



云母粉粒度快速测试方法研究

刘国举, 高惠民, 王金玲, 王向荣
(武汉理工大学资环学院, 湖北 武汉 430070)

摘要:采用重力沉降法、光学显微镜计数法、激光颗粒分布测定仪、离心沉降式粒度测定仪对云母粉进行了粒度测定,分析了产生结果差异的原因,对选择云母粉粒度测试方法和云母粉生产粒度控制具有参考价值。

关键词:云母粉; 粒度测试; 修正系数

中图分类号:TD989 **文献标识码:**A **文章编号:**1000-6532(2011)02-0044-03

引言

云母粉由于具有优异的性能而被广泛地用于电器、电子、仪表、造纸、塑料、橡胶、涂料、建材、日用化工等行业,超细云母粉又以其特有的性质广泛地用于工程塑料、油墨、颜料、油漆中,其粒度特性是其重要的质量指标^[1]。目前,粉体粒度测试没有国家标准,只有湿磨云母粉的专业标准,采用筛析方法最细粒度为400目(38 μm),超细云母粉由于粒度太小,无法用筛析方法进行测试。对于 $<10\mu\text{m}$ 的超细云母粉和窄级别5~15 μm 、5~30 μm 、10~40 μm 的珠光云母基料,则只能依靠其他粒度测试方法进行检测。但由于这些测试方法的原理不同,加之云母特殊的片状晶体形状,使之在不同的测试进程中对测试结果产生影响,同一样品测试所得到的粒度测试结果也相差较大,为云母粉的质量评价和生产工艺控制带来了一定的难度。本文通过对不同测试方法的研究分析,取得了一些试验数据,对超细云母粉粒度分析具有一定的参考价值。

1 粒度测试方法及仪器

目前粒度测试方法很多,如筛分法、重力沉降法、光学显微镜计数法、沉降法、电感计数法、激光法等。本文采用重力沉降法、光学显微镜、激光颗粒分布测定仪和离心沉降式粒度测定仪对云母粉进行了检测。

1.1 重力沉降法

分散在沉降介质中的样品颗粒,其沉降速度是颗粒大小的函数,通过测定分散体因颗粒沉降而发生的浓度变化,测定颗粒大小和粒度分布^[2]。该方法测试仪器便宜,方法简单,安德逊液管法应用很广,缺点是测定时间长,分析、计算的工作量较大。

1.2 形貌仪

由成都科技大学研制开发的JMT型矿物形貌仪(即光学显微镜计数法)。显微镜法是测定颗粒粒径大小、观察颗粒形貌最常用、最直接的方法,它从正上方观察散布在载玻片上的颗粒,通过颗粒的投影来确定粒径的大小和形貌,采用计数的原理统

annealing temperature is 600 $^{\circ}\text{C}$ and the time is 5h, the nucleation temperature is 800 $^{\circ}\text{C}$ and the time is 2h and the crystallization temperature is 1150 $^{\circ}\text{C}$ and the time is 2h. As a result, cordierite - based glass - ceramics were obtained with α - cordierite as the main crystalline phase and strip structure as its crystal shape.

Key words: Iron Tailings; Magnesite Tailings; Cordierite; Glass - ceramics

收稿日期:2010-08-20

基金项目:国家科技支撑计划项目(2008BAE60B03)

作者简介:刘国举(1984-),男,硕士研究生,主要研究方向为矿物分选理论与工艺。

计出不同粒径区间的颗粒个数,以确定颗粒粒径的分布。该方法适用于颗粒球形比较好的情况,对粒径分布范围较宽及棒形、片状等不规则形状人为因素影响较大的颗粒测定误差较大。

1.3 激光颗粒分布测定仪

激光颗粒分布测定是根据夫琅和费衍射原理测定颗粒粒度及粒度分布的,该方法自动化程度高、操作简单、测定速度快、重复性好,可用于在线粒度分析。

仪器采用丹东仪表研究所生产的 GSL-101 激光颗粒分布测定仪和英国马尔文公司生产的 MastersizerX 激光颗粒分布测定仪。

1.4 离心沉降式粒度测定仪

在离心力场中,颗粒沉降也服从斯托克斯定律,利用圆盘离心机使颗粒沉降,测定分散体的浓度变化。该方法测定速度快,是超细粉体颗粒的基本粒度测定方法之一,可得到颗粒大小和粒度分布,是较先进的测定方法之一,用途广泛。仪器为日本津岛 SKC-2000。

