



西安交通大学

研究生创新教育系列教材

无机非金属材料制备方法

高积强 杨建锋 王红洁 编著



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS



西安交通大学

研究生创新教育系列教材

无机非金属材料制备方法

高积强 杨建锋 王红洁 编著

西安交通大学出版社

· 西 安 ·

内容简介

本书以无机非金属材料(陶瓷)材料的制备技术为主线,对原材料及其合成、坯体成形与干燥、致密化烧结、材料后续加工技术进行了系统的介绍,同时对无机薄膜制备,以及其他无机材料热点制备技术也进行了介绍。

考虑到研究生科研工作的要求,书中对与制备技术相关的理论做了比较详细的介绍。本书还包含了传统陶瓷制备技术相关理论基础的内容。

本书可作为研究生与本科生专业课教材使用,也可供有关科研和生产单位的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机非金属材料制备方法/高积强,杨建锋,王红洁编著.
—西安:西安交通大学出版社,2009.9
(研究生创新教育系列教材)
ISBN 978-7-5605-3042-0

I. 无… II. ①高…②杨…③王… III. 无机材料:非金属材料-制备 IV. TB321

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 011512 号

书 名 无机非金属材料制备方法
编 著 高积强 杨建锋 王红洁
责任编辑 屈晓燕

出版发行 西安交通大学出版社
(西安市兴庆南路 10 号 邮政编码 710049)

网 址 <http://www.xjtupress.com>
电 话 (029)82668357 82667874(发行中心)
(029)82668315 82669096(总编办)

传 真 (029)82668280
印 刷 陕西新世纪印刷厂

开 本 727mm×960mm 1/16 印张 21.5 字数 401 千字
版次印次 2009 年 9 月第 1 版 2009 年 9 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978-7-5605-3042-0/TB·51
定 价 36.00 元

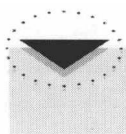
读者购书、书店添货,如发现印装质量问题,请与本社发行中心联系、调换。

订购热线:(029)82665248 (029)82665249

投稿热线:(029)82664954

读者信箱:jdgy@yahoo.cn

版权所有 侵权必究



总序

创新是一个民族的灵魂,也是高层次人才水平的集中体现。因此,创新能力的培养应贯穿于研究生培养的各个环节,包括课程学习、文献阅读、课题研究等。文献阅读与课题研究无疑是培养研究生创新能力的重要手段,同样,课程学习也是培养研究生创新能力的重要环节。通过课程学习,使研究生在教师指导下,获取知识的同时理解知识创新过程与创新方法,对培养研究生创新能力具有极其重要的意义。

西安交通大学研究生院围绕研究生创新意识与创新能力改革研究生课程体系的同时,开设了一批研究型课程,支持编写了一批研究型课程的教材,目的是为了推动在课程教学环节加强研究生创新意识与创新能力的培养,进一步提高研究生培养质量。

研究型课程是指以激发研究生批判性思维、创新意识为主要目标,由具有高学术水平的教授作为任课教师参与指导,以本学科领域最新研究和前沿知识为内容,以探索式的教学方式为主导,适合于师生互动,使学生有更大的思维空间的课程。研究型教材应使学生在在学习过程中可以掌握最新的科学知识,了解最新的前沿动态,激发研究生科学研究的兴趣,掌握基本的科学方法,把教师为中心的教学模式转变为以学生为中心教师为主导的教学模式,把学生被动接受知识转变为在探索研究与自主学习中掌握知识和培养能力。

出版研究型课程系列教材,是一项探索性的工作,有许多艰苦的工作。虽然已出版的教材凝聚了作者的大量心血,但毕竟是一项在实践中不断完善的工作。我们深信,通过研究型系列教材的出版与完善,必定能够促进研究生创新能力的培养。

西安交通大学研究生院



序

对金属材料而言,材料合成、冶炼、制备、加工等过程是分开进行的,因此对金属材料性能与显微组织的研究可以限定在某一阶段,从事金属材料研究的人们完全可以不去从事合成与冶炼工作,也可以不去研究金属构件产品的制造。而无机非金属(陶瓷)材料则是一种工艺性极强的材料,无机非金属材料与产品制备是同步完成的,任何从事无机非金属材料研究的人们都无法回避对材料制备技术的应用。

