

前 言

多年来,在固结磨具用磨料微粉粒度组成、标记与检测方法原国家标准中,一直沿用 W 系列和显微镜法。与国际标准和国外工业先进国家标准级不协调、相差甚远。因此,严重地影响了我国磨料微粉产品质量的提高、出口创汇和国内外技术交流。为了尽快改变以上不利局面和被动状况,尽快提高我国磨料微粉产品质量,同时按照积极采用国际标准和国外先进标准的原则,对 GB 2477—83《磨料粒度及其组成》和 GB 2481—83《磨料粒度组成测定方法》中的微粉部分进行了修订。

本标准等效采用国际标准 ISO 8486-2:1996《固结磨具用磨料 粒度组成的检测和标记 第 2 部分:微粉 F230~F1200》。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 2477—83 和 GB 2481—83 中的微粉部分。本标准的粒度分级标记、粒度组成以及检测方法与原标准截然不同:粒度分级标记由原标准的 W 系列(W63~W5 共 9 个粒度号)改为 F 系列(F230~F1200 共 11 个粒度号);粒度组成由原标准控制“最粗粒”、“粗粒”、“基本粒”、“混合粒”、“细粒”等,改为控制粒度组成曲线的 d_{10} 、 d_{50} 和 d_{90} 或 d_{10} 、 d_{50} 三点;粒度组成的检测方法由原标准的显微镜法,改为沉降法[沉降管法(美国沉降仪法)或光电沉降仪法]。

GB/T 2481—1998 总标题为:固结磨具用磨料 粒度组成的检测和标记,并由以下部分组成:

第 1 部分:粗磨粒 F4~F220

第 2 部分:微粉 F230~F1200

本标准的附录 A、附录 B 都是提示的附录。

本标准由中华人民共和国机械工业部提出。

本标准由全国磨料磨具标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:郑州磨料磨具磨削研究所。参加起草单位:四砂股份有限公司、白鸽(集团)股份有限公司、上海砂轮厂建瓯联营厂。

本标准主要起草人:傅凤理、包华、丁建平、陈德光、吴宝姬、张骏翔。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是由各国家标准团体(ISO 成员团体)构成的世界范围的联合机构。国际标准的制定工作通常是通过 ISO 技术委员会进行的。对某一专业感兴趣的每一个成员团体有权参加该专业的技术委员会。与 ISO 有联系的政府或非政府性的国际组织也参加其工作。ISO 与国际电工委员会(IEC)在所有的电工标准化方面有着紧密的联系。

技术委员会采用的国际标准草案经成员团体投票。参加投票的成员团体至少有 75% 同意,该标准才能作为国际标准出版。

国际标准 ISO 8486-2 是由 ISO/TC 29(小工具技术委员会)/SC5(磨料磨具分委员会)制定的。

ISO 8486 总标题为“固结磨具用磨料 粒度组成的检测和标记”,并由以下部分组成:

——第 1 部分:粗磨粒 F4~F220

——第 2 部分:微粉 F230~F1200

ISO 8486 本部分的附录 A,附录 B 和附录 C 仅供参考。

中华人民共和国国家标准

固结磨具用磨料 粒度组成的检测和标记
第 2 部分: 微粉 F230~F1200

GB/T 2481.2—1998
equiv ISO 8486-2:1996

代替 GB 2477-83 部分
GB 2481-83 部分

Bonded abrasives—Determination and designation
of grain size distribution—
Part 2: Microgrits F230 to F1200

1 范围

本标准规定了刚玉、碳化硅微粉(F230~F1200)的粒度组成、粒度标记和检测方法。

本标准适用于制造固结磨具和一般工业用途的微粉,从固结磨具回收的微粉,以及用于抛光的松散微粉。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,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。

GB/T 2481.1—1998 固结磨具用磨料 粒度组成的检测和标记 第 1 部分:粗磨粒 F4~F220

3 定义

GB/T 2481.1—1998 第 3 章中给出的定义以及下列定义均适用于本标准。

3.1 微粉 用沉降法检验其粒度组成,不粗于 F230 粒度号的磨粒。

4 粒度组成与粒度分级

4.1 粒度组成

微粉 F230~F1200 的粒度组成根据下列准则确定:

- a) 在粒度组成曲线的 3% 点处,其粒径(理论粒径)不得超过 d_{93} 的最大许可值;
- b) 在粒度组成曲线的 50% 点处,其中值粒径(理论粒径)必须在规定的 d_{50} 允许范围内;
- c) 在粒度组成曲线的 94/95% 点处,其粒径(理论粒径)必须达到 $d_{94/95}$ 的最小许可值。

此三条准则必须全部满足。规定值见表 1(适用于光电沉降仪,对应于 94% 值)和表 2(适用于沉降管粒度仪,对应于 95% 值)。

4.2 粒度分级

“F”微粉系列分为 11 个粒度号。即 F230, F240, F280, F320, F360, F400, F500, F600, F800, F1000, F1200(见表 1、表 2)。