2 测试结果及分析

2.1 激光颗粒分布测定仪

采用 GSL-101 激光颗粒分布测定仪和 MastersizerX 激光颗粒分布测定仪测试旋流器分级产物,试样 1~4 粒度逐渐变粗,测试结果见表 1。

表 1 粒度测试结果

试样号	试样名称	仪器名称	d ₅₀ /um	d ₁₀ /um	d ₉₀ /um
1	Φ50 旋流器溢流	MastersizerX	14.07	3.40	46.82
		GSL-101	17.76	3.36	112.82
		SKC-2000	5.10		
2	Φ75 旋流器溢流	MastersizerX	23.32	5.36	74.20
		GSL-101	29.75	6.36	115.00
		SKC-2000	14.30		
3	Φ50 旋流器底流	MastersizerX	30.33	8.30	78.82
		GSL-101	43.72	10.71	118.38
		SKC-2000	15.90		
4	Φ75 旋流器底流	MastersizerX	51.24	15.26	131.17
		GSL-101	59.27	14.75	126.33

2.2 离心沉降式粒度测定仪

采用 SKC-2000 离心沉降式粒度测定仪测试水力旋流器分级产物,结果见表 1。

由表 1 可见,同一试样用不同的仪器测试结果

差异较大。激光粒度仪测试粒度较粗,离心沉降粒度仪测试粒度较细。由于云母为片状结构,其沉降速度的形状校正系数最小,其沉降速度也较小,特别是径厚比大时形状影响更明显。如果产品作为涂料填料时,采用沉降式粒度测定仪测定粒度较合适,它可以将径厚比大的云母大片作为细粒结果给出,这种结果对用户而言是可以接受的,因为涂料生产用户希望径厚比大的云母粉(但不能有粗粒存在,一般要求<325 目),而作为珠光颜料则要求有准确的粒度尺寸,因为不同的粒度组成有不同的反光效果。所以生产珠光颜料不宜采用沉降式粒度测定仪测试粒度。

同时,三种仪器测试方法结果相差较大。二种激光粒度测试结果可见,在细粒度(d₁₀)的测试结果相差不大,两者差的绝对值 1~4 号样分别是:0.04、1.00、2.41、0.51。在含粗粒级(d₉₀)时的测试结果相差较大,两者差的绝对值 1~4 号样分别是:66.00、40.80、39.56、4.84,试样粒度越粗,两者的测试结果越接近,即 4 号样测试结果相近。由表 1 可见,GSL-101 对试样中的粗级别测试明显偏高,这种现象只在测试云母样品时才出现,而其他粉体样品则没有。原因可能是云母容易片与片相互粘连造成粗径假象,但采用 MastersizerX 测试则无这样的现象,原因尚不清楚。因为两种仪器测试试样的分散的方法是一样的,均采用六偏磷酸钠作分散剂,超声波分散。试样 1(Φ50 旋流器溢流)可过 200 目筛,但采用 GSL-101 测试结果中+200 目 24.2%,误差很大,而 MastersizerX 测试结果误差较小。

2.3 重力沉降法

测试方法:将云母粉制成 3% 的矿浆,加 4‰六偏磷酸钠充分搅拌后,加入 2000mL 量筒中,在液面下 300mm 处作标记,上下搅拌数下,待液面静止后开始计时。

根据斯托克斯公式计算出 5μm 和 10μm 沉降分级的沉降时间分别为 3.25h 和 48.8min。

对沉降分级产物采用光学显微镜计数法进行测试,对-5um 级别测出大于 5um 的颗粒直径,对-10um 级别测出大于 10um 的颗粒直径,测试结果见表 2。

由表 2 可见,-5um 的产物中,最大的粒度大于 15.6um,10um 以上颗粒占 8%,而 5.5~11.0um 的颗粒占 83%,平均粒径为 7.669um。由于斯托克斯

表2 光学显微镜测试结果

序号	粒级/mm	百分频率/% -5 μ m	序号	粒级/mm	百分频率/% -10 μ m
1	0.0186~0.0156	1	1	0.0526~0.0442	4
2	0.0156~0.0131	2	2	0.0442~0.0372	7
3	0.0131~0.0110	5	3	0.0372~0.0313	6
4	0.0110~0.0093	13	4	0.0313~0.0263	9
5	0.0093~0.0078	21	5	0.0263~0.0221	16
6	0.0078~0.0066	34	6	0.0221~0.0186	13
7	0.0066~0.0055	15	7	0.0186~0.0156	13
8	0.0055~0.0046	9	8	0.0156~0.0131	14
			9	0.0131~0.0110	10
			10	0.0110~0.0093	8
平均粒径=0.007669mm			平均粒径=0.020096mm		