目前有关材料专业的教学中,对于材料合成、材料制备,以及产品的制备技术与工艺给予的关注较少,使得进入研究生阶段的学生在从事无机非金属(陶瓷)材料的研究时难以进入角色,甚至缺乏最基本的知识。而传统硅酸盐专业教材的教学内容又难以满足新材料、新工艺与新技术发展对无机非金属材料的教学要求。

西安交通大学长期以来在研究生无机非金属材料课程教学中特别注意了关于制备技术的教学工作。20世纪80年代中期,化工学院李运康教授编写了《无机材料化学制备技术》讲义用于教学工作;80年代末期,高积强教授承担了相关课程的教学工作,并在90年代末期编写了《无机非金属材料制备技术》讲义用于教学工作。近年来,杨建锋教授、王红洁教授相继承担与参与了有关课程的教学工作。本教材是在有关讲义的基础上编写的。

参与本书编写的教师除了具有丰富的教学工作经验外,还有长期科研工作的经历,书中有关内容的选取充分考虑了研究生从事无机非金属(陶瓷)材料科研工作的需要。

高积强教授承担了第1章、第2章、第3章第3节的部分内容与第5节、第6章以及第7章第1、2节的编写工作。杨建锋教授承担了第4章、第5章和第7章第3、4节的编写工作,王红洁教授承担了第3章第1、2、3、4节的编写工作。全书由高积强教授进行了最后的统稿工作。

本书由金志浩教授主审,编者对此表示衷心的感谢。

本书的编写与出版得到了西安交通大学研究生院的资助与支持。

由于我们水平有限,书中难免有不妥之处,诚恳地希望得到读者的批评指正。

编 者

2008年10月

目 录

总序 序

第 1 章 绪论	(1)
1.1 前言	(1)
1.2 材料制备过程概述	(2)
第 2 章 无机材料原料及其合成制备	(5)
2.1 无机粉体的基本参数与表述	(5)
2.2 无机粉体的机械制备方法.....	(16)
2.3 常用天然矿物原料.....	(23)
2.4 天然矿物原料的坯料计算.....	(35)
2.5 粉体固态反应制备技术.....	(39)
2.6 固态-气态反应制备技术	(46)
2.7 气相法制备纳米微粒.....	(54)
2.8 湿化学制备技术基础.....	(61)
2.9 溶胶-凝胶(Sol-Gel)工艺制备技术	(67)
2.10 聚合物热解制备技术	(72)
2.11 晶体生长技术	(77)
第 3 章 无机材料成形制备技术	(86)
3.1 概述.....	(86)
3.2 干法成形.....	(91)
3.3 湿法成形	(100)
3.4 成形技术新进展	(122)
3.5 陶瓷坯体干燥技术	(127)
第 4 章 无机材料致密化烧结技术	(134)
4.1 烧结过程的物理化学基础	(136)

4.2	常压烧结	(154)
4.3	热压烧结	(157)
4.4	反应烧结与原位合成技术	(168)
4.5	其他烧结与致密化技术	(172)
4.6	烧结与材料显微组织	(183)
第 5 章	无机材料加工技术	(192)
5.1	无机材料的机械加工	(192)
5.2	无机材料连接技术	(210)
第 6 章	薄膜材料制备技术	(231)
6.1	电化学沉积薄膜制备技术	(231)
6.2	离子注入	(237)
6.3	脉冲激光制膜技术	(253)
6.4	物理气相沉积	(258)
6.5	化学气相沉积	(280)
6.6	外延生长薄膜	(289)
第 7 章	其他无机材料制备技术	(294)
7.1	玻璃制备技术	(294)
7.2	微晶玻璃制备技术	(309)
7.3	多孔陶瓷制备技术	(317)
7.4	仿生陶瓷制备技术	(326)
参考文献		(334)

