

粉体粒度与研磨技术

王云,陈宁

(淄博赛德克陶瓷颜料有限公司,山东 淄博 255129)

摘要: 概括介绍了最常见的几种粉体粒度的测试方法,初步探讨了在超细粉碎过程中的逆研磨问题以及研磨条件(分散介质、分散剂)对研磨效率的影响。

关键词: 粉体;粒度;逆研磨;研磨平衡

中图分类号: O764,TD453 **文献标识码:** B

文章编号: 1008-5548(2000)04-0013-04

众所周知,粉体作为一种工业用原料和人们日常生活中的必需品,已越来越广泛地应用于冶金、化工、陶瓷、颜料、染料、造纸、食品、医药、化妆品等行业。粒度是粉体的一项重要物理指标。随着科学技术和粉体工程学的日益发展,人类与粉体的关系也越来越密切,因而粉体粒度的测试、超细粉碎及分级等技术正在日新月异。本文介绍了最常见的几种粒度测试方法,供生产及科研工作者在进行方法和仪器的选择时做参考。本文也对超细粉碎过程中出现的逆研磨现象进行了实验探讨。

1 粉体粒度

1.1 粒度测试的重要性

颗粒大小即粒度的确定,在科学研究和实际生产中有着普遍性的重要意义,在陶瓷行业也不例外。粉体的颗粒特性对粉体技术、工艺控制和产品质量起着非常重要的作用。粉体的颗粒特性包括粒度、粒度分布、颗粒形状、孔隙度、比表面积等,其中粒度及粒度分布是粉体最重要的特性。因此,把粉体粒度及粒度分布的测试作为保证产品质量和开发新产品的重要手段早已成为人们的共识。

1.2 粒度测试方法简介

由于粒度可大至厘米,小至微米、亚微米甚至纳米数量级,而且颗粒的形状、分布、表面性质及凝聚性质等方面存在着很大的差异,因而难以用一种方法来实现粒度的测试。科学技术的发展为粒度和粒度分布的测试提供了各种各样的方法和仪器,而对

粒度测试方法和仪器的选择则必须要根据粉体粒度范围、材质、颗粒形态及测试目的的不同要求来确定。本文对常用的几种粒度测试方法做一简单介绍,供从事粉体工作的技术人员参考。

1.2.1 筛分法

筛分法是采用一系列不同筛孔大小的标准筛,将粉体试样分成若干级别后,分别称重,得到以质量分数表示的粒度分布。该方法的特点是:(1)成本低,操作简单,但重现性差;(2)不能对粘附和团聚性强的物料进行筛分;(3)只适用于大颗粒(大于 $40\mu\text{m}$)的测定。在实际生产中,一般适用于原料的分选及细粉碎前的预处理。

1.2.2 显微镜法

该方法是唯一一种直观的检测方法,采用的仪器有电子显微镜和光学显微镜。由于采用电子显微镜测试,样品的制备很复杂、耗费时间长、范围窄、仪器贵,故不适用于实际生产的需要,在此不做赘述。光学显微镜法通常是使用目镜上带有测微尺或方格网的偏光显微镜来进行。所得到的粒度分布是以面积分数来表示的。

其特点是:(1)直观,可以直接观察颗粒的形态并测量其大小,还可以直接判断粉体样品的分散程度;(2)利用正交偏光,还可对混合物中的某些矿物有选择性地测定,如陶瓷泥浆中的石英、陶瓷色料中的某些矿物等;(3)由于是唯一一种直观的检测方法,故可用于标定其它方法,且测试费用低;(4)所用样品极少,因而代表性较差;(5)这是一项经验性很强的工作,因此对测试人员的要求较高;(6)该法适用于粒度范围在 $1\sim 850\mu\text{m}$ 的测试,可用于生产控制和对粒度分布的测量精度要求不太高的场合。

1.2.3 沉降法

沉降法系根据不同大小的颗粒在力场中沉降速度不同这一原理而研制的粒度分析仪器。该方法分重力沉降和离心沉降两大类。

(1)重力沉降法

将粉体试样在介质中分散处理后,置于重力场

中,自由沉降。根据 Stokes 沉降原理,颗粒在介质中的沉降速度与其粒径的平方成正比这一原理进行计算。这类仪器也称为沉降天平。其特点是:成本低,操作简单。但由于是仅依靠重力沉降,故测微细颗粒时,测量时间过长。

