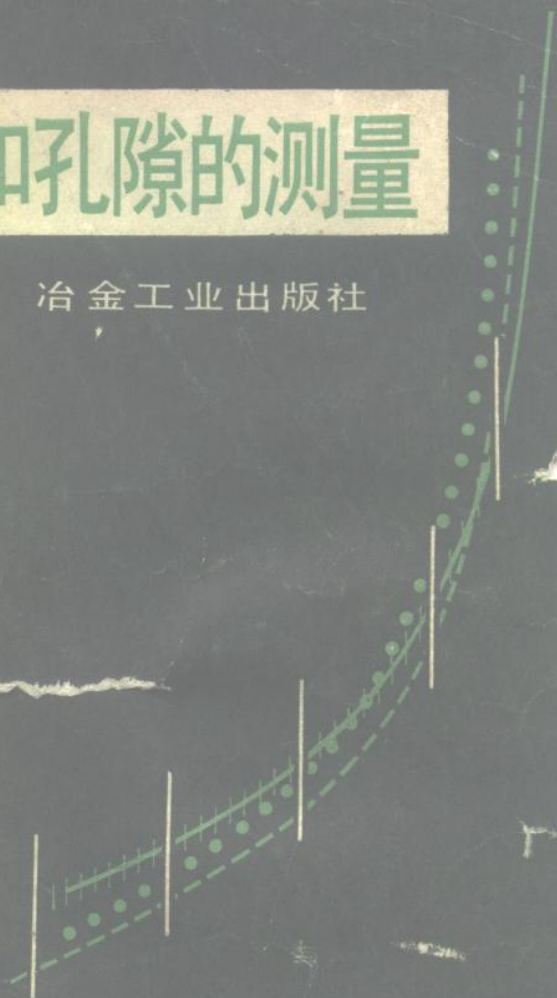


胡荣泽 等 编著

粉末颗粒和孔隙的测量

冶金工业出版社



粉末颗粒和孔隙的测量

胡荣泽 等 编著

冶金工业出版社

内 容 提 要

本书系统地叙述了粉末的颗粒度和表面积以及粉末体的表面积和孔分布的各种测量方法。可测的粒度和孔径范围从几十个埃到几百个微米。书中还专门列出一章讨论了各种粒度测量方法的比较和实用上粒度测量方法的选用原则。

本书可供冶金、石油化工、建筑材料、工业卫生等部门从事粉末性能和多孔材料孔结构测试工作的实验人员和研究人员阅读，也可供有关大专院校教师和学生参考。

粉末颗粒和孔隙的测量

胡荣泽 等 编著

★

冶金工业出版社出版

(北京灯市口74号)

新华书店北京发行所发行

冶金工业出版社印刷厂印刷

★

850×1168 1/32 印张 9 1/4 字数 243 千字

1982年2月第一版 1982年2月第一次印刷

印数 00,001~1,400 册

统一书号: 15062·3742 定价 1.15 元

前 言

许多部门（像粉末冶金、水泥陶瓷、化工石油、工业卫生等）对颗粒状物质的几何性能测量（如颗粒度、表面积和孔分布测量）是相当重视的。但是，人们要全面开展这些测试工作，会感到一定的困难。困难在于测试方法既多又杂，要求测试人员了解多方面的学科知识。遗憾的是，目前国内尚没有一本内容比较全面而又有一定深度的有关颗粒度、表面积和孔分布测量的书籍。在国外文献中，虽然同类书籍比较多，但是各个作者限于自己的工作范围，对各个方法的叙述，其深浅程度很不一致。

鉴于上述理由，我们在实际工作的基础上，编写了这本《粉末颗粒和孔隙的测量》。书中比较系统地介绍了有关的主要测量方法，从原理到实验方法均做了详细的叙述，内容尽量照顾到从事这方面工作的各种不同基础的实验人员和研究人员需要。书中谈到的表面积和孔分布测量方法，不仅适用于粉末体，也适用于多孔体的测量。

