

钨、钼粉末粒度分布测试方法 (沉降天平法)

UDC 669.27+669
.28:620.18

GB 4195-84

Method for measuring the distribution of the
powder size of tungsten and molybdenum
method by the balance for the fall of the particles

本标准适用于钨钼等粉末的平均粒度及粒度分布的测定。本标准方法最适宜的测量范围为
1~40 μm 。

1 定义、原理

1.1 定义

1.1.1 粉末群粒度分布：粉末体中不同大小颗粒所占的百分比，通常称为粉末群的粒度分布。用本方法测定时，是以重量百分比表示粉末群的粒度分布。

1.1.2 平均粒度：粉末颗粒的平均粒径，也称为粉末群的平均粒度。用本方法测定时，以体积法平均粒度表示。

1.2 原理

根据球形粉末颗粒在静止液体介质中受本身重力作用发生沉降，而介质对粉末的浮力和介质阻止粉末下降的摩擦力与重力这三者之间达到平衡时，粉末粒子将匀速下沉。这时，粒子大小同沉降速度的关系，用斯托克斯公式表示：

$$v = \frac{h}{t} = \frac{d^2 (\rho_1 - \rho_2) g}{18\eta \times 10^8} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：d——粉末颗粒的直径， μm ；

v——粉末颗粒下沉的速度， cm/s ；

h——沉降高度， cm ；

g——重力加速度， cm/s^2 ；

t——沉降时间，s；

η ——液体介质的粘度， $\text{g/cm}\cdot\text{s}$ ；

ρ_1 ——粉末颗粒的真密度， g/cm^3 ；

ρ_2 ——液体介质的密度， g/cm^3 。

2 仪器、材料

2.1 沉降天平 (KCT-1型，分度值 2 mg)

2.2 电动搅拌器、超声波振动器

2.3 分析天平

2.4 液体比重天平 PE-A-5 型

2.5 恩格列尔粘度计

2.6 秒表

2.7 烘箱

- 2.8 蒸馏水或去离子水
2.9 六偏磷酸钠或焦磷酸钠(分析纯)
2.10 无水乙醇(分析纯)

3 试验前的准备

- 3.1 试样预处理: 对于表面已经污染的粉末, 须用苯进行超声波清洗。
3.2 取样: 按四分法取样。
3.3 烘干: 烘干温度110℃, 保温30分钟。
3.4 试样重量: 试样应按公式(2)的计算结果进行称重。

$$W = \frac{M\rho_1}{\rho_1 - \rho_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: M ——沉降天平的最大称量, mg;

W ——试样重量, mg。

3.5 介质溶液的制备: 一般情况钨、钼粉直接选用蒸馏水或去离子水作介质溶液; 对于粒度偏粗的粉末(平均粒度大于15μm), 用10%的甘油水溶液, 并测定介质溶液的粘度和密度。

3.6 分散剂的制备: 分散剂用10%六偏磷酸钠水溶液。

3.7 悬浮液的制备: 将称好的试样放入研钵中, 加入少量的沉降液轻轻地研磨(研磨力要足以破散结块, 而不能破坏粉末的结构, 通常以经验确定), 然后将其倒入小烧杯或适宜的试管中(用沉降液冲洗研钵), 用电动搅拌器搅拌20分钟左右, 然后用超声波振动分散大约20分钟, 最后倒入沉降筒。

4 测定步骤

- 4.1 将制好的悬浮液倒入沉降筒并加沉降液至规定高度, 加5~10滴分散剂。
4.2 用称量盘在沉降筒内上下移动15次左右, 边移动, 边转动, 使悬浮液均匀一致。
4.3 迅速将称量盘挂在天平的称钩上, 立即开启天平, 当颗粒沉降到称量盘上时, 开始自动记录。
4.4 试验结束后, 剪取沉降曲线。
4.5 用吸管将沉降筒内称盘上方的悬浮液小心抽出, 摇匀后取抽出量的1/5, 烘干, 求得悬浮液中未沉降颗粒的总重量 $W_{未}$ (mg)。

