



中华人民共和国国家标准

GB/T 21779—2008

金属粉末和相关化合物粒度 分布的光散射试验方法

Test method for particle size distribution of metal powders and
related compounds by light scattering

2008-05-12 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准等同采用 ASTM B 822:2002 标准《金属粉末和相关化合物粒度分布的光散射试验方法》。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准主要起草单位:广东出入境检验检疫局、湖北出入境检验检疫局、深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:陈强、莫蔓、翟翠萍、萧达辉、彭速标、崔海容、郑建国、沈文洁、吴景武、黎庆翔。

本标准为首次发布。

金属粉末和相关化合物粒度分布的光散射试验方法

1 范围

本方法适用于光散射法测定金属及化合物等粒状物质的粒度分布,结果以体积百分比表示。

本方法适用于分析水分散和非水分散的样品,也适用于吸湿性物质或会与液体载体反应的物质样品进行气体分散的分析。

本方法适用于粒度为 $0.4\ \mu\text{m}$ ~ $2\ 000\ \mu\text{m}$ 的物质粒度分布的测定。

本方法数值的标准单位为 SI 单位。

注:本标准未包括所有与使用有关的安全注意事项。标准的使用者在使用时有责任遵循适当的的安全和健康操作规范。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- ISO 13320-1 粒度分析 激光衍射法 第一部分:总则
- ASTM B 215 金属粉末制成批的抽样实施规程
- ASTM B 243 冶金粉末术语
- ASTM B 821 金属粉末和相关化合物进行粒度分析时的液体分散指南
- ASTM E 1617 粒度特性数据的报告规则

3 术语和定义

ASTM B 243 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

背景 background

由非检测粒子的物质造成的额外散射光,包括由检测光路上的杂质造成的散射。

3.2

夫琅和费衍射 Fraunhofer diffraction

一种光学理论,该理论描述线度大于入射光波长的粒子对光的小角度衍射。

3.3

Mie 散射 Mie scattering

描述球形粒子光散射的复杂电磁理论。一般用于粒子线度与入射光波长相近的情况,需使用粒子的真实或推测的折射率。

3.4

多次散射 multiple scattering

经过一次粒子散射的光线被另一粒子再次散射。

4 测试方法简述

制备好的样品,经水或其他适合的有机液体分散后循环通过灯泡光束或其他适合光源的光路。干

样品可用载气送入光路。被测粒子在光路中造成光散射,光检测器阵列捕获散射光并将其转成电信号,用微处理器对这些信号进行分析。这些信号按夫琅和费衍射或 Mie 散射理论或二者相结合的方法进行处理换算成粒度分布。分析这些散射信息时采用了球体模型假设,因此计算得到的粒子粒度以等同球体直径表示。适用于粒度分布分析的总体原则的进一步信息见 ISO 13320-1。

5 意义和用途

5.1 粒度测定是实际粒子直径和形状以及粒子测定时特定的物理或化学特性等因素的函数。对不同的物理或化学参数的仪器或具有不同测定范围的仪器所测得数据进行比较时应谨慎。样品的抽取、处理以及制备也会影响报告的粒度结果。

应该注意,本方法与根据其他物理原理测得的粒度可能不一致。测定结果会受到每种粒度分析所应用的物理原理的显著影响。任何粒度测定方法的结果在与其他方法得到的结果进行比较时应只被看作相对值而非绝对值。

5.2 光散射理论用于测定粒度已有许多年,有几家测试仪器生产商现在生产基于这一理论的仪器产品。尽管每一种测试仪器都是基于相同的光散射与粒度的函数关系原理,但应用该理论时有不同的假定,而且使用不同的数学模型将光学检测值转换成粒度值,可能使不同仪器的测定值不同。因此应用本方法不保证可以将不同型号仪器的测定值进行直接比较。

5.3 金属粉末的粒度分布可用于预测粉末加工特性和最终粉末冶金部件的性能。粒度分布与某种金属粉末的流动性、可模压性、压缩性和阴模充填特性以及最终粉末冶金部件的结构和性能密切相关。

5.4 本方法可供金属粉末的供应商和使用者用于确定金属粉末的粒度分布,从而作为产品指标、生产控制、开发与研究。

5.5 本方法可用于不同批次的相同物质进行数据比较或用于收货测试时建立符合性数据。

6 干扰

6.1 进入循环液体的气泡会散射光从而被当成粒子检测。循环液可以不进行消气,但应经目视检测没有气泡。

6.2 杂质(例如样品上的非水性溶剂、油或其他有机涂层)可能会在水性载体中乳化,造成光散射,因而被当成粒度分布的一部分检出。含有以上杂质的样品可以通过非水载体溶剂溶解这些杂质后进行分析或采用适当的水性溶剂洗去这些杂质后进行分析。

