

岛津离心粒度分析仪测量模式的比较

谭立新^{1,2}, 余志明¹, 蔡一湘²

(1. 中南大学 材料科学与工程系, 湖南 长沙 410083; 2. 广州有色金属研究院, 广东 广州 510651)

摘要: 分别对沉降式离心粒度分析仪的自然沉降与混合沉降以及混合沉降与离心沉降进行了比较试验, 结果表明, 当最大粒径值达到混合沉降测量模式的上限, 即临界粒径值时, 应对两种测量模式进行比较试验, 才能从中选出最佳测量模式; 对超细粉体而言, 4 μm 以下的颗粒才适合选用离心沉降模式, 最大粒径大于 4 μm 时, 应用混合沉降模式测量。

关键词: 粒度分析; 粒度分布; 沉降模式;

中图分类号: TB302.1 **文献标志码:** A

文章编号: 1008-5548(2009)04-0069-03

Comparative Experiment of Measuring Mode for Centrifugal Particle Size Analyzer

Tan Lixin^{1,2}, Yu Zhiming¹, Cai Yixiang²

(1. College of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083; 2. Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

Abstract: A comparative experiment was made for the natural sedimentation and mixed sedimentation as well as mixed sedimentation and centrifugal sedimentation by the centrifugal particle size analyzer. The results showed that two measuring mode should be made comparative experiment so as to select the best measuring one when the biggest particle diameter value was up to the upper limit of measuring mode of mixed sedimentation or the critical particle diameter value. As for the ultrafine powder, the particle below 4 μm was suitable for centrifugal sedimentation while the particle over 4 μm was best for mixed sedimentation.

Key words: particle size analysis; particle size distribution; measuring modes of sedimentation

通常用日本岛津离心粒度分析仪进行粒度分析检验时, 常遇到一种粒径的粉体同时符合多种不同测量模式条件的情况。这时, 是任选一种测量模式即可准确的测定粉体的粒度分布值, 还是有选择性的选取一种模式才能准确地测得粒度分布值, 《仪器操作手册》中对此并未作明确规定。本文中通过对比试验来了解选择不同测量模式所得的结果是否会有所差别,

以及如何选择合适的测量模式来测粉体的粒径分布。

1 试验

日本岛津 SA-CP3 型离心粒度分析仪的主要测量模式有: 自然沉降(GRAV)、混和沉降(MULTI)、离心沉降(CENT)3 种。仪器可以测定的粉体粒径范围与粉体的密度、沉降介质的黏度和密度有关。《仪器操作手册》并没有明确规定哪种模式适合测量多大的粒径范围值, 只有当选定一个测量模式并输入试样的密度、该温度下沉降介质的黏度和密度等相关数据后, 仪器才会自动给出在该测试条件下可测量的粒度范围值。

通常情况下自然沉降模式可测试的粉体粒径值最大(有时为了降低大颗粒的沉降速度, 还要选用黏度较大的液体, 如甘油、蔗糖等作沉降介质), 离心沉降模式可测试的粉体粒径值最小(适用于超细粉体), 粒径介于两者之间的粉体可选用混合沉降模式, 即让颗粒先作自然沉降, 待沉降介质中大颗粒都已沉完, 仅剩较小粒径的颗粒时, 仪器将自动转为离心沉降测试。测试前粉末试样置于沉降介质中用超声波分散 10~15 min, 以避免粉体颗粒有团聚现象。

2 试验结果与分析

2.1 自然沉降和混合沉降模式的比较

我们选择最大粒径值为 40 μm (通过显微镜观察测量)的钛粉分别用自然沉降和离心沉降模式进行分析测试, 观察两者的结果是否会有不同。在 20~30 $^{\circ}\text{C}$ 的环境温度下, 选用乙醇作沉降介质时, 用自然沉降模式可以测量的粒径范围为 0~80 μm , 用混合沉降模式可以测量的粒径范围为 0~40 μm , 即选择这两种测量模式都可以对这种粒径的钛粉进行粒度分布的检测。我们分别选用这两种测量模式对该种粉进行比较试验, 测量结果及粒度分布曲线图分别见表 1 和图 1~3。

从测试结果及粒度分布图可知, 这种 Ti 粉用自然沉降模式测量的 d_{50} 值重复性较好, 结果比较稳定, 每次的测量结果与平均值的偏差较小, 粒度分布图呈

收稿日期: 2009-01-17, 修回日期: 2009-30-06。

第一作者简介: 谭立新(1966-), 女, 高级工程师, 硕士研究生, 研究方向为粉体粒度表征技术。电话: 020-61086622, E-mail: tlx2288@163.com。