本书初稿中多数章节由北京钢铁研究总院胡荣泽执笔，部分章节由张卫达、刘曼朗、李忠全、王颖、朱瑞珍和尹爱媚等执笔，全书最后由胡荣泽定稿。

初稿承蒙宝鸡有色金属研究所校阅，在此表示衷心的感谢。

由于我们水平所限，书中会有这样和那样的问题，甚至于错误，敬请读者提出宝贵的意见。

编 者

1979.6

36506

目 录

第一章 绪论	1
第一节 一些基本术语	1
一、粉末和粉末体	1
二、粒度和粒度分布, 孔径和孔径分布	2
三、颗粒形状, 孔形和形状因子	4
第二节 颗粒度数据的处理	9
一、平均粒度和标准偏差	9
二、分布函数	13
第三节 颗粒度数据的意义	15
一、颗粒度数据的重要性	15
二、粉末冶金工业中应用的例子	17
三、其他工业部门中应用的例子	19
第二章 筛分析和颗粒分级方法	22
第一节 筛分析	22
一、筛子的分类和使用	22
二、筛子校准	25
三、筛分原理	27
第二节 颗粒分级方法	28
一、分级效率	28
二、弹道抛射法	29
三、淘洗法	33
四、喷射冲击器	35
第三章 显微镜法	39
第一节 光学显微镜法	39
一、显微镜法的粒度测量范围	39
二、目镜上的显微刻度尺	39
三、样品制备	42

四、粒度测量	44
第二节 电子显微镜法	48
一、粒度分析	49
二、颗粒的外表形态观察	55
第四章 沉降分析法	60
第一节 概述	60
一、斯托克斯公式	60
二、斯托克斯公式的修正	61
三、沉降常数的确定	65
四、分散技术	68
第二节 重力沉降法	71
一、在给定沉降高度下的增量分析方法	73
二、重量累积技术	80
三、阻尼沉降法	84
第三节 离心沉降法	85
一、铺层技术	85
二、均匀悬浮	87
第四节 沉降天平法和光透过法介绍	89
一、沉降天平法	90
二、光透过法	101
三、X光透过法	107
四、光扫描比浊法	112
第五章 颗粒自动计数方法	121
第一节 图像分析	121
一、仪器的分析	121
二、图像分析的数学基础	125
三、球状颗粒的粒度分布计算	130
四、不规则形状颗粒尺寸的测量和计数	138
第二节 X光小角度散射法	142
一、原理	142

二、实验方法	147
三、实验结果分析	151
第三节 其它自动计数方法	157
一、库尔特计数技术	158
二、光散射法	163
三、全息照相法	169
第六章 流体透过法测量表面积	178
第一节 流体透过多孔介质的某些流动规律	178
一、科泽奈-卡曼公式	178
二、科泽奈-卡曼公式的使用范围	180
三、分子流修正	182
第二节 实验方法概述	185
一、粘滞流范围的测量方法	186
二、分子流范围的测量方法	190
第七章 气体吸附法测量表面积	197
第一节 气体的物理吸附	197
一、B.E.T.公式	198
二、卡格涅尔公式	202
第二节 实验方法概述	203
一、容量法	204
二、重量法	211
三、热解吸色谱法	215
第八章 颗粒度测量方法的比较和适用性	222
第一节 各种方法的颗粒度数据比较	222
一、各种测量方法分类	222
二、团粒的分散效果	222
三、各种方法测量球状颗粒尺寸的结果比较	227
第二节 颗粒度测量方法的选定	231
第九章 孔分布测量	235
第一节 气体吸附法	235