6.3 进行气体分散检测时,气体中的油、水或外来杂质会造成气路堵塞、粒子凝聚或影响粒度结果。测试中使用的气体应不含有这些物质。

6.4 分析过程中粒子的重新凝聚或沉淀会造成结果出错。样品分散应按照 ASTM B 821 指南进行,并保持分析过程中分散体系的稳定。

6.5 进样不足会造成电子噪音干扰和数据重复性差。过量进样会造成过度光衰减和多次散射,从而造成粒度分析结果出错。

7 仪器

7.1 粒度分析仪,采用夫琅和费衍射或 Mie 散射理论或二者相结合的原理。注意仪器测定范围应最适合于被测粒子粒度范围。

7.2 液体或气体样品处理系统。

8 试剂和材料

所有试验中使用的化学物质应该是试剂纯。除非另有说明,所有试剂应符合美国化学协会分析试剂委员会的规格要求。在首先确定试剂纯度不会影响测试准确性的前提下也可使用其他级别的试剂。

8.1 适当的专用载体,根据 ASTM B 821 指南确定。载体应符合以下条件:

- 与样品输送系统的结构材料具有化学相容性;
- 不会溶解被测粒子;
- 足够干净,并且不会吸收光线以便获得可接受的背景值。

8.2 防泡剂或等效物质。

8.3 用于气体分散的干燥清洁气体。

8.4 适当的表面活性剂,见 ASTM B 821 指南,同时适用 8.1 的要求。

9 取样和样品量

9.1 根据 ASTM B 215 获取样品。用微量样品分离器从样品中抽取试样,不应采用四分法。

9.2 液体分散的样品量不超过 25 g;气体分散的样品量不超过 500 g。

10 校准和标准化

10.1 仪器光学组件的间距和位置决定仪器测试性能(参见仪器供应商提供的仪器操作说明)。

10.2 目前没有粒度分析的绝对值的标样。用于判断仪器性能状况的特征粉末应由仪器制造商提供,以便确保仪器性能稳定。

11 操作步骤

11.1 仪器开机预热至少 20 min。

11.2 装好样品输送系统,按仪器操作说明选择适当的仪器量程。

11.3 如果必要,按照仪器生产商的要求进行正确的光学校准。

注:当样品输送系统有改变时应当进行光学校正,或每天至少进行一次校正。

11.4 在检测模式下测定背景。测定背景时须确认载体流经光路。背景值不应超过仪器制造商的要求。若超过,则按制造商的要求采取必要的措施将背景降至要求范围以内。

11.5 按 ASTM B 215 取代表性样品。用微量样品分离器从样品中抽取试样。根据仪器制造商的建议确保试样可产生最佳光散射条件。根据粒度中位数(50%)、粒子密度(质量/体积)以及样品输送系统的情况,可接受较宽的样品量范围。

11.6 为样品选择适当的测试时间。这个步骤取决于不同测试的特定要求,通常通过连续两次测定的重复性进行调整。

11.7 根据仪器制造商预设的要求选择期望的输出数据指标。

11.8 对于液体分散样品,按 ASTM B 821 的程序进行试验份样的分散。气体分散样品无需进行额外的样品准备。

11.9 将准备好的样品直接送入样品输送系统。对于液体体系,待样品输入 20 s 后进行测定。对于干样品,启动送样开关待样品吹入光路后进行测定。

11.10 按仪器操作说明进行样品分析。

11.11 对于液体体系,排净样品,重新充满样品分散系统以进行下一次样品分析。必要时,排净样品后进行冲洗,使背景值符合仪器的规定。

注:当从极性溶剂变成非极性溶剂或从非极性溶剂变成极性溶剂时,应用适当的溶剂,例如乙醇,对样品输送系统进行几次冲洗,以消除因为两种载液交叉污染造成的乳化干扰。

11.12 对于干燥气体体系,清扫或真空吸出所有样品系统中的粒子。用空气吹出样品输送体系中的残留粒子。

11.13 重复 11.5 到 11.11 步骤进行另一试验份样的分析。

12 结果报告

ASTM E 1617 对粒度特性数据报告的三个详细水平进行了规定。需报告到哪一个水平由供货商和数据的使用者决定。报告中至少包括下列内容：

- a) 使用的仪器名称和型号以及选择的量程范围；
- b) 试样分散的方法；
- c) 仪器分析时间；
- d) 给出任何曲线拟合模型(当适用时)；
- e) 样品实际的和推测的折射率(当适用时)；
- f) 分散液的实际折射率；
- g) 体积平均直径；
- h) 体积比对直径的微分；
- i) 体积比对直径的积分。

13 精密度和偏差

目前不能说明本方法的精密度和偏差。现正在进行实验室间试验。
