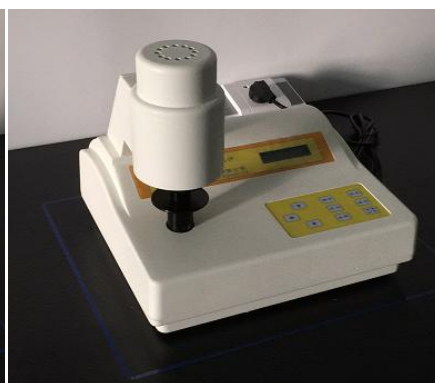
#### 3.1 水分测试

粉体的含水量会影响其储存、使用性能等多方面，水分测试是粉体工业中必要的环节之一，失重法是物理的方法测试水分最常用的方法。

实验室常用水分仪（如图十）测试粉体水分含量，具有自动称重显示系统，人性化系统操作，自动校准功能、自动测试模式，取样、干燥、测定一机化操作。应变式混合气体加热器，更短时间内达到更大加热功率，在高温下样品快速被干燥，测定精度高、时间短、无耗材、操作简便，不受环境、时漂、温漂因素影响，无需辅助设备等优点。



图十：水分仪



图十一：白度计



### 3.2 白度测试

其光学原理是使用半导体光源发出的蓝色光线直接进入积分球,蓝色光线在积分球内壁漫反射后,照射在测试口的样品上,由样品表面反射的光谱经聚光镜、光栏、滤色片组后由硅光电池接收转换成电信号;另有一路硅光电池接收球体内的基底信号。

实验室中常用白度计(如图十一)测量粉体的白度,白度表示物质表面白色的程度,以白色含有量的百分率表示。测定物质的白度通常以 氧化镁为标准白度 100%,并定它为标准反射率 100%,以 蓝光照射氧化镁标准板表面的反射率百分率来表示试样的蓝光白度;用红、绿、蓝三种滤色片或三种光源测出三个数值,平均值为三色光白度。反射率越高,白度越高,反之亦然。测定白度的仪器有多种,主要是光电白度计,标准不完全相同。习惯上把白度的单位“%”作为“度”的同义词,如 新闻纸的白度为 55%~70%(即 55~70 度)。

### 3.3 色差测试

色差计是一种简单的颜色偏差测试仪器,即制作一块模拟与人眼感色灵敏度相当的分光特性的滤光片,用它对样板进行测光,关键是设计这种感光器的分光灵敏度特性,并能在某种光源下通过电脑软件测定并显示出色差值。

全自动色测色差计一种性能优越,用途广泛而又操作方便的测色仪,适用于测定各种物体的反射色,可以测试物体的白度,色度以及两种物体的色差,检测结果直接出现在显示屏上。

### 3.4 吸油值测试

在一定的试样中添加逐步添加试剂油质,充分搅拌成团状体,且无过量的试剂浸出,以增加试剂的质量计算试样的吸油量。

吸油值测试套装根据粉体吸油量前后质量变化,测出粉体的吸油值。