一、样品的预处理	235
二、对早期各种孔分布计算方法的评价	235
三、近年来孔分布计算方法的发展	239
第二节 汞压入法	245
一、原理	245
二、仪器	251
三、误差分析	259
第三节 气泡法	260
一、原理	260
二、实验方法	267
第四节 液-液法	270
一、原理	270
二、实验方法	275
第五节 离心法	276
一、原理	276
二、实验方法	277
第六节 其它方法	279
一、沉降天平法	280
二、电导法	282
三、反扩散法	284

第一章 绪 论

第一节 一些基本术语

一、粉末和粉末体

颗粒状物质是普遍存在的，在日常生活中我们经常会遇到，像吃的方面：面粉、食盐、糖和咖啡等；用的方面：牙膏粉、洗净剂、杀虫药和药品等；自然界中天然存在的：砂粒、土壤和灰土等。在许多生产部门的生产过程中，像粉末冶金、水泥陶瓷、化工石油、固体燃料、煤炭、农业、食品、纸浆、医药、染料、磨料和工业卫生等，我们也能见到各种颗粒状物质。在许多场合，这种颗粒状物质我们称为粉末。

一般说来，粉末体指的是颗粒堆积体，它由分散的颗粒堆积而成，它的孔结构是均匀的。但有时人们往往也把颗粒集合体归于粉末体。所谓颗粒集合体，它也由颗粒组成，但这些颗粒已不是原来状态，因为颗粒间不单单是点接触，而已经由烧结、溶液中沉积、颗粒熔融和压力下变形等结合在一起，像砂石或别的岩石、金属烧结体、融结玻璃、未上釉的陶瓷和多孔炭等。因此，在通常意义下颗粒集合体应该属于多孔体。除了颗粒集合体外，有些多孔体其孔空间完全由原来致密固体的部分移置构成，像焦炭、木炭和多孔玻璃等。多孔体的孔结构往往比颗粒堆积体复杂的多，常常是不均匀的，也就是各向异性的。颗粒堆积体和多孔体通称为多孔介质。

需要测量的粉末体的物理性能、化学性能和几何性能很多，本书所述仅局限于粉末的颗粒度、比表面积和粉末体的比表面积及其孔分布。这些被测性能显然是一些几何性能。但是必须指出，本书第七章和第九章所谈到的粉末体比表面积和孔分布测量，对于所有多孔介质都是通用的，因此我们在叙述这些测量方法时，就没有区分是对粉末体的还是对多孔体的。

二、粒度和粒度分布，孔径和孔径分布

所有颗粒状物质最基本的几何性能是粒度，它表示颗粒的大小，即颗粒尺寸，用以描述颗粒的粉碎程度。这里所谓颗粒，在物理意义上是指：在通常的操作和分散条件下，颗粒状物质不可再分的最基本单元，像团聚颗粒是由一些颗粒聚合的，可以进一步分散，不能作为最基本单元。

在实践中，不会遇到所有颗粒都为同一粒度的单分散颗粒系统，而是由不同粒度组成的多分散颗粒系统。我们测量其中各种粒度的颗粒个数或重量百分数，即得到系统的粒度分布。不同粒度范围的粒度组成即粒度分布，在数值上又分微分型和积分型两种，前者常称频率分布，后者常称累积分布。表1-1和表1-2为同

表 1-1 累 积 分 布

粒 度 (微米)	重量累积 (%)		颗粒个数累积 (%)	
	大于该粒度的 累积重量百分数	小于该粒度的 累积重量百分数	大于该粒度的 累积颗粒百分数	小于该粒度的 累积颗粒百分数
<20	100.0	6.5	100.0	19.5
20~25	93.5	22.3	80.5	45.1
25~30	77.7	45.5	54.9	69.2
30~35	54.5	69.4	30.8	86.4
35~40	30.6	83.7	13.6	94.0
40~45	16.3	92.5	6.0	97.6
>45	7.5	100.0	2.4	100.0

表 1-2 频 率 分 布

粒 度 (微米)	重 量 百 分 数 (%)	颗 粒 百 分 数 (%)
<20	6.5	19.5
20~25	15.8	25.6
25~30	23.2	24.1
30~35	23.9	17.2
35~40	14.3	7.6
40~45	8.8	3.6
>45	7.5	2.4