表 1 钛粉在自然沉降和混合沉降测量模式下的 d_{50} 值

Tab.1 Median particle diameter of Ti powder under the mode of GRAV and MULTI

沉降模式	沉降介质	粒径范围/ μm	$d_{50}/\mu\text{m}$	平均值/ μm	最大误差/ μm
自然沉降	乙醇	40 ~ 0	4.8		
自然沉降	乙醇	40 ~ 0	5.1		
自然沉降	乙醇	40 ~ 0	5.0	5.00	-0.02
混合沉降	乙醇	40 ~ 0	4.6		
混合沉降	乙醇	40 ~ 0	6.8		
混合沉降	乙醇	40 ~ 0	10.8		
混合沉降	乙醇	40 ~ 0	2.3	6.13	+4.67

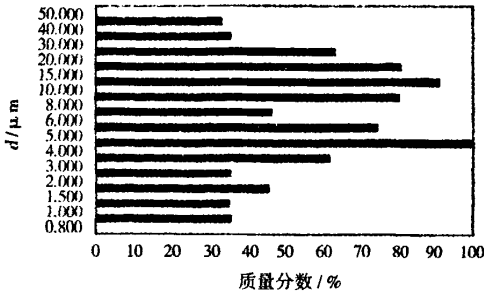


图 1 钛粉自然沉降测得的粒度分布曲线图

Fig.1 Particle size distribution graph of titanium powder under the mode of GRAV

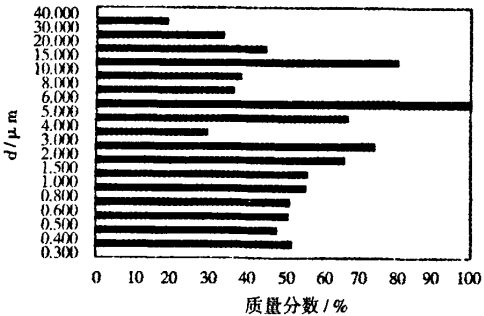


图 2 钛粉混合沉降测得的粒度分布曲线

Fig.2 Particle size distribution graph of titanium powder under the mode of MULTI

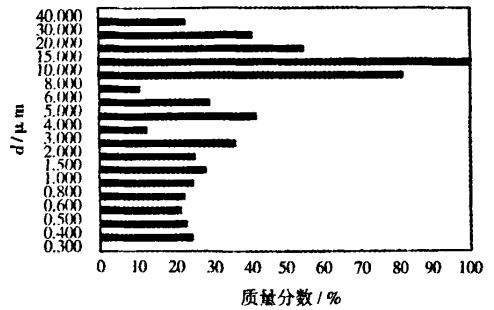


图 3 钛粉混合沉降测得的粒度分布曲线

Fig.3 Particle size distribution graph of titanium powder under the mode of MULTI

双峰分布,粒度分布图形较好;而用混合沉降模式测量的 d_{50} 值相差较大,重复性不好,测量结果与平均值的误差较大,而且各次测量的粒径分布图没有规律,粒度分布状况相差较大。由以上的测试结果及日常的测试经验推断出:当粉体的最大粒径值达到混合沉降测量模式的上限,即临界粒径值时,应该两种测量模式都进行一下测试,通过比较测量结果才能选出一个较稳定的测量模式。就最大粒径值为 40 μm 的钛粉而言,进行粒度分析时选择自然沉降模式优于混合沉降模式。

2.2 混合沉降和离心沉降模式的比较

对超细粉体而言,测量粒径时选用离心沉降模式会大大缩短测试所需要的时间,提高测试人员的工作效率,但是如果选择不当,有时测量的结果会带来较大偏差。我们选用一种 Al_2O_3 粉和 Bi_2O_3 粉分别用混合沉降和离心沉降模式进行比较试验。通过光学显微镜观察可知, Al_2O_3 粉的最大粒径值是 20 μm , Bi_2O_3 粉的最大粒径值是 6 μm ,测量后所得粒度分布结果和曲线图分别见表 2~3 和图 4~5。

由表中的检测结果可以看到, Al_2O_3 粉的两个粒度分布曲线状态都很好,中位径 d_{50} 值相差不大,但粒度大小及分布状况相差较大,如果不借助显微镜观察

表 2 Al_2O_3 粉选用混合沉降模式和离心沉降模式测得的粒度分布值

Tab.2 Particle diameter distribution of Al_2O_3 powder under the mode of MULTI and CENT

w/%

	粒度范围/ μm											$d_{50}/\mu\text{m}$
	20~15	15~10	10~8	8~6	6~5	5~4	4~3	3~2	2~1.5	1.5~1.0	1.0~0	
混合沉降	3.2	6.7	4.1	5.1	6.4	10.8	23.1	20.2	9.2	7.5	3.7	3.40
离心沉降	-	-	0	0	3.3	12.4	42.5	28.1	5.7	4.8	3.2	3.19

表 3 Bi_2O_3 粉选用混合沉降模式和离心沉降模式测得的粒度分布值

Tab.3 Particle diameter distribution of Bi_2O_3 powder under the mode of MULTI and CENT

w/%

	粒度范围/ μm												$d_{50}/\mu\text{m}$
	6~5	5~4	4~3	3~2	2~1.5	1.5~1.0	1.0~0.8	0.8~0.6	0.6~0.5	0.5~0.4	0.4~0.3	0.3~0	
混合沉降	1.3	2.7	3.0	4.9	5.0	3.0	5.0	9.0	8.5	13.2	17.9	26.5	0.44
离心沉降	0	0	0	12.7	4.0	14.7	8.7	11.6	8.2	10.1	10.2	19.7	0.63

