

超微细矿粉粒度简易检测

梁志方 陈丽萍 (辽宁省有色地质一〇三队有限责任公司, 辽宁 丹东 118000)

摘要: 文章主要是分析了超微细矿检测检测的重要性, 在此基础上讲解了超微细矿粉简易检测的方法, 望可以为有关人员提供到一定的参考和帮助。

关键词: 超微细矿; 检测; 细矿粉粒度

1 引言

我国无机非金属矿产资源总量十分丰富, 但利用率较低。矿粉超微细粒化能产生各种特殊用途而作为无机非金属矿的重要开发方向之一, 其粒度检测也就尤为重要, 为此对超微细矿粉粒度进行检测, 将对开发我国无机非金属矿产资源有着十分重要的意义。

2 超微细分概念

一般来讲, 粒径为 $1-100\mu\text{m}$ 之间的粉体为微米粉体, $0.1-1\mu\text{m}$ 之间的为亚微米粉体, $1-100\text{nm}$ 之间的为纳米粉体, 而将粒径小于 $10\mu\text{m}$ 的粉体称为超细粉体。

超微细粉体, 特别是纳米粉体, 由于其小尺寸效应、表面效应、量子尺寸效应等, 使得它们在光、热、电、磁等方面呈现了常规粉体不具有的高性能, 也使得它们在磁性材料、电子材料、光学材料、高致密材料、催化、传感、陶瓷增韧等方面有广阔的应用前景。

3 超微细粉检测的重要性

在不同的应用领域中, 对粉体特性的要求是各不相同的, 在所有反映粉体特性的指标中, 粒度分布是所有应用领域中最受关注的一项指标, 因此, 客观真实地反映粉体的粒度分布是至关重要的。

①在超细粉体加工生产过程中, 粉体粒度检测是控制产品生产指标和调整优化生产工艺的主要依据; ②对于超细粉体产品, 其颗粒尺寸大小和粒度分布直接影响其特性、价格和用途, 对于纳米材料, 其颗粒大小和形状对材料的性能起着决定性的作用, 因此粉体粒度检测必不可少; ③在高分子材料方面, 如聚乙烯树脂是一种多毛细孔的粉状物质, 其性质和性能不仅受分子特征(分子量、分子量分布、链结构)影响, 而且与分子形态学特征(如颗粒表面形貌、平均粒度、粒度分布)有密切的关系。树脂的颗粒形态好、平均粒径适中、粒度分布均匀均匀有利于聚合物成型加工, 因此, 人们往往需要对聚氯乙烯树脂进行粒度检测。

4 关于粉体的基本概念

①晶粒: 指单晶颗粒, 即颗粒内为单相, 无晶界;
②一次颗粒: 指含有低气孔率的一种独立的粒子, 颗粒内部可以有界面, 如相界、晶界;
③团聚体: 指由一次颗粒通过表面力或固定桥键作用形成的更大颗粒。团聚体内含有相互连接的气孔网络。团聚体可以分为硬团聚和软团聚两种。团聚体的形成过程使体系能量下降;

④二次颗粒: 指人为制造的粉料团聚粒子。超细粉体粒子一般指一次颗粒。其结构可以是晶态、非晶态和准晶态; 可以是单晶、多相或多晶结构。只有一次颗粒为单晶时, 微粒的粒径才与晶粒尺寸相同;

⑤粒度: 粉体颗粒大小;

⑥等效粒径: 当一个颗粒的某一物理特性与同质的球形颗粒相同或相近时, 就用该球形颗粒的直径来代表这个实际颗粒的直径。那么这个球形颗粒的粒径就是该实际颗粒的等效粒径。等效粒径具体有如下几种: a. 等效体积径: 与实际颗粒体积相同的球的直径。一般认为激光法所测的直径为等效体积径; b. 等效沉速径: 在相同条件下与实际颗粒沉降速度相同的球的直径。沉降法所测的粒径为等效沉速径, 又叫 Stokes 径; c. 等效电阻径: 在相同条件下与实际颗粒产生相同电阻效果的球形颗粒的直径。库尔特法所测的粒径为等效电阻径; d. 等效投进面积径: 与实际颗粒投进面积相同的球形颗粒的直径。显向镜法和图像法所测的粒径大多是等效投影面积直径;

