

# 陶瓷粉料细度、浊度及颗粒度测定

## 一、实验目的意义

在材料的开发和生产过程中粉体材料所占的比例最大，材料的合成、材料之间的复合基本都与粉体材料有关。在现代高科技领域例如航空、航天的超高温材料；电子工业、粉末冶金工业的超导材料、记忆储存材料；表面涂层和薄膜材料以及纳米材料……，上述材料的制作都与粉体相关，并且对粉体的细度、浆体的浊度及颗粒度提出了更高的要求。在日常生活中我们也会经常遭遇粉体材料以及它们的后加工制品例如食品工业的面粉、医药工业的药丸、建筑工业的水泥、各种涂料……。

### 本实验的目的：

1. 理解粉料细度、浊度及颗粒度的基本概念。
2. 了解测定粉料细度、浊度及颗粒度的各种方法和技术手段。

## 二、实验基本原理

粉体材料的颗粒尺寸大小可以表述为：A：mm，B： $\mu(10^{-3}\text{mm})$ ，C：nm(10<sup>-9</sup>mm)。粉体材料的细度为一定数量的粉料通过某种设备(分级筛)后的颗粒状态。它表示粉体材料的可分散状况和程度，用分级筛尺寸大小“目”来表示。目为各分级筛中孔径尺寸，即单位平方内的孔的数量，用孔/cm<sup>2</sup>或者孔/英寸(单位长度)来表示。

粉体材料的颗粒度为某一定量的粉料在一定的颗粒尺寸大小范围内各种尺寸的颗粒所占的比例大小。它表示粉体材料内颗粒大小的分布状况，用粒径分布曲线、粒径百分数来表示。

粉体材料的细度及颗粒度是两个完全不同的概念，是从各自的角度描述粉体材料颗粒尺寸大小和状态，粉体材料的细度和颗粒度在玻璃、陶瓷、水泥、釉料……等无机材料的生产中是两个重要的物性参数，在材料的研发过程中上述两个物性参数也作为重要依据。

测定粉体材料的细度及颗粒度的方法有多种，例如筛析法、沉降法、显微镜法、光透视法……。

### 1、粉体材料的细度及颗粒度测定方法：

#### (1) 筛析法：

筛析法是目前生产和科研中经常采用的一种方法，该方法所采用的设备比较简单，价格便宜，使用操作较为方便，其分级筛按照(ISO) 国际标准进行分布排列，采用筛析法可用干法和湿法两种方法。干法的特点是能快速分级，但是筛孔有可能堵塞，分级精度略低。湿法能提高分级精度，筛孔堵塞的可能性降低，同时还能对液体材料进行过滤。但是如要将浆体还原成粉末还需干燥过程，增加操作程序，提高生产成本。

#### (2) 显微镜法：

显微镜法所采用的方法是將一定数量的粉体材料(已干燥)在显微镜下进行直接观察,根据显微镜所标定的尺寸、放大倍数由此推导出颗粒的平均尺寸大小和形态。

### (3) 沉降法:

沉降法所采用的方法原理是斯托克斯理论:

$$V = \frac{(d_1 - d_2)gX^2}{18\eta}$$

式中:  $V$  颗粒沉降速度  
 $X$  球体颗粒直径  
 $d_1$  粉体材料的密度  
 $d_2$  液体介质的密度  
 $g$  重力加速度  
 $\eta$  液体介质的粘度

### (4) 光透视法:

光透视法所采用的方法原理也是以斯托克斯理论为基础,测定颗粒在沉降过程中悬浮液的浊度(用浊度仪)。

有关测定粉料细度及颗粒度的其他方法请参考相关书籍和资料。采用沉降法(或者以沉降法为基本原理的其他方法)都必须在滞流条件下才能应用斯托克斯理论确定粉料的斯托克斯粒径。即最大颗粒计算的雷诺准数必须符合:

$$Re = \frac{d_{\max} Hd}{T\eta} \leq 0.3$$

式中:  $d_{\max}$  粉料颗粒的最大斯托克斯直径(cm)  
 $H$  沉降高度(cm)  
 $d$  液体介质密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ )  
 $\eta$  液体介质粘度( $\text{g}/\text{cm} \cdot \text{s}$ )