第 1 章 绪论

1.1 前言

材料是人类社会发展的重要基础,任何一种新材料或新的材料制备技术的出现,对社会发展都具有重要的作用。

一般意义上的材料可以根据其化学成分的不同分为金属、无机非金属和有机高分子材料。金属材料主要包括钢铁、有色金属与合金,以及金属间化合物;无机非金属材料主要包括金属(过渡金属或与之相近的金属)与硼、碳、硅、氮、氧等非金属元素组成的化合物,以及非金属元素组成的化合物;有机高分子材料则主要包括各种塑料、合成树脂、合成橡胶和合成纤维。除此而外,这三类材料的相互复合可以制备得到性能更加优异的各种复合材料。

根据材料使用用途的不同,又可将材料分为结构材料与功能材料。前者主要利用材料的各种机械性能,在不同的环境条件下承担、传递各种外力载荷;后者则主要利用材料固有的各种物理性能,即通过材料的声、光、电、磁等特性,实现对各种信号感知、转换、传递和控制的作用。功能材料在 21 世纪信息化时代将扮演越来越重要的角色;随着高技术的发展,对更多材料提出了结构-功能一体化的要求。

各种材料在生产与使用过程中产生着大量固体废弃物——堆积如山的废矿渣、各种冶炼炉渣、能源生产过程产生的粉煤灰、煤矸石对人类生存所依赖的资源、环境都造成了巨大的破坏。人类在材料使用过程中所产生的材料残骸,例如材料的各种腐蚀产物,以及目前引起人类高度注意的白色污染,也是对环境越来越大的威胁。

研制、开发新材料是材料科学与工程的重要研究内容,各种材料的使用也是材料科学工作者的重要任务,此外还必须关注材料使用过程中对环境与资源的影响。在以上工作中,材料制备技术所起的作用要求我们对制备技术加以特别的关注。

各种新材料的发现与发展依赖于材料制备技术(方法)的发展。例如,虽然早在 1959 年美国著名物理学家、诺贝尔奖获得者费曼就提出了纳米材料的设想:“如果有朝一日人们能把百科全书存储在一个针尖大小的空间并能移动原子,那么这将给科学带来什么!”,但直到上世纪 90 年代,真正意义上的原子移动才通过扫描隧道电子显微镜得以实现。

制备技术对材料性能有着至关重要的影响,工艺制备技术过程决定了材料所能达到的技术指标。只有依赖于现代意义上钢铁制造技术的发展,人们才敢于提出“超级钢”的目标。此外工艺制备技术又是新材料能否推向市场的决定性因素,工艺制备技术的发展决定了新材料的成本与市场规模,市场无法接受的价格是新材料难以得到推广的主要因素。

但迄今为止专门讨论工艺制备技术的各种文献和教科书比较缺乏。与理论研究不同,人们衡量一个产品成功与否的重要标准是产品质量,而并不是产品制造过程的精确或完美性,即使原来对产品或工艺的构想十分完美,但只要材料性能达不到要求,这种工艺思路就会被否定淘汰。

现代工业社会的竞争机制对各种制造技术的专利保护是各种工艺制备技术难以公开的重要原因,在追求最终目标方面不甚成功的人总是愿意介绍自己的经验,而那些已经达到目标的人则总是使用专利保护自己的权利,或者对成功的经历保持沉默。

实际工艺过程中各种因素的分散性与所得结果的离散性,使得人们在对各种工艺制备技术过程进行系统性研究时,经常受到局部因素或偶然性因素的影响,难以得到完美的结论。

在生产企业中,各种材料工艺制备技术在用于生产过程中,经常是通过某些所谓“诀窍”(know how)来体现的。

材料科学与工程专业的专业课阶段已经涉及了大量与传统冶金材料制备技术有关的内容,本书的重点则主要放在无机非金属材料制备技术,特别是采用粉体技术制备陶瓷材料的技术方面。

1.2 材料制备过程概述

材料成分、显微结构及材料性能之间的关系是材料科学与工程学科永恒的主题,材料工艺制造过程在这种关系中的作用可以用图 1-1 加以表达。在图的一端是化合物原料,另一端是最终材料。

