



中华人民共和国国家标准

GB/T 20117—2006

精细陶瓷粉体颗粒尺寸分布测试 用样品的制备

Fine ceramics(advanced ceramics, advanced technical ceramics)—
Sample preparation for the determination of particle size distribution of
ceramic powders

(ISO 14703:2000(E), MOD)

2006-02-22 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 14703:2000(E)《精细陶瓷(先进陶瓷、先进技术陶瓷)——陶瓷粉体颗粒尺寸分布测试的样品制备》(英文版)。本标准根据 ISO 14703:2000(E)重新起草,与它相比主要变化如下:

- 适当拓宽了标准的适用范围(第一章第二段)。
- 本标准直接引用国家标准 GB/T 6682—1992(第二章)。
- 删除了原标准第三章名词术语中的第一条“细颗粒”及其定义。
- 删除了第五章第二条的脚注内容。
- 对数据记录表格的形式进行了适当的修改(第九章)。

本标准由中国建材工业协会提出。

本标准由全国工业陶瓷标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:清华大学、山东工业陶瓷研究设计院。

本标准起草人:龚江宏、周丽玮、郑春歧、张伟儒。

精细陶瓷粉体颗粒尺寸分布测试 用样品的制备

1 范围

本标准描述了精细陶瓷粉体颗粒尺寸分布测试用样品的制备方法。

本标准适用于制备各类精细陶瓷粉体颗粒尺寸分布表征所需的样品。对于传统陶瓷粉体、金属粉体、磨料、煤粉等粉体物质颗粒尺寸分布测试的样品制备,在能够选择到本标准第5章所规定的合适的分散介质的前提下,也可供参考使用。

2 规范性引用文件

下列标准中的条款通过本标准的引用成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版不适用于本标准。但是,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(NEQ ISO 3696:1987)

ISO 8213:1986 工业用化工产品取样方法—适用于从粉体到块体的颗粒状固体化工产品

3 术语、定义、符号

下列术语、定义、符号适用于本标准。

3.1

样品制备 sample preparation

包括待测试样的去团聚、分散以及在选取实测样品时进行的悬浮液处理在内的全过程。

3.2

试验样品 test sample

从需要测试的材料(粉体)中选取的有代表性的部分。

3.3

实测样品 test portion

从试验样品中选取的最终用于测试的一定量的材料。

3.4

分散介质 dispersing medium

使试验样品分散且悬浮于其中的液体。

3.5

Na-HMP

六偏磷酸钠。

4 选样

从一定量的材料中选取试验样品的过程应依照 ISO 8213:1986 的规定进行。

5 分散介质

5.1 分散介质的种类

5.1.1 Na-HMP 水溶液 对于不溶于水的试验样品应该采用浓度(质量分数)在 0.01%~0.1% 的 Na-HMP 水溶液作为分散介质。分散介质应该在制备之后的两天内使用。制备分散介质所用的水应该是 GB/T 6682—1992 中所规定的一级水。

5.1.2 乙醇 如果试验样品溶于水或者可能与水发生反应则应选用分析纯或者纯度更高的乙醇作为分散介质。

5.1.3 其他分散介质 如果采用 Na-HMP 水溶液或者乙醇无法获得有效的分散效果,则可以使用其他分散介质如高分子分散剂溶液,但是所选用的分散介质必须满足以下条件:

- 分散介质中不能含有固态的或液态的颗粒;
- 分散介质必须能够完全润湿试验样品;
- 在分散介质中试验样品不会发生溶解、膨胀、收缩或者聚合;
- 分散介质在超声搅拌时不会产生泡沫;
- 制备分散介质应使用分析纯或更高级别的试剂;
- 对于沉降法测定颗粒尺寸分布所用的样品,分散介质和试验样品应该具有不同的密度;
- 对于激光衍射法测定颗粒尺寸分布所需的样品,分散介质和试验样品应该具有不同的折射率。

5.2 分散介质的选择依据:分散效果的评价

作为分散介质以及分散剂浓度选择的依据,应该采用下列的一种或几种技术对试验样品在分散介质中的分散效果进行评价:

- 测量体系的 ζ -电位: ζ -电位的绝对值越大越好。体系的 ζ -电位绝对值最好能高于 60 mV。
- 观察颗粒沉降过程:制成的悬浮液的表面层和底层之间应该没有明显的界线(参见图 1)。