## 2、浊度的基本概念

水的浑浊程度以浑浊度(浊度)作为指标。浑浊度和色度是两个不同的概念,透明和浑浊才是一对矛盾的组合物。此外,浑浊度与悬浮物质含量也不一定成正比,悬浮物质的含量能够通过过滤得到。而浑浊度则是一个光学效应,它表现为光线透过液体(或水)层时所受到的阻碍程度。该光学效应与颗粒的大小和形状相关。液体(或水)的浑浊度越高,反射光和散射光就越强,而透射光就越弱。反之,液体(或水)的浑浊度越小,反射光和散射光就越弱,而透射光就越强。因此,通过测定散射光和透射光的强度变化就能够得到液体(或水)的浊度。

### 3、浊度的测定方法:

- (1) 化学分析法: 采用透明度试管法。
- (2) 仪器分析法: 采用光学的散射和透射原理,将浑浊程度转换成相对应的光电信号输出。

### 4、浊度的计量单位:

浊度的计量单位目前各个国家都还没有一个统一的标准。国际标准化组织颁布了“ISO 7027 水质-浊度的测定”的国际标准,规定了浊度标准溶液的配制方法(福尔马肼法)和浊度

的计量单位(FNU)。其他表示浊度的计量单位有：度、mg/L、ppm、FTU、NTU。

(1) 度：1mg/L。即壹升蒸馏水中含有 1mg 的  $\text{SiO}_2$  所构成的浑浊度为 1 度。该单位又被称为“硅单位”，此方法比较实用，但是不够精确， $\text{SiO}_2$  也可以被硅藻土、高岭土替换。

(2) ppm：1g 精制高岭土放入 1L 的烧瓶，然后将蒸馏水倒入烧瓶，直至 1L 刻度(1000ml 蒸馏水)，得到 1000ppm 标准溶液，并由此标准溶液为基准来测定其他液体的浑浊度。

(3) FTU：1971 年美国公共卫生协会采用福尔马胂(Formazin)聚合物作为基准物当 1L 蒸馏水中含有 1mg 该聚合物时，其浑浊度为 1FTU，溶液的配制方法与 ISO 7027 国际标准相同。

(4) NTU：当采用光学的散射和透射原理，将浑浊程度转换成相对应的光电信号输出时，以福尔马胂(Formazin)聚合物作为基准物，当 1L 蒸馏水中含有 1mg 该聚合物时，其浑浊度为 1NTU，溶液的配制方法与 ISO 7027 国际标准相同。

(5) FNU：ISO 7027 国际标准的福尔马胂(Formazin)浊度单位。

### 三、实验仪器及装置

根据需要可分别采用筛析法、光透视法进行本实验。

筛析法、光透视法所使用的仪器和设备：

筛析法设备图 11.1：

图中：1. 1 号筛；2. 2 号筛；3. 3 号筛；4. 4 号筛；5. 筛盖；6. 筛底座；7. 震动机械

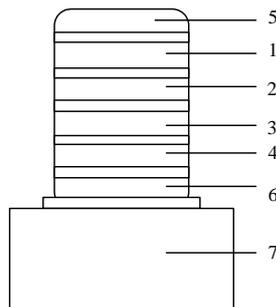


图11.1 筛析法设备



图11.2 WQL-粒度仪

浊度仪：实验仪器为 WGZ-200 浊度仪

粒度(浊度)仪：图 11.2 WQL -粒度仪(含计算机)

WQL -粒度仪(含计算机)配套仪器组件：

1. 粒度仪；2. 计算机；3. 打印机；4. 擦圆盘直角板；5. 交流稳压器；6. 超声波清洗器；7. 液体密度计；8. 毛细管粘度计；9. 玻璃管注射器、针头。