5 计算

5.1 根据记录的沉积量累计曲线进行计算, 用曲线尺连结累计曲线各小阶梯顶点作出圆滑曲线, 即沉降曲线。并以开始的一点为原点作出沉降曲线的直角坐标, 曲线纵坐标表示时间, 横坐标表示沉积量。

5.2 应用公式(3)计算一定粒径的颗粒所需要的沉降时间 t_i 。

$$t_i = \frac{18 \times 10^8 \eta}{g(\rho_1 - \rho_2)} \cdot \frac{h}{d_i^2} \dots\dots\dots (3)$$

式中: $i = 1, 2, 3, \dots\dots$;

d_i ——为求得对试样粒径分布而预先假定的值。

5.3 按记录纸移动的速度(0.0833mm/s), 求出 $t_1, t_2, t_3, \dots\dots, t_i$, 在纵坐标上相对应的坐标点, 通过各点作横坐标上的平行线与曲线相交, 过各交点作曲线的切线, 记下各点在横坐标上所占的距离($\Delta x_1, \Delta x_2, \Delta x_3, \dots\dots, \Delta x_i$, cm), 表示各级颗粒所占的沉积量。

5.4 求称盘上方参与沉降的悬浮液中未沉颗粒重量对应于横坐标的距离 $x_{悬}$ (cm)。

$$x_{悬} = W_{未} \cdot \frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_1} \cdot \frac{D'^2}{D^2} \cdot \frac{s}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: $W_{未}$ ——测定终止时悬浮液中未沉颗粒的总重量, mg;

D' ——称盘直径, cm;

D ——沉降筒直径, cm;

s ——对应加载一格横向移动距离, 1.6 mm;

m ——加载一格的含量, 5 mg。

注: 若加有分散剂, 则:

$$W_{\text{未}} = W_{\text{悬}} - W_{\text{分}}$$

其中: $W_{\text{分}} = V_{\text{悬}} Q$

$V_{\text{悬}}$ ——称盘上方悬浮液体积;

Q ——悬浮液中分散剂的重量百分比;

$W_{\text{分}}$ ——称盘上方悬浮液中分散剂的重量;

$(\rho_1 - \rho_2) / \rho_1$ ——为液体浮力对粉末重量的影响系数。

5.5 计算参与沉降的总重量对应于横坐标上的距离 x_{100} (cm)。

$$x_{100} = x_{\text{沉}} + x_{\text{悬}} \dots\dots\dots (5)$$

$$x_{\text{沉}} = W_{\text{沉}} \cdot \frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_1} \cdot \frac{s}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: $x_{\text{沉}}$ ——为称盘内沉降的重量对应于横坐标距离, cm;

$W_{\text{沉}}$ ——最终沉降在称盘内粉末的重量, mg。

注: 作图求 x_{100} ; 对于钨、钼这类密度大的样品用延长试验时间的办法较容易获得。只要从沉降曲线上试验终止之点作横坐标的垂线, 其交点在横坐标上所占的距离为 $x_{\text{沉}}$, 因为此时悬浮液中几乎不存在粉末粒子, 所以 $x_{\text{沉}} = x_{100}$, 这样整个数据处理计算就要简化多了。

5.6 计算试样某粒度范围 ($d_i > d > d_{i+1}$) 所占的百分比 C_i 。

$$C_i = \frac{\Delta x_i}{x_{100}} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

$$\Delta x_i = x_{i+1} - x_i$$

式中: $i = 1, 2, 3, \dots\dots$;

Δx_i ——为某粒度范围对应于横坐标上的距离。

5.7 按体积计算的平均粒径:

$$d = \sum C_i \cdot \frac{d_i + d_{i+1}}{2}$$

式中: C_i ——任何第 i 组的相对体积百分比 (重量百分比)。

6 精密度

本方法的精密度为 3%。

附录 A
(参考件)

A.1 动力粘度系数的计算

斯托克斯公式中所使用的粘度系数为动力粘度系数, 因此利用恩氏粘度计测出介质溶液的粘度后, 必须换算成动力粘度系数, 其换算公式如下:

$$E_t = \frac{T_t}{T_{H_2O}} \quad \text{..... (A 1)}$$

式中: E_t —— 温度 t °C 时的条件粘度;

T_t —— 温度 t °C 时溶液流过的时间, s;