⑦粒度分布: 用特定的仪器和方法反映出的不同粒径颗粒占粉体总量的百分数。有区间分布和累计分布两种形式。区间分布又称为微分分布或频率分布, 它表示一系列粒径区间中颗粒的百分含量。累计分布也叫积分分布, 它表示小于或大于某粒径颗粒的百分含量。

5 超细粉体粒度分布表示方法

①表格法: 用表格的方法将粒径区间分布、累计分布一一列出的方法;

②图形法: 在直角标系中用直方图和曲线等形式表示粒度分布的方法;

③函数法: 用数学函数表示粒度分布的方法。

6 超细粉体粒度测定方法

由于颗粒形状通常很复杂, 难以用一个尺度来表示, 所以常用等效粒度的概念。不同原理的粒度仪器依据不同的颗粒特性做等效对比。

沉降式粒度仪是依据颗粒的沉降速度做等效对比, 所测的粒径为等效沉速径, 即用与被测颗粒具有相同沉降速度的同质球形颗粒的直径来代表实际颗粒的大小。

激光粒度仪是利用颗粒对激光的散射特性做等效对比, 所测出的等效粒径为等效散射粒径, 即用与实际被测颗粒具有相同散射效果的球形颗粒的直径来代表这个实际颗粒的大小。当被测颗粒为球形时, 其等效粒径就

是它的实际直径。

大多数情况下粒度仪所测的粒径是一种等效意义上的粒径。不同检测方法检测超细粉体的粒度,其检测结果所指的粒度在含义上有时有所不同。

目前,用于超细粉体粒度尺寸检测的方法主要有以下几种:

6.1 透射电镜观察法

用透射电镜可直接观察纳米粒子平均直径或粒径的分布,是一种颗粒度观察测定的绝对方法,因而具有可靠性和直观性。

原理:首先将超细粉体制成的悬浮液滴在带有碳膜的电镜用铜网上,待悬浮液中的载液,如乙醇,挥发后,放入电镜样品台,尽量多地拍摄有代表性的电镜像,然后由这些照片来测量粒径。

特点:这种方法非常直观,但是测得的颗粒粒径往往是团聚体的粒径,因为在制备超微粒子的电镜样品时,有时很难使它们全部分散成一次颗粒,特别是纳米粒子,结果在样品铜网上往往存在一些团聚体,在观测中容易把它们误认为是一次颗粒。电镜观察法还存在一个缺点,就是测量结果缺乏统计性,这是因为电镜观察用的粉体是极少的,这就有可能导致观察到的粉体的粒子分布范围并不代表整体粉体的粒径范围。

6.2 X 射线衍射线宽法

X 射线衍射线宽法是测定颗粒晶粒度的最好方法。当颗粒为单晶时,该法测得的是颗粒度。颗粒为多晶时,一该法测得的是组成单个颗粒的单个晶粒的平均晶粒度。这种测量方法适用于晶态的纳米粒子晶粒度的测量。实验表明晶粒度小于等于 50nm 时,测量值与实际值相近,反之,测量值往往小于实际值。

6.3 比表面积法

通过测定粉体单位重量的比表面积 S_w ,可由下式计算纳米粉中粒子直径(设颗粒呈球形): $d=6/pS_w$ 。该法需要高真空和预先严格脱气处理,控制测定精度的因素主要为颗粒的形状及缺陷,如气孔、裂缝等。这些因素造成测量结果的负偏差。