WGZ-200 浊度仪的测试范围：

NTU：0.00~1.99；2~19.9；20~199。

NTU 的最小值：0.01(0.00~1.99)；0.1(2.0~19.9)；1(20~199)。

粒度(浊度)仪为 WQL(LKY-2)型微颗粒测定仪(含计算机)的测试范围：

粒度范围最大粒径 60 $\mu\text{m}$ ；最小粒径 0.01 $\mu\text{m}$ ；样品浓度范围：0.1~0.5%；圆盘转速范围：600~10000r/min；精度： $\geq 0.05\%$ 。

## 四、实验样品的要求及制备

1、筛析法对实验样品的要求是：

(1) 选择原料 A、配合料 B(两种原料各大约 300g 左右)。

(2) 将原料 A、配合料 B 中的杂质清除。

(3) 对原料 A、配合料 B 进行干燥处理(防止粉体材料结块和成团)，干燥时间、温度的参数制定在实验教师指导下进行。

(4) 对原料 A、配合料 B 进行称重(在实验教师指导下进行)。

(5) 将原料 A、配合料 B 放置在样品器中待用(防止受潮)。

2、光透视法对实验样品的要求是：

(1) 悬浮液体的配制(在实验教师指导下进行)。

(2) 悬浮液体的 pH 控制。

(3) 电介质引入悬浮液体。

(4) 表面活性介质引入悬浮液体。

(5) 将已配制好的悬浮液体静止存放观察液体悬浮效果，直到满足实验要求。

## 五、实验步骤

1、筛析法实验

根据生产和科研的具体要求可以选择人工筛析和械筛析。本实验采用手工干法筛析，具体操作步骤如下：

(1) 将标准筛按照筛网的孔径从上到下进行组合排列(孔径尺寸从大到小)。

(2) 将样品器中的原料 A、配合料 B 按照实验顺序分别分批放入两组标准筛(每批大约 100g)。

(3) 合上标准筛的筛盖(防止原料粉尘溅出，确保原料恒重)。

(4) 手持壹组标准筛进行平行往返移动(以平面为基准)。

(5) 控制过筛时间(一次过筛大约 15 分钟)。

(6) 取出各层筛的原料进行称重(记录筛上、筛下原料的重量)。

按照上述程序完成剩余批量原料的过筛和称重。

2、光透视法实验：

光透视法实验包含两个实验：浊度测定实验；粒度测定实验。

A、浊度测试实验过程：

(1) 根据实验要求配制一组不同浓度含颗粒的悬浮液体(在实验教师指导下进行或者由实验教师提供)。

(2) 准备一定数量供实验用的蒸馏水或者纯净水。

(3) 检查实验仪器的工作状态(线路、显示屏、样品基座、各种调节旋钮)处于正常状况。

(4) 启动浊度仪的工作电源，保持正常工作状态 15 ~ 20 分钟。

(5) 将参照液体(蒸馏水)放入样品基座内并启动读数旋钮。

(6) 调零校正(在该仪器的可测范围内)。

(7) 取出参照液体，将待测悬浮液体放入样品基座内并启动读数旋钮。

(8) 进行读数记录，完成一组实验，切断电源。

B、粒度测试实验过程：

(1) 检查粒度仪、计算机、打印机的工作状态。

(2) 根据实验要求配制一组不同浓度含颗粒的悬浮液体(在实验教师指导下进行或者由实验教师提供)。

(3) 选择测定条件(a 选择旋转流体 b 选择缓冲液体 c 选择圆盘转速)。

(4) 测试悬浮液体与缓冲液体的注入圆盘腔体。

(5) 启动计算机操作程序。

(6) 调整测量基线。

(7) 输入参数和采集数据。

(8) 处理数据(重复进行)。

(9) 打印测试报告。

(10) 显示测定结果。

(11) 保存结束、关机。

## 六、实验结果与数据处理

1. 将筛析法所测定原料 A、配合料 B 中各层筛的重量数据进行列表、制作筛上(下)的粉体重量-目数图。

2. 将浊度测试实验和粒度测试实验的数据进行列表、制图。

## 七、实验结果与讨论

1. 影响干法过筛数据误差的因素及消除方法。

2. 悬浮液体的浊度、粒度分布在粉体材料的科研、生产中有何指导意义。