T_{H_2O} —— 温度 20 °C 的水流过的时间, s;

$$\eta = \left(K_1 E_t - \frac{K_2}{E_t} \right) \rho \quad \text{..... (A 2)}$$

式中: η —— 动力粘度, g/cm · s;

ρ —— 温度 t °C 时溶液的密度, g/cm³;

K_1, K_2 —— 条件粘度与动力粘度系数的换算系数 ($K_1 = 0.0731$, $K_2 = 0.0631$)。

注: 运动粘度系数是物质粘度系数与密度的比, $\nu = \frac{\eta}{\rho}$, 以 cm²/s 表示之。即, $(K_1 E_t - \frac{K_2}{E_t})$ 的单位为 cm²/s。

A.2 计算举例

试样名称	钨粉 (76批)
试样重量	528 mg
沉降液	蒸馏水
记录纸移动速度	0.0833 mm/s
仪器分度值	$m = 5 \text{ mg}$
室 温	25 °C
测定沉降液高度	$H = 20 \text{ cm}$
25 °C 时沉降液粘度	$\eta = 0.0089 \text{ g/cm} \cdot \text{s}$
25 °C 时沉降液密度	$\rho_2 = 0.99707 \text{ g/cm}^3$
试样密度	$\rho_1 = 19.3 \text{ g/cm}^3$
重力加速度	$g = 980 \text{ cm/s}^2$
最终沉降量 = $W_{\text{悬}} + W_{\text{沉}}$	$= 408.7 \text{ mg} (= 0.4087 \text{ g})$
具体计算:	

A.2.1 应用沉降公式计算一定粒径颗粒所需的沉降时间:

$$t = \frac{18 \times 10^8 \eta}{980 (\rho_1 - \rho_2)} \cdot \frac{H}{d^2} = \frac{18 \times 10^8 \times 0.0089 \times 20}{980 (19.3 - 0.99707) d^2}$$

$$= 1.7863 \times 10^4 \times \frac{1}{d^2}$$

(d —— 颗粒尺寸, μm ; t —— 沉降时间, s)

求不同粒径的沉降时间对应于纵坐标的距离:

$$y = 0.0833 \times t = 0.0833 \times 1.7863 \times 10^4 \times \frac{1}{d^2}$$

设 $d_1 = 13 \mu\text{m}$

$$\text{测 } y_1 = 1.7863 \times 10^4 \times 0.0833 \times \frac{1}{13^2} = 8.8 \text{ mm}$$

$$\text{设 } d_2 = 10 \mu\text{m}$$

$$\text{测 } y_2 = 1.7863 \times 10^4 \times 0.0833 \times \frac{1}{10^2} = 14.9 \text{ mm}$$

依此类推计算:

$$\text{设: } d_3 = 8 \mu\text{m} \quad y_3 = 23.2 \text{ mm}$$

$$d_4 = 6 \mu\text{m} \quad y_4 = 41.3 \text{ mm}$$

$$d_5 = 4 \mu\text{m} \quad y_5 = 93.0 \text{ mm}$$

$$d_6 = 3 \mu\text{m} \quad y_6 = 165.3 \text{ mm}$$

$$d_7 = 2.5 \mu\text{m} \quad y_7 = 238.1 \text{ mm}$$

按计算方法作图求得:

$$\Delta x_1 = 15.0 \text{ mm} \quad \Delta x_5 = 380 \text{ mm}$$

$$\Delta x_2 = 6.0 \text{ mm} \quad \Delta x_6 = 8.8 \text{ mm}$$

$$\Delta x_3 = 12.8 \text{ mm} \quad \Delta x_7 = 17.9 \text{ mm}$$

$$\Delta x_4 = 38.2 \text{ mm}$$

A.2.2 最终沉降量对应于横坐标上距离 x_{100} 的确定:

$$x_{100} = 130.72 \text{ mm}$$

注: x_{100} 对钨钼来讲, 用延长沉降时间的办法求得最终沉重后, 它在横坐标上的投影即是 x_{100} 。这样做较为方便和准确, 不必要照标准中所介绍的方法做, 这样试验周期便大为缩短。

