



中华人民共和国国家标准

GB/T 20170.1—2006

稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物粒度分布的测定

Test methods for physical characters of rare earth metals and their compounds—
Determination for particle size distribution of rare earth compounds

2006-04-13 发布

2006-10-01 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

本标准附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准方法 1 由甘肃稀土新材料股份有限公司、内蒙古包钢稀土科技股份有限公司负责起草。

本标准方法 1 由马尔文仪器公司、淄博加华新材料资源有限公司、贝克曼-库尔特公司参加起草。

本标准方法 1 主要起草人：陈瑛、黄仲汉、卫明、李洁、周晓东、王静。

本标准方法 1 主要验证人：杨正红、刘长水、耿丽、刘延漠、麻晓良。

本标准方法 2 由上海跃龙新材料股份有限公司负责起草。

本标准方法 2 由包头天骄清美稀土抛光粉有限公司、贝克曼-库尔特公司参加起草。

本标准方法 2 主要起草人：吴克平、张晓明、金永光。

本标准方法 2 主要验证人：谢兵、胡鹤祥。

稀土金属及其化合物物理性能测试方法

稀土化合物粒度分布的测定

激光衍射法(方法 1)

1 范围

本标准规定了用激光衍射法测定稀土化合物粒度分布的方法。

本标准适用于用激光衍射法测定稀土化合物粒度分布。测定范围:0.1 μm ~ 1 200 μm 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 15445 颗粒粒度分析结果的图形表征

GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法

3 术语和定义

GB/T 15445 和 GB/T 19077.1 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

粒度 particle size

颗粒在空间范围所占据大小的线性尺度。对表面光滑的球形颗粒只有一个线性尺度,即直径。对非光滑球形颗粒用相应球或相应圆(投影)的直径或者一些其他的规定作为其粒度,记为 D。

3.2

粒度分布 particle size distribution

颗粒群的颗粒数、质量、体积或其相应的百分数,按粒度大小的分布称为该颗粒群的粒度分布。

3.3

体积分布(百分比) volume distribution (percentage)

以颗粒体积为基准的粒度分布。

3.4

累积分布(百分比) cumulative distribution (percentage)

小于或大于某一粒度的颗粒在被测样中的百分比。

3.5

浊度/光学浓度 obscuration/optical concentration

由于颗粒消光(散射和吸收)而衰减的入射光的百分率。

3.6

复合折射率 complex refractive index

一个颗粒的折射率,有实部和虚(吸收)部组成。

3.7

相对折射率 relative refractive index

颗粒复合折射率与介质折射率之比。

3.8

衍射 diffraction

光在传播时碰到颗粒阻碍而偏离直线,绕着颗粒轮廓传播,超出其几何阴影区的物理现象。

3.9

吸收 absorption

光束在媒介中传播时,由于能量转换而导致的光束强度减弱。

4 方法原理

一个有代表性的试样,在一个装有适当液体的容器中分散成适当的浓度,然后使其通过激光光束,光遇到颗粒后以各种角度散射,由多元探测器测量这些光束,并且记录散射图上相应的数据,然后通过适当的光学模型和数学程序转化记录下来的散射数据,计算某一粒度颗粒相对于总体积的百分比,从而得出颗粒体积分布。

5 仪器及试剂

5.1 激光粒度仪,测定范围:0.04 μm ~2 000 μm 。

5.2 超声槽:超声功率 100 W。

5.3 分散介质:去离子水。

5.4 六偏磷酸钠分散剂(1.0 g/L):称取 1.0 g 六偏磷酸钠置于 250 mL 烧杯中,加入适量水加热溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中并加水稀释至刻度,混匀。

6 分析步骤**6.1 样品处理**

称取 0.5 g~1.0 g 粉体样品放置于盛有 10 mL 去离子水的 50 mL 烧杯中,加入分散剂(5.4) 1.0 mL,于水浴超声槽中(超声槽中预先加入适量水,水量以刚浸过烧杯中样品溶液为宜)超声分散 20 min,立即测量。