(2)离心沉降法

对于微细颗粒,为了弥补重力沉降的不足而加上一个离心力场,使试样高速旋转,因此大大加快了试样的沉降速度,缩短了测试时间。测量下限可由 $2\mu\text{m}$ 减至 $0.1\mu\text{m}$ 甚至更小。

沉降法中有个非常现实的问题,即必须知道试样的真比重才能对其进行测试,否则,将无法计算出其粒度及分布,因此大大限制了其推广应用。

1.2.4 激光粒度分析法

在多种粒度分析方法中,激光粒度分析技术虽然是最年轻的一种,但却有着无可比拟的优越性。它是高科技的产物,人称激光粒度仪为“性能超群的

新一代粒度分析仪”。

激光粒度仪是根据 Frannhoffer 衍射和 Mie 散射理论研制而成的。根据衍射角与粒度成反比的原理,再通过对衍射光强度及衍射角的测量加以计算即可确定被测样品的粒度分布情况。所得到的粒度分布是由质量分数来表示的。

其特点是:(1)测试速度快,自动化程度高,应用范围广;(2)测试结果不受人为因素干扰,具有良好的重现性;(3)适用于粒度范围在 $0.1\sim 500\mu\text{m}$ 的测试。但经与其它方法的测试结果比较,相对来说,对于粒度分布在 $0.1\sim 500\mu\text{m}$ 的微细粒样品,可进行高精度的测试;而对于粒度分布在 $50\sim 500\mu\text{m}$ 的中粗颗粒来说,准确度较差。

1.3 几种常见粒度测试方法的比较和选择

1.3.1 测试方法的比较

几种常用粒度测试方法的比较见表 1。

对同一试样用不同的测试方法所得到的结果进

表 1 常粒度测试方法的比较

方法	适用粒度范围/ μm	测试依据的原理或效应	仪器价格	测试精度
筛分法	>40	标准筛孔	极低	低
光学显微镜	$1\sim 850$	通常是颗粒投影的尺寸	低	高
电子显微镜	$0.001\sim 5$		昂贵	
重力沉降	$2\sim 100$	沉降效应,随时间和位置的变化	低	较高
离心沉降	$0.01\sim 10$		较低	
激光粒度分析	$0.1\sim 500$ (Cilas 1064)	应用激光衍射原理,测量颗粒群衍射谱。	较高	对于粒度分布在 $0.1\sim 50\mu\text{m}$,高; 对于粒度分布在 $50\sim 500\mu\text{m}$,较高

行比较时,应注意以下几点:

(1)由于方法不同,原理各不相同,所得结果表示方法也不同,如质量分数、面积分数、体积分数等,因此粒度的含义也不同;

(2)不同测试方法中,粒径的意义也不相同,只有当颗粒是规则球形且表面光滑时,这些意义不同的粒径值才可能相等;

(3)不同方法和仪器中,颗粒的分散状态不同也会导致测量结果的差异,如:颗粒浓度、分散介质、分散剂种类和加入量以及分散方式等都有影响。

总而言之,同一样品用不同方法测试的结果不一致,有时相差很大并不奇怪。

1.3.2 测试方法的选择

在测试方法和仪器的选择时,由于各自的工作角度不同,所以要注意以下几点:

(1)根据测试数据的用途。希望获得的是有意义的粒径,是粒度分布还是某一粒度的累积、筛上(或筛下)质量分数,是面积分数还是质量分数;

(2)根据所测样品的粒度范围。可首先按表 1 初步选择合适的方法,最好先用显微镜大致观察所测样品的粒度范围(表中所给出的粒度范围不是绝对的)。

(3)根据所要求的测试准确度和精度。如科学实验要求有较高的准确度和精确度,而生产中的常规测试则要求快速简便,尽可能自动化。

(4)根据被测试样本本身的特点、取样难易、可取样品量及分散的难易程度等,选择测试方法和仪器。

随着科学技术和粉体工程学的发展,越来越多的粉体测试方法和仪器可被采用。但根据科研和生产的实际需要及粉体性能选择适宜的测试方法和仪

器是至关重要的。因此在测定粒度分布时一定要注明所选用的方法、仪器和测试条件。从上述的介绍和比较看,激光粒度仪在线快速分析成为今后大生产中粉体粒度测试技术的发展趋势。