6.4 光子相关谱法

该法是通过测量微粒在液体中的扩散系数来测定颗粒度。这种方法是激光粒度分析仪的基础。光子相关谱法的优点是可获得精确的粒径分布。粒子和光的相互作用能发生吸收、散射、反射等多种形式,在粒子周围形成各角度的光,强度分布取决于粒径和光的波长。但这种通过一记录光的平均强度的方法只能表征一些颗粒比较大的粉体。以激光作为相干光源,可以通过探测微粒布朗运动所引起的散射光的波动速率测定粒子的大小分布。这种方法称为动态光散射法或准弹性光散射。

该方法应用在纳米颗粒粒度分布测定上时间不长。但如果不能将粉体制成分散度十分好的悬浮液,粒径测量的结果不是单个粒子尺寸的分布图,而是团聚体尺寸的分布图。采用该法测量粒径时,前提条件是首先要获

得分散度好的悬浮液,否则给出错误的结果。

6.5 沉降法

根据 Stokes 定律,颗粒在液体中的沉降速度为: $V_s=d^2(P_s-P_f)g/18\mu$,其中 d 为粒子直径, P_s 为粒子密度, P_f 为液体密度, μ 为液体黏度, g 为重力加速度。通过测定沉降速度可以求出颗粒粒度。沉降法是通过颗粒在液体中沉降速度来测量粒度分布的方法。主要有重力沉降式和离心沉降式两种沉降粒度分析方式,适合纳米颗粒度分析的主要是离心式分析法。

由于实际颗粒的形状绝大多数都是非球形的,不可能用一个数值来表示它的大小,因此和其他类型的粒度仪器一样,沉降式粒度仪所测的粒径也是一种等效粒径,叫做 Stokes 直径。Stokes 直径是指在一定条件下与所测颗粒具有相同沉降速度的同质球形颗粒的直径。当所测颗粒为球形时,Stokes 直径与颗粒的实际直径是一致的。

6.6 库尔特粒度仪法

库尔特粒度仪也称库尔特计数器,可以测量悬浮液中的颗粒大小和个数。测量粒子下限在 $0.3\mu m$,且要求粒子分布窄。其原理为悬浮于电解质中的颗粒通过小孔时可以引起电导率的变化,其变化峰值与颗粒大小有关。此方法适用于对颗粒计数的场合,如水中的悬浮颗粒。库尔特计数器测定的是颗粒体积,再换算成粒径,它可以同时测出体积与直径。

除以上介绍的粒径测量方法外,还有一些测量方法,例如,X 射线小角散射法、拉曼散射法、穆斯保尔谱、原子力显微技术(AFM)和扫描隧道电子显微镜等均能测得粒径。从目前纳米材料尺寸检测的现状看,透射电镜检测代表性差,对有团聚的纳米材料测量误差大,光相干谱仪及光透射粒度测定仪测定结果代表性好,但目前也没有很好解决将团聚体分散为一次颗粒的问题,因此测量误差也较大,目前最广泛采用的粒径测量方法为透射电镜观察法和 X 射线衍射线宽法,但仪器较贵。

7 结束语

由上可知,超微细细矿粉的检测用光子相关谱法比较好,是粉企业选用的廉价、准确、快速的检测方法。

参考文献:

- [1] 常晓阳,张强,王孝红,等.用于控制立磨矿粉粒度的装置及方法:中国,CN111443597A[P].2020.
- [2] 邱鹏,姚佳伟,王亚芬.一种矿粉密度测试用烘干冷却一体箱:中国,CN210154979U[P].2020.
- [3] 薛安平,李敏珊,汪华文,等.无机聚合物胶凝材料外加剂试验研究[J].工程质量,2018,36(01):71-75.
- [4] 裴旭.沥青拌合站回收矿粉性能研究[J].市政技术,2020,38(05):298-300.
- [5] 贺淑珍.两种微细粒铁精矿粉的性能对比研究[J].太钢科技,2019(1):13-20.
- [6] 汤俊雄,王佳伟,张潇,等.粉煤灰和矿粉对 PERMIT 和 RCM 法检测混凝土氯离子扩散系数的影响研究[J].北方交通,2018(12):1-5.