6.2 测量

6.2.1 依次启动主机电源、进样器电源及计算机测量程序。

6.2.2 测量条件

测量条件参考附录 A(资料性附录)。

6.2.3 仪器校准

按仪器说明书规定的方法校准仪器。

6.2.4 背景检测

在分散器中加入分散介质,启动泵系统使之循环于样品池,按仪器说明书要求设定样品及背景测量时间,开始背景检测至仪器显示可以加入样品。

6.2.5 样品测量

调节循环泵转速至合适转速,用水洗涤仪器进样系统 3 次。取分散好的样品(6.1)缓慢加入到已测背景分散介质中至测量所需浊度。启动仪器超声装置,进行测量,重复测量 3 次,取其平均值。将仪器进样系统洗涤 3 次后进行下一样品测试。

7 测试结果的计算与表述

根据 GB/T 15445 得出被测样品的中心粒径 $D[V, 50]$,根据需要可以给出体积百分比累积分布和微分分布图。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)是按表1数据采用线性内插法求得(表1是对统一样品的中心粒径 $D[V,50]$ 测定数据及统计数据):

表 1

项 目	中心粒径 $D[V,50]/\mu\text{m}$	重复性限 $r/\mu\text{m}$
稀土化合物	1.36	0.07
	5.33	0.15
	22.77	1.20

注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室之间中心粒径 $D[V,50]$ 分析数据应不超过表2所列允许差:

表 2

项 目	粒度范围 $D[V,50]/\mu\text{m}$	允许差 $r/\mu\text{m}$
稀土化合物	≤ 2.0	0.20
	$>2.0 \sim 10.0$	1.0
	$>10.0 \sim 20.0$	3.0
	$>20.0 \sim 40.0$	5.0

9 质量保证

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

电传感法(方法2)

10 范围

本标准规定了用电传感法测定稀土化合物粒度分布的方法。

本标准适用于用电传感法测定稀土化合物粒度分布。测定范围:1 $\mu\text{m} \sim 84 \mu\text{m}$ 。

11 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 15445 颗粒粒度分析结果及图形表征

12 方法原理

待测试样以分散态均匀悬浮在电解液中。小孔管内外电极间通恒定电流。在减压作用下,颗粒随电解液通过小孔管。颗粒在小孔径的灵敏区取代了相同体积的电解液,内外电极间电阻改变,电压随之

变化,这种变化与颗粒体积相关。即内外电极间电压变化次数为测得颗粒个数,电压变化量对应颗粒大小。把电压变化量分成若干区域,确定粒度分布。

13 试剂

- 13.1 六偏磷酸钠分散剂(50 g/L):经 0.3 μm 尼龙滤膜过滤。
- 13.2 氯化钠电解液(20 g/L~30 g/L):经三层 0.3 μm 尼龙滤膜过滤。无样品时(背景)检测见 15.3。
- 13.3 清洗液:使用电解液,或蒸馏水,或经 0.3 μm 尼龙滤膜过滤的清水。
- 13.4 校正粒子:粒度分布几何标准偏差小于 1.2,并经国家有关机构标定了个数中心粒径的颗粒群。

14 装置

- 14.1 主机:符合本方法原理的仪器。
- 14.2 小孔管:孔管的孔直径选用尺寸取决于待测样品颗粒大小。通常某小孔可测最佳范围是此孔直径的 4%~20%(见附录 B)。
- 14.3 配件:100 mL 烧杯、磁力搅拌器、40 W~50 W 水浴式超声清洗器。

15 测定步骤

15.1 仪器校正

依试样粒度大小选定小孔管的孔直径,按仪器说明书规定方法清洗小孔管。依小孔管孔径选择校正粒子,按仪器说明书规定方法校正仪器。校正粒子颗粒个数峰径应为小孔管孔径的 5%~20%,接近试样的体积中心粒径较好。校正后测此粒子所得中心粒径与原中心粒径偏差不大于 1%。