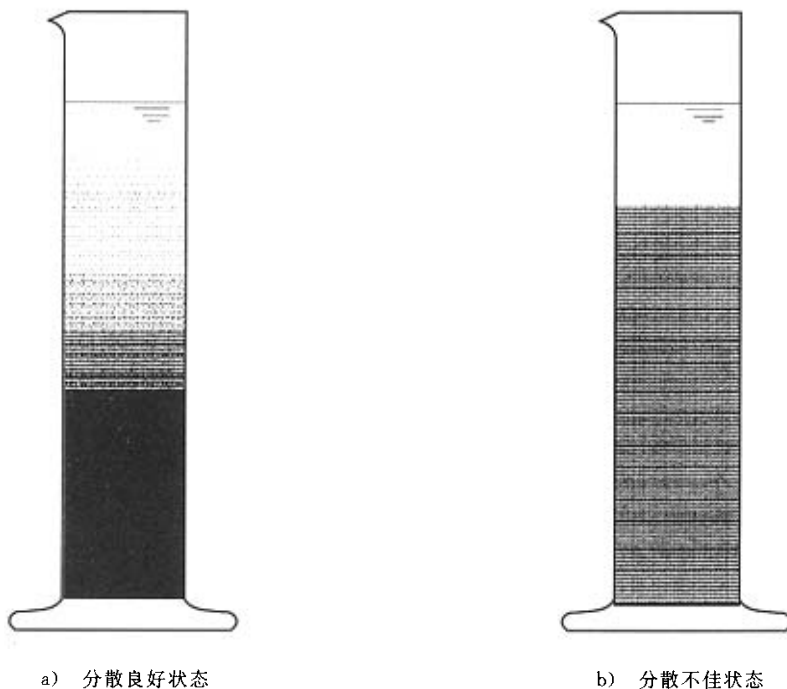


图 1 悬浮液中的颗粒沉降过程示意图

- c) 观察沉淀物:悬浮液中形成的沉淀物应该尽可能致密(参见图 2)。
- d) 测量颗粒尺寸分布曲线:体系的分散效果越好,获得的颗粒尺寸分布曲线就越精细。

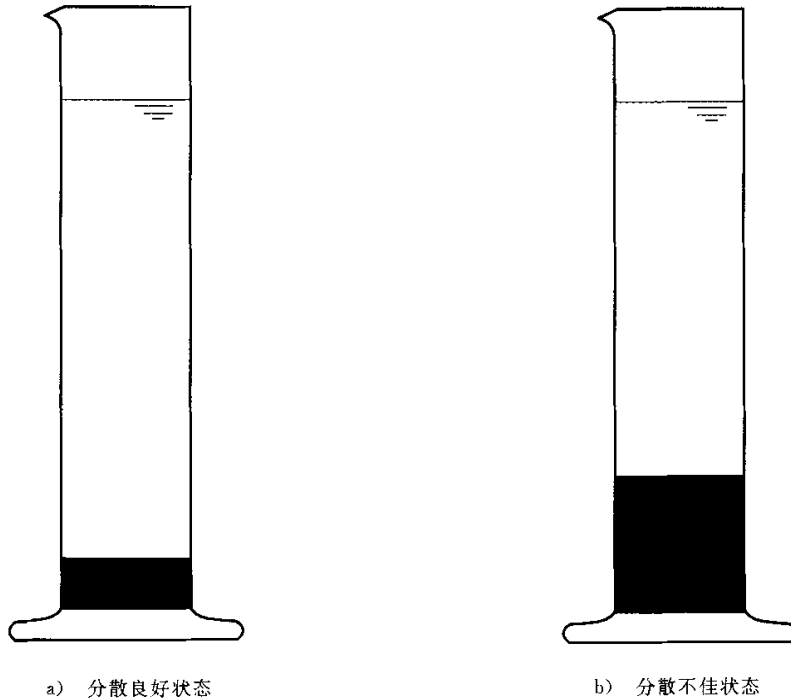


图 2 悬浮液中的沉淀物状态

6 试验样品的去团聚

为保证颗粒尺寸分布测试的可重复性,应按照以下步骤对试验样品进行去团聚处理。

- a) 将称重后的粉体样品置于干燥的研钵中;
- b) 用研杵将粉体样品挤压到研钵内壁上使其破碎,直至大部分样品都附着在研钵的内壁上;
- c) 用刮刀或者其他相似的工具将附着在研钵内壁上的样品刮下,收集到研钵的底部;
- d) 将上述 b)和 c)两个步骤依次重复 5 次。

注 1: 如果确认试验样品中的颗粒均为初始颗粒而不存在二次颗粒,则不需进行去团聚处理。

注 2: 如果需要测试的是样品初始状态的尺寸分布,则无需进行去团聚处理。

7 试验样品的悬浮与分散

7.1 样品的悬浮

试验样品应以一定的浓度悬浮在分散介质中。悬浮液的浓度应该较低,但是不能低于后续颗粒尺寸分布测试采用的技术所要求的合适浓度。因为烧杯的容量以及悬浮液的量都会影响分散效果,这些参数都应该加以详细记录。

7.2 样品的超声分散

7.2.1 样品的超声分散 样品在分散介质中的分散应该选用以下两种设备中的一种进行。

- a) 超声水浴:应调整好超声水浴中的水量以获得最佳的分散效果。烧杯应置于承受最高超声强度的位置。
- b) 超声均化器:超声均化器的变幅杆产生的外来颗粒应该不会对悬浮液产生污染。超声均化器的功率、变幅杆的尺寸及其位置都会对分散条件产生影响,应该加以记录。

注1:如果外来颗粒是磁性材料,则必须用磁性搅拌器将这些颗粒清除。

注2:如果超声分散导致了悬浮液温度的明显提高,则应该用冰水对悬浮液进行冷却处理。

7.2.2 超声分散时间 对样品的悬浮液应进行持续的超声分散直至测得的某一特征颗粒尺寸(如中位直径)趋于恒定不变。如果所测得的特征颗粒尺寸不能保持恒定而是随着超声分散时间的延长而持续减小,则超声分散处理应该在颗粒尺寸测试和记录之前方可停止。

注:如果需要测试的是样品初始状态的尺寸分布,则无需进行超声分散处理。

8 试验样品悬浮液的处理

8.1 在超声分散结束后进行颗粒尺寸测试之前,应该用同一分散介质将样品悬浮液的浓度调整到测试技术所要求的浓度水平。

8.2 在进行颗粒尺寸测试之前,应持续对样品悬浮液进行超声分散以避免粗颗粒的沉降以及颗粒的再次团聚。如果超声分散无法防止颗粒的再次团聚,就应该考虑更换分散剂的种类或者调整其浓度。

8.3 在从样品的悬浮液中提取实测样品时,悬浮液应充分分散以防止发生分层。

9 试验样品制备条件的记录

试验样品的制备条件应按照类似于表1所示形式加以详细记录。