A.2.3 计算试样中某粒径范围所占的百分比:

$$C_i = \frac{\Delta x_i}{x_{100}} \times 100\%$$

试验结果见下表和图 A 1 ~ A 3。

粒径 (μm)	<2.5	2.5~3	3~4	4~6	6~8	8~10	10~13
含量 %	9.1	6.7	29.0	29.2	9.7	4.5	11.4
累计 %	9.1	15.8	44.8	74.0	83.7	88.2	99.6
平均粒径 μm	6.29						

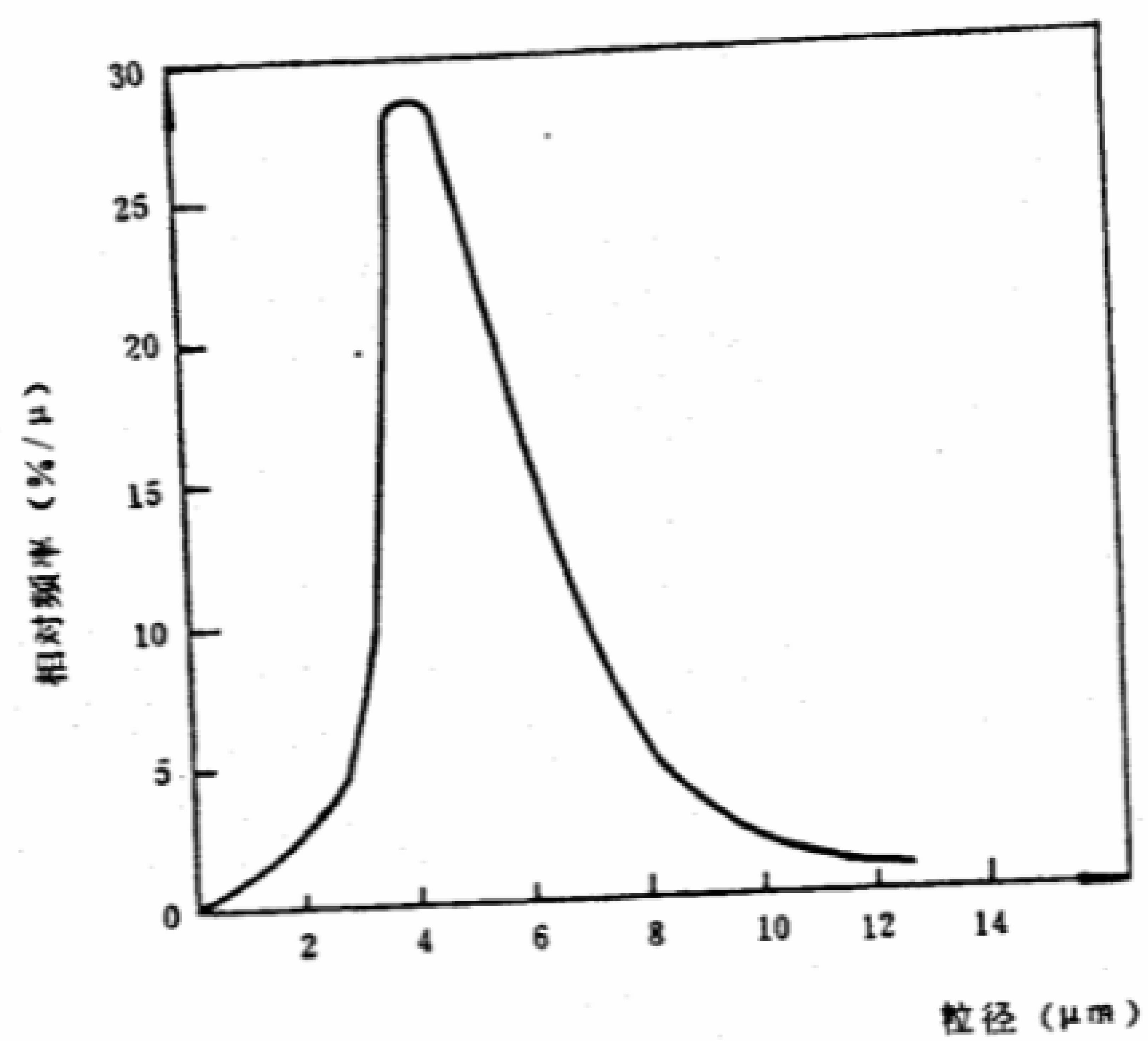


图 A1 粒度分布曲线