15.2 背景检测

将试样杯中倒入电解液,按仪器说明书规定方法进行背景检测。如用“时间法”控制背景,数据见表 3。

表 3 测试时间与允许最大背景数

孔径 / μm	测试时间 /s	最大背景数	扣除粒径 / μm
50	30	1 500	≤ 1.0
70	30	1 300	≤ 1.4
100	30	950	≤ 2.0
140	30	750	≤ 2.8

15.3 试样前处理

- 15.3.1 称取 0.5 g 试样置于 100 mL 烧杯中,加入 60 mL 电解液(13.2),再加入 0.1 mL(大约 3 滴)分散剂(13.1)。
- 15.3.2 用磁力搅拌器搅拌 3 min,搅拌速度以液体周边到 100 mL 刻度线为准。
- 15.3.3 用水浴式超声器(超声时超声器中的液面应超过烧杯中试液面),超声 3 min(50 W)或 4 min(40 W)后,再用磁力搅拌器搅拌 3 min。

15.4 测定

- 15.4.1 仪器工作条件参见附录 B(资料性附录)。
- 15.4.2 清洗后的试样杯倒入约 200 mL 电解液(13.2),放入试样室。试样室中搅拌螺旋桨处于圆底测样杯的圆底——柱边交接面。使外电极全部浸入电解液中。
- 15.4.3 边放试样边调节搅拌桨速度,使试样完全悬浮但不产生气泡。
- 15.4.4 放入试样量应观察仪器的浓度或饱和度指示器,约 10% 为宜。
- 15.4.5 按背景检测的方法进行测试控制。

15.4.6 测完试样后,用清洗液清洗小孔管外部。

16 测试数据计算与表述

根据 GB/T 15445 得出试样的中心粒径,记为 $D[V, 50]$,同时可以提供体积百分比频度分布与累积分布图。

17 精密度

17.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4

项 目	中心粒径 $D[V, 50] / \mu\text{m}$	重复性限(r) $/ \mu\text{m}$
稀土化合物	1.63	0.09
	4.93	0.14
	14.25	0.21
注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。		

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

表 5

项 目	粒度范围 $D[V, 50] / \mu\text{m}$	允许差 $/ \mu\text{m}$
稀土化合物	≤ 4.0	0.15
	$> 4.0 \sim 10.0$	0.20
	> 10.0	0.30

18 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

激光粒度仪参考工作条件见表 A.1。

表 A.1

样品名称	超声功率 / W	分散时间 / min	分散剂量 / mL	折射率	吸收率
氧化钪	100	20	1	2.0	0.01
氧化镧	100	20	1	1.95	0.01
氧化铈	100	20	1	1.8	0.01
氧化镨	100	20	1	2.65	0.05
氧化铈	100	20	1	2.05	0.03
氧化钆	100	20	1	2.6	0.01
氧化铈	100	20	1	2.5	0.01
氧化铈	100	20	1	2.4	0.03
氧化铈	100	20	1	2.4	0.01
氧化钇	100	20	1	2.5	0.01
稀土抛光粉	100	20	1	2.0	0.01
注：浊度为 10%~20% (试样浓度为 0.5 g/L~1.0 g/L)；循环泵转速为 2 300 r/min~2 500 r/min。					

附 录 B
(资料性附录)
仪器工作条件

B.1 颗粒粒度分析仪参考工作条件见表 B.1

表 B.1

通 道 数	测量电流和增益:手动			测量时间 / s
	增 益	电 流 / μA	孔径管 / μm	
256	1 挡	3 200	140	30
	2 挡	1 600	50、70	

B.2 推荐的小孔径测量范围值见表 B.2。

表 B.2

孔径管 / μm	粒度范围 / μm	测定最佳范围 / μm
20	0.4~12	0.6~3
30	0.6~18	1.2~6
50	1~30	2~10
70	1.4~42	2.8~14
100	2~60	4~20
140	2.8~84	5.6~28
200	4~120	8~40
280	5.6~168	11.2~56
400	8~240	16~80
560	11.2~336	22.4~112
1 000	20~600	40~200
2 000	40~1 200	80~400