一种颗粒系统的累积分布和频率分布值，每种分布又用重量百分数和颗粒个数百分数不同形式示出。

把粒度分布数据表1-1和表1-2画成图示形式，得到粒度累积分布曲线和频率分布曲线（后者常称粒度分布曲线），我们用重量基粒度组成举例，如图1-1和1-2所示。

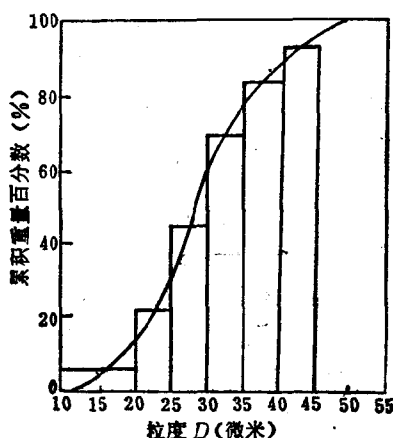


图 1-1 粒度累积分布曲线

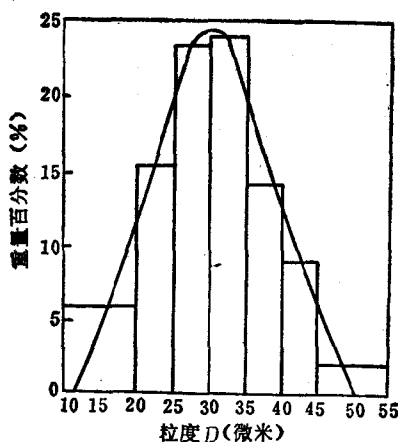


图 1-2 粒度频率分布曲线

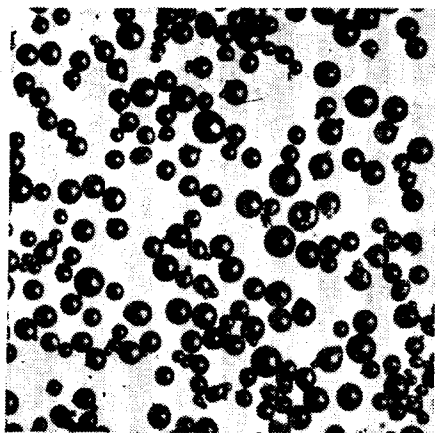
同样，我们可以表征孔径和孔径分布。一个粉末体内有很多孔，孔径表示的是孔的大小，即孔尺寸。我们测量其中各种孔径的孔个数或体积百分数，即得到孔径分布。

在习惯上，各种颗粒度测量方法得到的粒度值表示的是颗粒直径，相反，各种孔径测量方法得到的孔径值表示的是孔半径。因此，若不是特别说明，在书内以后各章介绍的测量方法中，凡提到粒度或孔径之处，读者都应如此理解。需要随时切记这一点，否则粒度或孔径数值就会相差一倍。