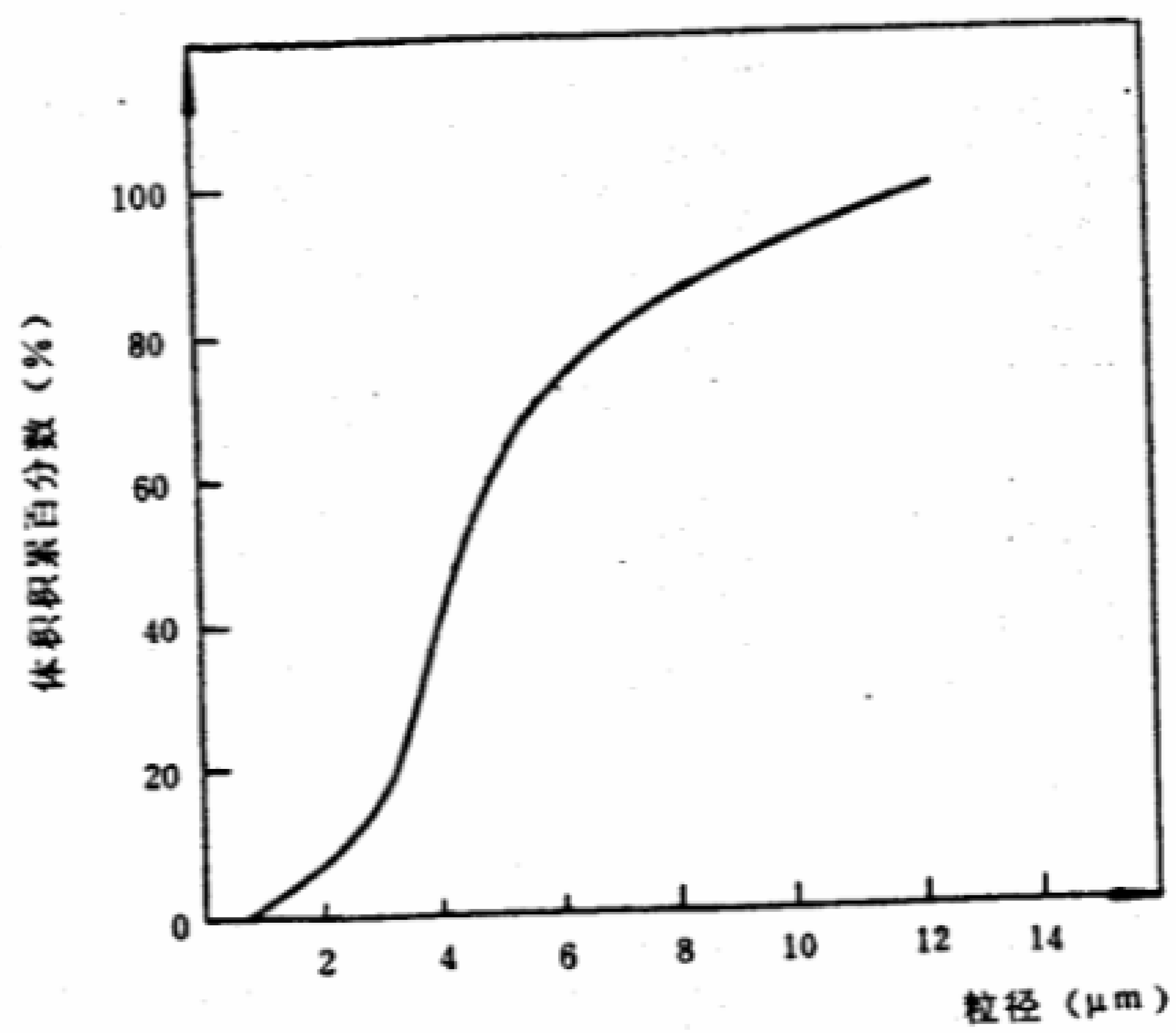


图 A2 粒度累计曲线

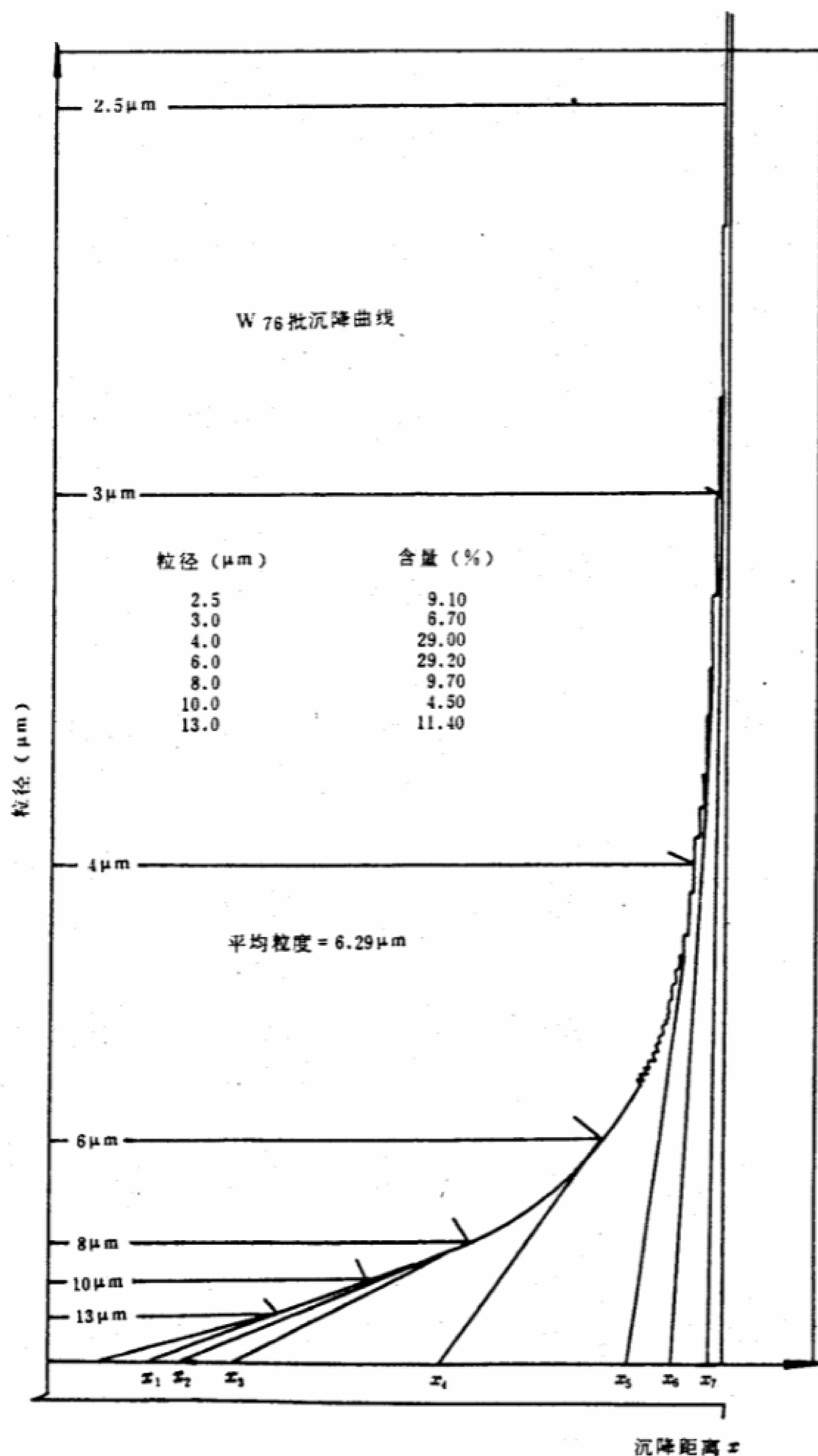


图 A3 沉降曲线

附加说明:

本标准由电子工业部标准化所提出。

本标准由电子工业部770厂起草。

本标准主要起草人孙学法。