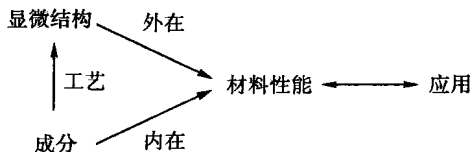


图 1-1 工艺过程、显微结构与材料性能之间的关系

化学成分决定了材料的固有性能,也称为化合物特性或材料的本征特性。一种材料的化合物特性是固有的,当材料组成成分固定时,化合物特性几乎不受外界因素影响。化合物特性包括晶体结构、热膨胀系数、光学的折射率和磁性晶体的各向异性。化学成分是决定材料性能的内在因素。

材料显微组织结构是决定材料性能的外在因素。材料显微组织结构包括相的种类、数量与结构,对于每种相又必须考虑其数量、几何外观(尺寸、形状等)、形貌排列和界面,还有晶格缺陷的类型、结构与几何因素。一种材料的显微组织在很大程度上是不确定的,通过工艺路线的改变可以使材料显微组织结构发生变化,从而影响材料性能;通过显微组织结构因素可以控制的性能包括力学性能(如强度、断裂韧性)、铁电材料的介电常数和铁磁性材料的磁导率。

无机非金属材料(包括某些金属材料)在受力时只有很少的形变或没有形变发生。这种特性限定了不能采用常用的冶金或加工工艺过程来进行材料制备。已经发展出两种基本的制备工艺:第一种是粉末烧结方法,即用细颗粒原料,加上黏结剂使之成形,然后高温烧结成所需的制品;第二种基本工艺方法是将原料熔融成液体,然后在冷却和固化时成形,例如制备玻璃制品。

粉末烧结工艺过程一般可分为4个主要阶段,即原料制备阶段、部件坯体成形阶段、致密化烧结阶段和达到精确尺寸与表面光洁度的加工阶段。其中原料制备又根据采用原料的不同分为“粉料”或“纤维(晶须)”等的制备。

材料制备工艺过程的不同阶段对应着不同的特征工艺参数,它们是工艺过程不同阶段的质量控制参数。

在原材料(粉料)制备过程中的主要参数为化学特征参数、晶体学特征参数、形态学特征参数和堆积特征参数。化学特征参数包括粉料的化学计量和杂质含量的情况;晶体学特征参数包括粉料中存在的非反应相和第二相的情况;形态学特征包含了原料颗粒团聚程度、颗粒尺寸和形状分布,以及粉料的比表面积;原料的堆积特性包含了对原料堆积性、流动性,以及热效应的表征。

部件坯体成形可以采用不同的成形方法,有关成形技术将在后续章节中详细介绍。部件坯体成形阶段的主要特征工艺参数是均匀性、密度以及干燥特性。其中生坯密度根据产品不同而有不同的要求;干燥特性要求在坯体干燥过程中不应产生裂纹;密度分布、黏结剂分布、孔隙尺寸分布,以及添加剂分布的均匀性是高质量生坯的重要标志。

坯体的致密化可以通过不同方法来实现。但几乎所有的致密化方法都基于加热烧结。烧结就是把生坯置于高温环境中,在低于原料熔点温度下,通过原子迁移和粉体表面能的释放,把颗粒原料紧密地连接在一起成为坚硬固体的过程。如果烧结过程中原子的迁移与扩散只是在固态下发生,则称为固相烧结;如果在烧结过

程中产生少量液相来促进原子的扩散和迁移,则称为液相烧结;使用反应性的原料可以实现反应烧结,此外还可以在烧结过程中加压,称为压力烧结或热压烧结。在各种烧结致密化过程中,特征工艺参数主要包括晶粒特性、气孔特性、第二相特性、化学特性和烧结尺寸特性。晶粒特性中包括致密化速率、晶粒尺寸分布和晶粒的生长速率;气孔特性包括气孔的大小与分布;第二相特性需要考虑第二相的总量、分布、尺寸,以及界面或晶内的情况;化学特性必须考虑材料烧结过程中发生的成分偏析、液相的分布与数量、烧结气氛和炉内污染的影响;烧结尺寸特性考虑烧结过程收缩量的大小和收缩的均匀性。