2 研磨技术

粉体的制备过程,特别是研磨,是一项既耗时又耗能的工作。因此研磨效率的高低就成了粉体制备的关键因素。为此,人们投入了大量的人力、财力和物力进行研究。随着粉体工程学的发展,目前,不仅有新型高效的粉碎设备如冲击式粉碎机、搅拌磨、气流磨、分级机等不断研制应用,而且还对传统的研磨技术进行改进,如调整工艺参数、选择球磨转速、适宜的料、球、水比等来提高研磨效率。

以下主要针对传统生产中经常遇到的逆研磨现象进行了探讨。通过合理选择研磨条件,即加入不同的分散介质和分散剂,观察研磨平衡和研磨极限的变化来推迟逆研磨的出现,从而提高研磨效率。

2.1 逆研磨现象

在粉碎过程中,人们经常发现当物料的粒度达到一定细度时,如果继续研磨下去,就会出现粒度不但不会越来越细,反而越磨越粗,且这种现象随着超细粉碎的进展而越来越普遍。

要深入探讨这一问题,可以从微观机械力化学基本理论角度分析:固体物料的粉碎首先主要是依靠机械作用的碰撞、研磨导致物料颗粒的粒度变小,比表面积增大。但在粒度逐渐细化的过程中,如果物料得不到充分分散,那么又会在同一个机械作用(当然还有其它作用,如范德华作用、双电层静电作用等)下,促使物料颗粒的团聚,从而增大表观粒度,减小比表面积。因此,可以认为超细粉碎过程到一定程度后,伴随着一系列颗粒微观上理化特性的质变,就会出现一个粉碎 \rightleftharpoons 团聚的可逆过程。当这正反两个过程的速度相等时,便达到了粉碎过程中的动态平衡,则颗粒尺寸达到极限值。此时,进一步延长粉碎时间是徒劳的。因为这时的机械力已不足以抗衡物料更高的断裂强度,只能用于维持粉碎平衡,并促进小颗粒的重聚,于是,所谓的“逆研磨”现象就会出现。

2.2 实验

为了探讨逆研磨现象发生的机理、条件,以便控制和推迟逆研磨的发生,我们做了如下实验。

2.2.1 实验设备

实验室用行星球磨机,型号 QM-ISP 立式四

筒型,玛瑙球磨罐,研磨介质为玛瑙球。

2.2.2 实验方法

将过 100~160 目筛的干燥石英粉,按表 2 的配比装入 4 个球磨罐中(试样编号见表 2),同时研磨。磨转机速为 150r/min,然后按一定时间依次取样进行测试。

表 2 试样编号及配比表

试样编号	石英粉量/g	装球量/g	分散介质量/mL	分散剂量/mL
1	30	90	(干磨)	
2	30	90	水,15	
2	30	90	酒精,15	
2	30	90	水,10	CMC,5

2.3 实验结果及讨论

2.3.1 实验结果

用偏光显微镜大致观察后,采用法国产 Cilas 1064 激光粒度仪进行测试。各试样的中位粒径测试结果见表 3;各试样中位粒径与研磨时间的关系见图 1。

表 3 各试样中位粒径测试结果

试样编号	时间/h						
	0	6	12	20	30	40	50
1	135.85	2.17	1.99	1.92	2.03		
2	135.85	2.23	1.29	1.02	0.98	0.87	1.04
3	135.85	2.33	1.27	1.10	0.86	0.82	0.90
4	135.85	2.45	1.35	1.07	1.05	0.89	0.80

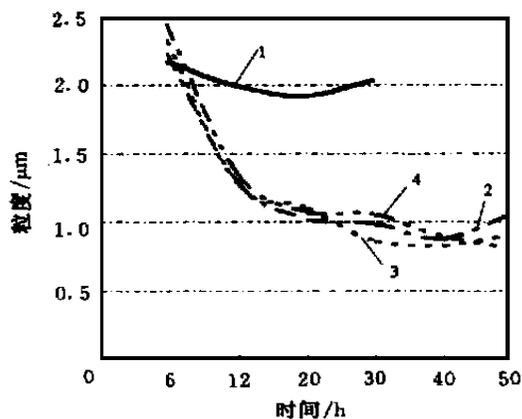


图 1 各试样中位粒径与研磨时间的关系

2.3.2 讨论

从表 3 及图 1 的分析可看出,粉石英的超细粉碎经历了一个细化与团聚的复杂过程。实验总结见表 4。

对表4的分析讨论如下:

(1)关于研磨工艺的选择

无论干磨还是湿磨,在粗颗粒时研磨效率都很高。而在 $2\mu\text{m}$ 以下时,研磨效率都很低。当干磨时,进入研磨平衡的时间和逆研磨开始的时间都相当早,且达到研磨极限的粒径粗。而在有分散介质存在的湿磨条件下,研磨平衡的时间推迟了至少10h,研磨极限的粒径也比干磨时细得多。尤其是在有分散剂存在的4#试样中,结果更为明显。4#试样的逆研磨现象尚未发生。

表4 实验结果分析

试样 编号	研磨高 效区/h	研磨低 效区/h	研磨平衡 时间/h	逆研磨开 始时间/h	极限粒径 / μm
1	0~6	6~12	12~20	20~30	1.92
2	0~6	6.40	20~40	40~50	0.87
3	0~6	6~40	30~40	30~40	0.82
4	0~6	6~40	20~30, 40~50	~	<0.80

(2)关于分散介质和分散剂(表面活性剂)的作用及机理

在湿磨条件下,由于有分散介质的存在,因而介质的吸附作用可以有效地防止颗粒的直接接触,从而减小颗粒间范德华力的作用。而当研磨到一定程度后,在机械力作用下,颗粒晶体破碎而又不能完全分离时,由于晶体颗粒对水的亲和力小而重新凝聚,所以2#试样在湿磨条件下最早开始逆研磨。当有分散剂加入时,分散剂可渗入晶体的裂缝,加速颗粒的细化。而已被粉碎的晶体由于分散剂的加入而保持一定的距离,不至于碰撞凝聚。分散剂既具有水的亲和作用,还可防止双电层静电作用及熔剂化膜的大量产生。所以,4#试样达到研磨平衡的时间明显推迟且粒径细于其他试样。3#试样以酒精作为分散介质,由于酒精具有悬浮及分散剂的双重作用,所以它的研磨效率是比较高的。但它作为分散剂时,浓度较大,粉碎到一定程度后,容易在晶体表面形成一层较厚的保护膜,使研磨介质不能撞击到晶体本身,只能在膜上滑动,致使研磨效率下降,故逆研磨开始时间比4#试样早。

2.4 结论

(1)超细粉碎是一种高能耗作业。故在生产中,要根据实际需要,适当选择粉碎设备和工艺条件,以

便降低生产成本和能耗。当对粉体的粒度要求很细的情况下(小于 $2\mu\text{m}$),则一定要选择湿磨。因为湿法工艺在超细研磨时效率高,且能达到干式研磨达不到的粒度。

(2)从实验可见,逆研磨发生的时间、研磨平衡和极限粒径不是绝对的,它随实验条件的变化而变化。因而为了推迟逆研磨发生的时间和提高研磨效率,在实际生产中,可多做实验,以便找到恰当的生产条件。这样既提高了效率,又降低了生产成本。

(3)分散剂(表面活性剂)在研磨过程中起着非常重要的作用,这是不言而喻的。如果被磨细的物料都能够得到充分分散的话,团聚就不存在,那么所谓的“逆研磨”现象就不会发生。因而可以说,分散剂的恰当选择是解决逆研磨问题行之有效的途径。这从另一方面来讲也是唯一的。因为在超细粉碎中,促使颗粒团聚的基本原因除不可忽视的,但又无法回避的机械作用外,就是颗粒之间的范德华作用、双电层静电作用、溶剂化膜作用和吸附层的空间排斥作用,而与这4种作用有直接关系的除物料及分散介质外,就是分散剂。

〔参考文献〕

- [1] 艾伦·颗粒大小测定[M].北京:中国建筑工业出版社,1984.
- [2] 张庆今·陶瓷原料细磨过程的机械力化学效应[J].中国陶瓷,1990,(5):4.
- [3] 任骏,卢寿慈·固体颗粒的分散[J].粉体技术,1998,4(1):25~33.
- [4] 盖国胜·超细粉碎/分级系统设计要点[J].粉体技术,1996,2(4):36~38.

Particle Size and Milling Technology

WANG Yun, CHEN Ning

(Zibo Cerdec Ceramic Colors Co., Ltd. Shandong Zibo 255129)

Abstract The common methods for measuring particle size are generally introduced in this paper. The “counter-milling” phenomenon and the influence of milling conditions (dispersing medium, dispersing agent) to the milling efficiency in superfine milling are also studied tentatively.

Key words powder; particle size; counter-milling; milling balance