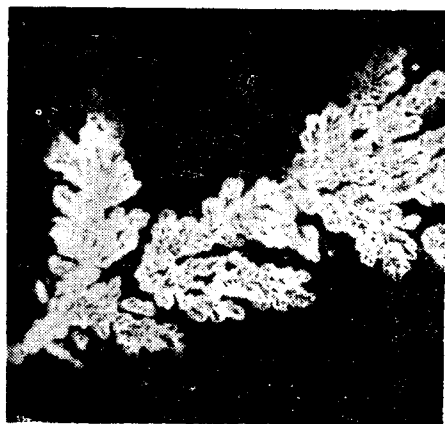
三、颗粒形状，孔形和形状因子

图1-3示出不同方法制取的金属粉末的金相图片。由图可见，其颗粒形状是多种多样的：球状、卵石状、树枝状、海绵状、盘状和洋葱状等。

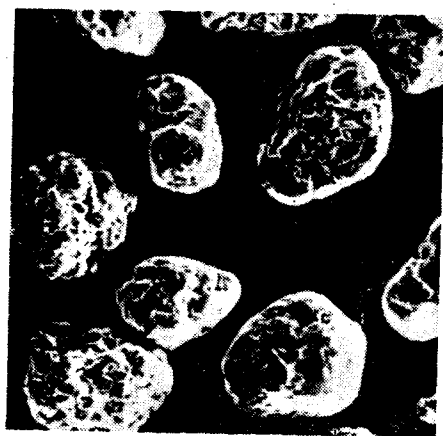
对球状颗粒，它的直径大小就是其粒度值；对非球状颗粒，其直径可定义为：通过颗粒重心，联结颗粒表面上两点间直线距离的大小。因此，在这种情况下直径不是单一的，而是一个分布，即连续地从一个上限值变化到一个下限值，这时的粒度值只能是所有这些直径的统计平均值。对一个给定的非球状颗粒，总可以找出其最大直径 $D_{\max}$ 和最小直径 $D_{\min}$ ，按上述定义，其他直



α—雾化法制取的球状高温合金粉，50×



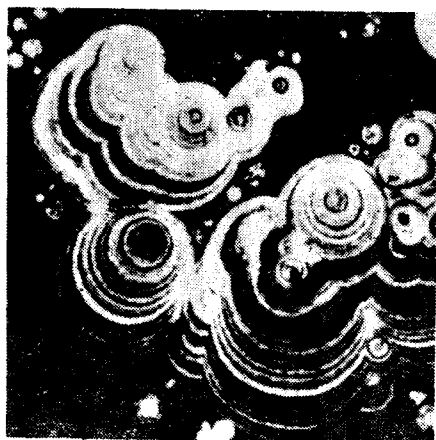
b—电解法制取的树枝状铜粉，500 ×



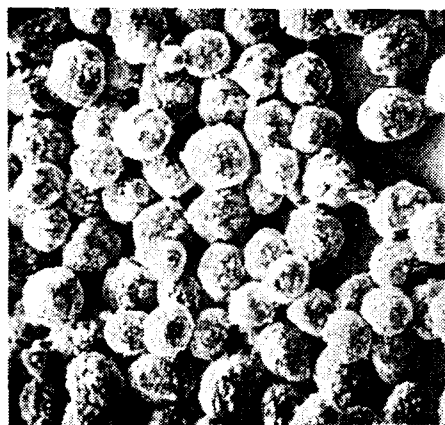
c—还原法制取的海绵状铁粉，100 ×



d—涡旋研磨法制取的盘状高温合金粉，100×



e—蒺藜法制取的洋葱状铁粉，100×



f—卵石状镍基氧化铝包覆粉，200×

图 1-3 由不同方法制取的金相图片

径值界于 $D_{\max}$ 和 $D_{\min}$ 之间。求粒度值的某些平均方法列于表1-3。

表 1-3 粒度值计算的平均方法

平 均 值	计 算 式
直径的几何平均值	$\left(\prod_{D_i = D_{\min}}^{D_{\max}} D_i \right)^{\frac{1}{n}}$
直径的算术平均值	$\frac{1}{n} \sum_{D_i = D_{\min}}^{D_{\max}} D_i$
直径的调和平均值	$\left(\frac{1}{n} \sum_{D_i = D_{\min}}^{D_{\max}} \frac{1}{D_i} \right)^{-1}$

注：符号 $\prod$ 是所有 D_i 项的乘积， $\sum$ 是所有 D_i 项的加和， n 是用于平均的直径数。

因此，对一个给定的非球状颗粒，其粒度值还和计算的平均方法有关。不过，当测量直径的数目增加时，相差最大的几何平均值和算术平均值就越来越接近^[1]，如表1-4所示。