材料烧结后经常需要进一步精加工。材料加工过程的特征工艺参数包括几何特性、机械特性和结构稳定特性。几何特性主要包括加工的尺寸精度;机械特性包括光洁度和对应的加工缺陷;结构稳定特性则必须考虑加工过程中产生诱发相变或诱发裂纹的作用。

第2章 无机材料原料及其合成制备

2.1 无机粉体的基本参数与表述

陶瓷材料使用的原料,根据其来源可分为天然矿物原料与人工合成原料。天然矿物原料的组成由矿物生成过程的天然条件决定,除了传统陶瓷以外,在具有特殊性能要求的陶瓷制备工艺中,很少将其作为主要原材料使用。人工合成原料是通过各种物理与化学方法制备的陶瓷粉料,其化学成分、纯度和其他性能都可以通过人工进行设计,以满足各种特殊陶瓷材料的工艺与使用性能要求。

原料性能对于陶瓷材料制备工艺的确定和陶瓷材料优异性能的获得起着决定性的作用。

通常从化学和物理状态两个方面来评价陶瓷原材料(粉料)。可以把表征陶瓷原材料(粉料)的参数分为化学特征参数、晶体学特征参数、形态学特征参数和堆积特征参数。

化学特征参数包括粉料化学计量和杂质含量的情况;晶体学特征参数包括粉料中存在的非反应相与第二相的情况;形态学特征包含了原料颗粒团聚程度、颗粒尺寸和分布、颗粒形状,以及粉料的比表面积;而原料的堆积特性则包含了对原料堆积性、流动性,以及热效应的表征。

原材料化学组成将直接影响材料的性能,单纯从材料性能角度来看,希望采用高纯度原料,但需要综合考虑原材料中杂质对陶瓷材料工艺制备过程、性能的影响,它们有时有害,有时却有利。例如,某些杂质在烧成过程中可以与原料中的主要成分或其他杂质生成新的晶体相或玻璃相,这类杂质在瓷坯形成过程中起到了矿化剂或熔剂的作用,对材料制备工艺过程起到一定程度的有利作用。根据材料制备工艺和性能的要求,可以对这类杂质的数量加以限制。有的杂质在烧成过程中与原料主要成分发生置换作用而生成固溶体,有利于改善工艺制备性能并提高材料性能,故需要人为添加杂质来达到目的。

在选择原料纯度等级的时候,还要综合考虑纯度要求的效果与成本。在配料时不同原料用量不一样,引进杂质质量也随原料用量多少而不同。用量少的原料,可以考虑用纯度低一点的。例如铅钛酸铅压电陶瓷中, PbO 用量为 67%,对它的纯度要求较高, TiO_2 用量为 10%, ZrO_2 用量为 21%,它们只有 PbO 用量的 $1/6 \sim$

1/3,对它们的纯度要求就可以略微降低。对于加入量少于1%的添加物,对纯度没有特殊的要求,只要纯度在98%以上就可以。有些原料可以通过处理提高纯度,如 Na_2O , K_2O 杂质可以通过水洗或预烧去除。

陶瓷原材料中的晶相、粉料中存在的非反应相和第二相会直接影响得到的陶瓷材料的显微组织结构,并且影响材料的烧结过程。以夹杂物形式存在的杂质会引起应力集中,造成材料的开裂与强度降低。

粉料颗粒的团聚程度、颗粒尺寸和分布、颗粒形状、粉料的比表面积,以及原料堆积特性主要是通过影响陶瓷材料的各种不同成形性能和烧结特性而影响材料显微组织。细小尺寸的原料颗粒具有较大的表面自由能,有利于提高陶瓷材料的烧结推动力,提高陶瓷材料强度;合适的颗粒尺寸分布有利于提高成形时的颗粒填充率,达到最大生坯密度,并有利于提高烧结陶瓷材料的强度。粉料的形态学和堆积学特性,有利于改善材料工艺制造过程的难度,提高效率和降低成本。