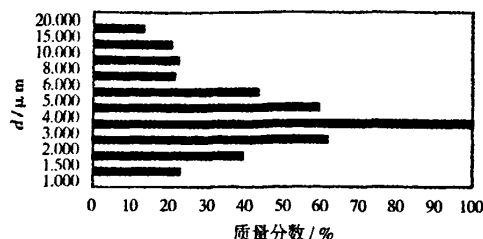


图4 Al_2O_3 粉用混合沉降测得的粒度分布曲线

Fig.4 Particle size distribution graph of Al_2O_3 powder under the mode of MULTI

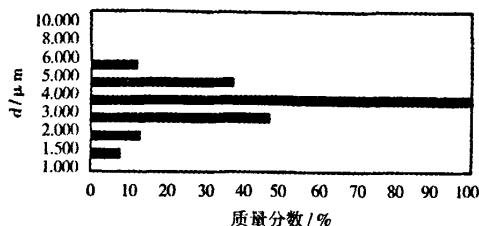


图5 Al_2O_3 粉用离心沉降测得的粒度分布

Fig.5 Particle size distribution graph of Al_2O_3 powder under the mode of CENT

判定,无法确定哪一个结果才是真实值; Bi_2O_3 粉在两种不同测量模式下测量的粒度大小及分布相差较大,选用离心沉降模式测量时,粉体中的大颗粒被统计到较小的粒径范围中去,使得测量结果与实际值相差较大。这两种粉体都应选用混合沉降模式测量才能测得真实的粒径值,通过日常检测经验我们得知,超细粉

体进行粒度分析之前,首先应借助光学显微镜判断最大粒径的大小,最大粒径大于 $4\text{ }\mu\text{m}$ 的粉体应选择混合沉降模式,最大粒径小于 $4\text{ }\mu\text{m}$ 的粉体才能选择离心沉降模式。

3 结论

通过实验表明,用 SA-CP3 离心粒度分析仪测量粉体粒度时,测量前应借助显微镜判定最大粒径的大小,最大粒径值达到混合沉降模式的测量上限,即临界粒径值时,应该用自然沉降模式和混合沉降模式分别做一下测试,从中选出一个稳定的测量模式;对超细粉体而言,最大粒径小于 $4\text{ }\mu\text{m}$ 时才适合选用离心沉降模式进行测量,否则要选用混合沉降模式。

参考文献 (References):

- [1] 黄培云. 粉末冶金原理[M]. 北京:冶金工业出版社,1995
- [2] 赵春芳. 不同方法测试粒度分布的比较研究[J]. 中国粉体技术,2004, 10(2):22-24
- [3] 王乃宁,蔡小舒,郑刚,等. 颗粒粒径的光学测量技术[M]. 北京:原子能出版社 2000
- [4] 李文凯,吴玉新,黄志民,等. 激光粒度分析和筛分法测粒径分布的比较[J]. 中国粉体技术,2007,13(5):10-13
- [5] JONASZ M. Size, shape, composition and structure of microparticles from light scattering[M]//Syvitski J P M, ed. Principles, methods and application of particle size analysis. New York:Combridge University Press,1991:143-162

岛津离心粒度分析仪测量模式的比较

作者: [谭立新](#), [余志明](#), [蔡一湘](#), [Tan Lixin](#), [Yu Zhiming](#), [Cai Yixiang](#)
作者单位: [谭立新, Tan Lixin\(中南大学, 材料科学与工程系, 湖南, 长沙, 410083; 广州有色金属研究院, 广东, 广州, 510651\)](#), [余志明, Yu Zhiming\(中南大学, 材料科学与工程系, 湖南, 长沙, 410083\)](#), [蔡一湘, Cai Yixiang\(广州有色金属研究院, 广东, 广州, 510651\)](#)
刊名: [中国粉体技术](#) 
英文刊名: [CHINA POWDER SCIENCE AND TECHNOLOGY](#)
年, 卷(期): 2009, 15(4)

参考文献(5条)

1. [李文凯; 吴玉新; 黄志民](#) [激光粒度分析和筛分法测粒径分布的比较](#) [期刊论文] - [中国粉体技术](#) 2007(05)
2. [王乃宁; 蔡小舒; 郑刚](#) [颗粒粒径的光学测量技术](#) 2000
3. [赵春芳](#) [不同方法测试粒度分布的比较研究](#) [期刊论文] - [中国粉体技术](#) 2004(02)
4. [JONASZ M](#) [Size, shape, composition and structure of microparticles from light scattering](#) 1991
5. [黄培云](#) [粉末冶金原理](#) 1995

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgftjs200904018.aspx