公式中固体颗粒是以球形计算的,所获得的粒径为球形直径,与片状颗粒粒径相差较大,因此若采用沉降法测试超细云母粉粒度,应对分级产物进行光学或电子显微镜测定,以确定分级的实际粒径,将实际粒径(即片状颗粒粒径)与分级粒径(即球形颗粒粒径)之比作为片状颗粒的粒径修正系数 k 即: $D_p = kD_q$ (式中 D_p 为片状颗粒粒径; D_q 为球形颗粒粒径)。以 $10\mu\text{m}$ 作为 $-5\mu\text{m}$ 级别中的最大粒径,故

沉降分级时颗粒的粒径修正系数为0.5。 $-10\mu\text{m}$ 的产物中,最大颗粒粒径大于 $44.2\mu\text{m}$, $37.2\mu\text{m}$ 以上颗粒占11%, $22.1\mu\text{m}$ 以上颗粒占42%,平均粒径为 $20.096\mu\text{m}$,以 $37.2\mu\text{m}$ 作为 $-10\mu\text{m}$ 级别中的最大粒径,所以沉降分级的颗粒粒径修正系数为0.27。由此可见,分级粒度越细,颗粒越接近球形,因为云母的磷片厚度是一定的,其颗粒的粒径修正系数越大,越接近1,分级粒度越粗,片越大,形状影响也越大,其沉降颗粒粒径修正系数也越小。

生产中可以将生产控制的粒径分别进行沉降分级测试和显微镜分析,以沉降分级的球形直径为横坐标,以实测的片状颗粒粒径为纵坐标作图,获得片状颗粒的粒径修正系数曲线,以后可以通过沉降分析和查图来确定云母粒的粒径,实现云母粒度的快速测定,用以指导生产和质量控制。

参考文献:

- [1]韩秀山. 湿法云母粉的应用[J]. 中国粉体工业, 2007, (2): 12-17.
- [2]谢广元, 张明旭, 边炳鑫, 等著. 选矿学[M]. 徐州: 中国矿业大学出版社, 2001.

Research on Particle Size Measurement of Mica Powder

LIU Guo-ju, GAO Hui-min, WANG Jin-ling, WANG Xiang-rong

(Resource and Environment Engineering School, Wuhan University of Technology, Wuhan, Hubei, China)

Abstract: The gravitational method, the optical microscope counting method, the laser particle distribution measuring apparatus and the centrifugal sedimentation measuring apparatus were respectively employed to measure the particle size of mica powder in this paper. Meanwhile, the reasons why the differences exist were analyzed. This can provide reference values for particle size analysis of mica powder and its particle size control in production.

Key words: Mica powder; Particle size measurement; Correction coefficient

张克仁同志生平事迹

张克仁同志 1936 年 1 月 21 日出生于河南开封市, 中国共产党优秀党员, 矿物工程领域专家, 因病医治无效, 于 2011 年 1 月 18 日 6 时 49 分, 在河南省人民医院逝世, 享年 75 岁。

张克仁同志 1957 年 7 月毕业于中南矿冶学院选矿专业, 同年考入本校研究生, 1959 年毕业, 留校任教至 1961 年。

1961 年~1969 年在地矿部华北地质科学研究所张家口中心实验室任专题组长、专业大组副组长, 1964 年晋升为工程师。

1969 年~1992 年在地矿部矿产综合利用研究所工作。期间, 1979 年任科技处副处长, 1980 年晋升为副研究员, 1983 年任副所长, 1987 年晋升为研究员, 任所长。

1992 年~1997 年任地矿部郑州矿产综合利用研究所所长、国家非金属矿产资源综合利用工程技术研究中心主任。

1997 年至今任国家非金属矿工程技术研究中心名誉主任, 《矿产保护与利用》期刊主编。

张克仁同志是我国矿产资源综合利用领域的杰出专家, 是全国矿物工程学科带头人之一, 生前长期从事矿产资源综合利用科学试验研究和国家矿产资源科技规划、科研和工程项目编制以及立项论证工作, 1991 年获国务院政府特殊津贴。他曾担任中国地质学会理事、矿产保护综合利用专业委员会主任、中国矿业协会理事、选矿专业委员会副主任、第三批中国地质科学院高咨中心委员、四川省人民政府科技顾问、河南省矿协副会长等。

张克仁同志是我国地质战线上的一位好同志, 为我国地质科技事业贡献出了毕生精力, 他的逝世, 是我国矿物工程领域的重大损失。张克仁同志虽然离开了我们, 但我们永远怀念他, 张克仁同志精神永存!