陶瓷原材料粉体颗粒是指在物质结构不改变的情况下,分散或细化得到的基本固体颗粒,一般指没有堆积、团聚等结构的最小单元,即一次颗粒。实际上一次颗粒由完整单晶物质构成的情况比较少见,即使对于许多外形较规则的单晶颗粒,也常常以完整单晶体微晶镶嵌结构出现;工程实际中的一次颗粒经常指含有低气孔率的独立粒子,颗粒内部有界面,如相界、晶界等。由于实际陶瓷原料粉体的颗粒十分细小,特别是先进陶瓷材料所使用的超细原料粉体,表面活性较大,易发生一次颗粒间的团聚,团聚体的形成使系统能量下降。造成颗粒自发团聚的原因是范德华引力、颗粒之间的静电引力、吸附水所产生的毛细管力、颗粒之间的磁引力,或者颗粒表面不平滑所引起的机械纠缠力。团聚体内有相互连接的气孔网络。根据团聚体的团聚情况,分为软团聚体和硬团聚体两种。经常把工艺过程中人为制造的粉料团聚粒子称为二次颗粒,例如陶瓷工艺过程中造粒形成的粒子。

陶瓷原料粉体的粒度是颗粒在空间范围所占大小的线性尺度,粒度越小,颗粒微细程度越大。

对于单一球形颗粒,其直径即为粒径。但对于大多数情况中的非球形单颗粒,可由该颗粒不同方向上的不同尺寸按照一定的计算方法加以平均,得到平均直径,或是以在同一物理现象中与之有相同效果的球形颗粒直径来表示,即等效粒径,或叫当量径。对一个颗粒进行三维测量,设有一最小体积的直方体(其三维尺寸如图2-1所示)恰好包围住颗粒,则根据外接立方体的尺寸,按照不同方法计算可以得到几种不同表示方法的单一粒径(表2-1)。

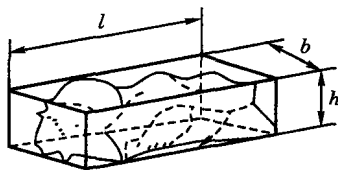


图 2-1 颗粒的外接直方体

表 2-1 单一粒径的计算方法

名称	计算公式	名称	计算公式
长轴径	l	三轴几何平均径	$(lbh)^{1/3}$
短轴径	b	二轴调和平均径	$2/[(1/l) + (1/b)]$
二轴算术平均径	$(l+b)/2$	三轴调和平均径	$3/[(1/l) + (1/b) + (1/h)]$
三轴算术平均径	$(l+b+h)/3$	表面积平均径	$[(2lb+2bh+2hl)/6]^{1/2}$
二轴几何平均径	$(lb)^{1/2}$	体面积平均径	$3lbh/(lb+bh+hl)$