表 1-4 给定情况下几何和算术平均值间偏差

最大和最小直径之比	2				3				4				10			
测量平均直径的次数	2	4	10	100	2	4	10	100	2	4	10	100	2	4	10	100
几何和算术平均值偏差 (%)	6	3	2	2	13	8	5	4	20	12	8	6	43	27	18	11

对非球状颗粒通常引入形状因子概念以衡量其偏离球状的程度。基于不同的考虑,形状因子有各种不同的表达方式。

对于形状比较规则的非球状颗粒,像盘状、针状颗粒,可用颗粒的最大直径和最小直径之比值 $\frac{D_{\max}}{D_{\min}}$ 表示其形状因子。显然,对球状颗粒这个因子等于 1。但需要指出,在大量颗粒作统计测量时,如像表 1-4 表示的,若 $\frac{D_{\max}}{D_{\min}}$ 越大,则统计平均方法的影响

就越大,这时用这种方式表达形状因子就不理想了。因子 $\frac{D_{\max}}{D_{\min}}$, 人们有时也叫扁平度或伸长度。

各种粒度测量方法得到的粒度值,我们称为有效直径 D_e , 如沉降分析得到的是斯托克斯有效直径。由此换算为球的表面积和体积应是: $S_e = \pi D_e^2$ 和 $V_e = \frac{\pi}{6} D_e^3$ 。但被测颗粒的实际表面

积 S 和体积 V 可用其他测量方法得到。由此,比例因子 $\frac{S}{S_e}$ 和 $\frac{V}{V_e}$ 也可作为形状因子对待。对于球状颗粒,显然 $\frac{S}{S_e}$ 和 $\frac{V}{V_e}$ 都等于 1。

我们还可由球形度概念,即由测量颗粒的表面积与等体积的球表面积之比来定义形状因子。在实验上,它由氮吸附法和显微镜法得到的 D_{vs} 值之比求得。对球状颗粒,这个因子也等于 1。

关于孔形的问题要更复杂些,除了形状因子概念,还需要引

入弯曲因子概念。当我们应用各种孔径测量方法研究多孔介质的孔结构时，大多把孔隙设想为互不连通的许多孔道，而把孔道又设想为简单的直的圆柱孔（即直的圆柱孔模型）。这种关于孔形的简化的假定，对于研究一些复杂的问题如流体通过多孔介质的流动规律，显然是不可以的。实际上，多孔介质内各个孔通道是互相连通的，而且孔道是弯曲的，孔形是各种各样的。真实孔道长度和模型孔道长度间的这种差异，就需要引入弯曲因子概念。但是在数值上，弯曲因子是等于真实孔道长度和模型孔道长度之比值，还是这个比值的平方或其他数值，目前各个作者说法不一。因为这个问题涉及到另一个概念，即孔形的形状因子。这里引入的形状因子和研究颗粒形状时不同，是衡量各种不规则孔形偏离圆柱孔的程度，但鉴于孔形的复杂性，目前对形状因子还没有一种恰当的表达方式。少数人（像第六章提到的）把形状因子看成为常数，这是一种非常近似的说法。

第二节 颗粒度数据的处理

一、平均粒度和标准偏差

表示粒度测量结果最简单的方法是算术平均值。粒度的算术平均值按下式计算：

$$D = \sum_{i=1}^n D_i f_i \quad (1-1)$$

式中， n 是粒度分级数目， D_i 是每一粒度等级的平均粒度值， f_i 是该粒度的重量分数或颗粒分数[●]。

从表1-2的数据，由公式（1-1）可直接计算出粒度的算术平均值。但是，除非数值简单，这种计算往往是冗长的，它包括一系列乘数。为了方便计算，有一种方法是引入一个新变数^[2]：

$$u_i = \frac{D_i - D_0}{c} \quad (1-2)$$

● 重量分数或颗粒分数加和为1，而重量百分数或颗粒百分数加和为100。