可以用显微镜测量陶瓷原料颗粒的粒径,此时颗粒以最大稳定度(重心最低)置于一平面上,如图 2-2 所示。通过观察颗粒投影,按投影大小,可以按以下几种定义得到粒径。

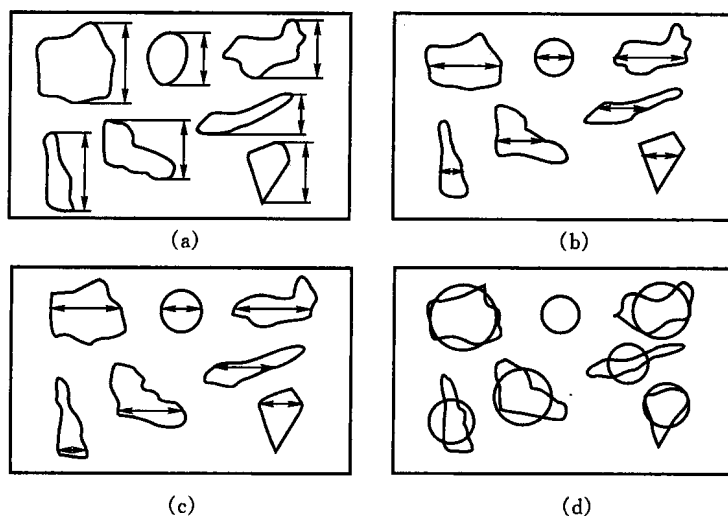


图 2-2 颗粒投影的几种粒径表达方式

二轴径:将颗粒投影外接矩形的长度 l 和宽度 b 定义为二轴径,得到算术平均径 $\frac{l+b}{2}$ 或几何平均径 $\sqrt{lb}$ 。

Feret 径:与颗粒投影相切的两条平行线之间的距离称为 Feret 径,记作 D_F ,如图 2-2(a)所示。

Martin 径:在一定方向上将颗粒投影面积分为两等份的粒径,记作 D_M ,如图 2-2(b)所示。

定方向最大直径:在一定方向上颗粒投影的最大长度,如图 2-2 (c) 所示,记做 D_K 。

投影面积相当径:与颗粒投影面积相等的圆的直径,又称作当量径,如图 2-2 (d),记作 D_H 。

投影周长相当径:与颗粒周长相等的圆的直径,记作 D_C 。经常用于考察颗粒的形状。

实际使用的陶瓷粉体不可能由单一颗粒大小进行描述,而是由颗粒群构成,颗粒的平均大小被定义为该粉体的颗粒尺寸,一般用粒径表示,粒径是粉体性质最重要和最基本的参数。粒径又称粒度。粒径的定义和表示方法由于颗粒的形状、大小和组成的不同而不同,同时又与颗粒的形成过程、测试方法有密切联系。陶瓷粉体颗粒系统所包含的颗粒尺寸一般都存在一个分布范围,其分布范围越窄,分散的程度越小,集中度越高。

对于由许多粒径大小不一颗粒组成的分散系统,若已知粒径为 D 的颗粒个数为 n ,或比重为 W ,则颗粒群的平均粒径按个数基准和质量基准的计算如表 2-2 所示。

表 2-2 按个数基准和质量基准计算的颗粒群平均粒径

名 称		计算公式	
		个数基准	质量基准
加权径	个数(算术)平均粒径 $d_1(d_n)$	$\frac{\sum(nd)}{\sum n}$	$\frac{\sum(W/d^2)}{\sum(W/d^3)}$
	长度平均径 d_2	$\frac{\sum(nd^2)}{\sum(nd)}$	$\frac{\sum(W/d)}{\sum(W/d^2)}$
	面积平均径 d_3	$\frac{\sum(nd^3)}{\sum(nd^2)}$	$\frac{\sum W}{\sum(W/d)}$
	体积(质量)平均径 $d_4(d_m)$	$\frac{\sum(nd^4)}{\sum(nd^3)}$	$\frac{\sum(Wd)}{\sum W}$
平均表面积径 d_s		$\left[\frac{\sum(nd^2)}{\sum n} \right]^{1/2}$	$\left[\frac{\sum(Wd)}{\sum(W/d^3)} \right]^{1/2}$
平均体积径 d_v		$\left[\frac{\sum(nd^3)}{\sum n} \right]^{1/3}$	$\left[\frac{\sum W}{\sum(W/d^3)} \right]^{1/3}$

续表 2-2

名 称	计算公式	
	个数基准	质量基准
调和平均径 d_h	$\frac{\sum n}{\sum (n/d)}$	$\frac{\sum (W/d^3)}{\sum (W/d^4)}$
比表面积径 $d_s^{1)}$	$\frac{\varphi}{S_v}$	$\frac{\varphi}{\rho_s S_w}$
中位径 d_{50}	粒度分布累积值为 50% 时的粒径	
多数径 d_{mod}	粒度分布中含量最高的粒径	

1) φ 为颗粒形状系数,球形颗粒取 6; ρ_s 为颗粒密度; S_v, S_w 分别为单位体积、单位质量的表面积

虽然实际粉体颗粒的粒度并不严格连续分布,但是工程中可以认为多数粉体的粒度是连续分布的。在测量中,将连续的粒度分布分割成离散的粒度分级,测出每一个分级中的颗粒个数百分数或质量百分数,或者测出小于(或大于)各个粒度的累积个数百分数或累积质量百分数。可以采用显微镜法或计数器法获得颗粒个数分布数据,用筛分法或沉降法等获得质量分布数据。颗粒粒度的分布状态可以通过分布函数表达,通常表示为正态分布或对数正态分布等函数形式。

粉体粒子的几何学性质是粉体的最重要性质。目前已经开发出了许多粒度测定技术(表 2-3),大部分技术都需要把试样分散在水中进行测量,或通过在液体中分散粉体制备试样,这时测量得到的结果可能与干燥状态的粒子有一定差别。

表 2-3 粒度测定分析的一般方法

方法	条件	技术或仪器	粒度范围/ μm
显微镜	干或湿	光学显微镜	0.25~250
	干	透射或扫描电子显微镜	0.001~5
筛 分	干或湿	编织筛或自动筛	>40
	湿	微孔筛	5~40
沉 降	干/重力沉降	微粒沉降仪	
	湿/重力沉降	移液管,密度差光学沉降仪, β 射线返回散射仪,沉降天平,X射线沉降仪	2~100
	湿/离心沉降	移液管,X射线沉降仪,光透仪,累计沉降仪	0.01~10

续表 2-3

方法	条件	技术或仪器	粒度范围/ μm
感应区	湿	电阻变化技术	0.4~800
	湿或干	光散射,光衍射,遮光技术	0.001~10
X射线	干	吸收技术,低角度散射和线叠加	0.001~0.05
	湿	β 射线吸收	
表面积	干	外表面积渗透	0.5~100
	干	总表面积,气体吸收或压力变化,重力变化,热导率变化	10~0.001
	湿	脂肪酸吸收,同位素,表面活性剂,溶解热	
其它	干或湿	全息照相,超声波衰减,动量传递,热金属丝蒸发与冷却	

筛分法是最传统的粒度分析法。将分散性较好的粉体试样通过一系列不同筛孔的标准筛,将其分离成若干粒级,分别称重,得到以质量百分数表示的粒度分布。筛分法适用于 100 mm~20 μm 之间的粒度分布测量。如采用电成形筛(微孔筛),其筛孔尺寸可至 5 μm ,或者更小。各个国家规定有不同的标准筛系列,其中大多数系列的筛孔尺寸按等比几何级数变化,故相邻号筛孔面积之比为 $\sqrt{2}=1.414$ 。

美国 Tyler 系列筛以目(每英寸长度上的孔数)作为筛号。基准筛为 200 目,孔尺寸 0.074 mm,丝直径 0.053 mm;最细 400 目,筛孔尺寸 38 μm 。美国国家标准局的 ASTM 系列则直接使用筛号,以 18 号为基准,筛孔尺寸 1 mm,最细为 400 号,筛孔尺寸为 37 μm 。目前开始推广使用的国际标准组织(ISO)筛系列,基本上沿用了 Tyler 系列,取其相邻两个筛子中的一个组成 ISO 系列的筛号。与 Tyler 筛不同的是,ISO 系列筛孔尺寸值整齐,且直接将筛孔尺寸标于筛上,而不用目表示。因此,此系列筛孔尺寸按 $\sqrt{2}$ 等比几何级数变化,即相邻两筛的筛孔面积比为 2,最细筛孔尺寸为 45 μm 。Tyler 筛与 ISO 筛系列如表 2-4 所示。

由于制造工艺的原因,出厂筛子的筛孔尺寸难以保证一致。在使用过程中,筛子也会因变形而失去筛孔尺寸的准确性,因此筛子必须校准。美国国家标准局建议出厂筛子采用显微镜法校准,即依次测量 5~10 根金属丝直径,每根丝测量 4 次取其平均值。由单位长度上的金属丝数算出平均筛孔尺寸。对使用过程中的筛子,应准备一种已知粒度分布的标准样品对筛子进行定期检查,标准样品一般选用玻璃微球。美国国家标准局供应的玻璃微球粒度范围为 8~35 目、20~70 目及