本系列与“F”系列粗磨粒的最细粒度号 F220(63 μm)衔接,并采用同样的公比,即 $\sqrt[3]{2}$ 。

5 F230~F1200 微粉的检测

5.1 总则

国家质量技术监督局 1998-11-18 批准

1999-09-01 实施

微粉 F230~F1200 的检测用沉降法进行。

粒度组成的检测准则：

- a) 粒度组成曲线 3% 点处的理论粒径 ($d_{0.3}$ 值)；
 b) 粒度组成曲线 50% 点处的理论粒径 (d_{50} 值)；
 c) 粒度组成曲线 94/95% 点处的理论粒径 ($d_{94/95}$ 值)。

表 3、表 4 给出了允许偏差。

表 1 F230~F1200 微粉的粒度组成(光电沉降仪)

粒度标记	$d_{0.3}$ 最大值, μm	d_{50} 粒度中值, μm	d_{94} 最小值, μm
F230	82	53 ± 3.0	34
F240	70	44.5 ± 2.0	28
F280	59	36.5 ± 1.5	22
F320	49	29.2 ± 1.5	16.5
F360	40	22.8 ± 1.5	12
F400	32	17.3 ± 1.0	8
F500	25	12.8 ± 1.0	5
F600	19	9.3 ± 1.0	3
F800	14	6.5 ± 1.0	2
F1000	10	4.5 ± 0.8	1
F1200	7	3.0 ± 0.5	1(80%处)

表 2 F230~F1200 微粉的粒度组成(沉降管粒度仪)

粒度标记	$d_{0.3}$ 最大值, μm	d_{50} 粒度中值, μm	d_{94} 最小值, μm
F230	77	55.7 ± 3.0	38
F240	68	47.5 ± 2.0	32
F280	60	39.9 ± 1.5	25
F320	52	32.8 ± 1.5	19
F360	46	26.7 ± 1.5	14
F400	39	21.4 ± 1.0	10
F500	34	17.1 ± 1.0	7
F600	30	13.7 ± 1.0	4.6
F800	26	11.0 ± 1.0	3.5
F1000	23	9.1 ± 0.8	2.4
F1200	20	7.6 ± 0.5	2.4(80%处)

注：这些数值是以 ISO 循环试验为依据，通过以下算法计算出的。

光电沉降仪 (x) 对沉降管粒度仪 (y) 的转换系数：

$$d_{0.3} \text{ 值} \quad y = 0.760x + 15.1 \quad K^{1)} = 0.9997$$

$$d_{50} \text{ 值} \quad y = 0.961x + 4.8 \quad K = 0.9992$$

$$d_{94/95} \text{ 值} \quad y = 1.090x + 1.3 \quad K = 0.9997$$

1) K 是通过置信区间范围验证为线性关系的相关系数。

表 3 因测试技术误差的允许偏差(光电沉降仪)

粒度标记	允许偏差值		
	$d_{45}, \mu\text{m}$	$d_{50}, \mu\text{m}$	$d_{90}, \mu\text{m}$
F230	+3.5	± 2.5	-1.5
F240			
F280	+2.5	± 1.5	-0.8
F320			
F360			
F400			
F500	+2.0	± 1.0	-0.5
F600			
F800			
F1000	+1.5	± 0.5	-0.4
F1200			

表 4 因测试技术误差的允许偏差(沉降管粒度仪)

粒度标记	允许偏差值		
	$d_{45}, \mu\text{m}$	$d_{50}, \mu\text{m}$	$d_{90}, \mu\text{m}$
F230	+1.5	± 1.5	-1.5
F240			
F280	+1.5	± 1.0	-1.5
F320			
F360			
F400			
F500	+1.5	± 0.8	-1.5
F600			
F800			
F1000	+1.5	± 0.5	-1.5
F1200			

5.2 检测方法的标记

微粉 F230~F1200 检测方法的标记应包括指明所使用的测量仪器:

- 检测-F 微粉—光电沉降仪;
- 检测-F 微粉—沉降图像系列;
- 检测-F 微粉—沉降管粒度仪;
- 检测-F 微粉—“其他”。

5.3 检测方法

检测方法以 F 微粉校正砂¹⁾为基准。

每份 F 微粉校正砂均附有粒度标定值。所测值应以校正砂的标定值为基准进行校正。

不同的测量仪器,检测结果会有偏差。但可以通过转换系数进行换算(见表 2 注)。

1) 沉降管粒度仪、光电沉降仪以及 F 微粉校正砂可与全国磨料磨具标准化技术委员会秘书处联系购买。本信息是为使用本标准的用户提供方便,并不是全国磨料磨具标准化技术委员会对该产品的认定。能得出同样结果的等效产品皆可使用。

5.4 样品制备

检测前,样品应在 $600^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 下加热至少 10 min。并用超声波方法分散处理 5 min。

5.5 检测步骤

应按照所用仪器的说明书进行检测。

5.6 评价

若样品的 d_{10} , d_{50} 和 $d_{90/95}$ 值在表 1 或表 2 的允许范围内,则符合本标准。

由于测试技术的误差,检测结果应有允许偏差。根据 ISO 循环试验的标准偏差而确定的允许偏差值列于表 3 或表 4 中。

微粉产品的粒度组成允许值,应为表 1 和表 2 之值加上此偏差。

6 测量仪器:技术说明与测量方法

6.1 总则

本章说明光电沉降仪和沉降管粒度仪的使用方法。这两种仪器用于检测制造固结磨具和以松散磨粒形式进行抛光的 F230~F1200 刚玉和碳化硅微粉。

6.2 光电沉降仪

光电沉降仪主要组成:

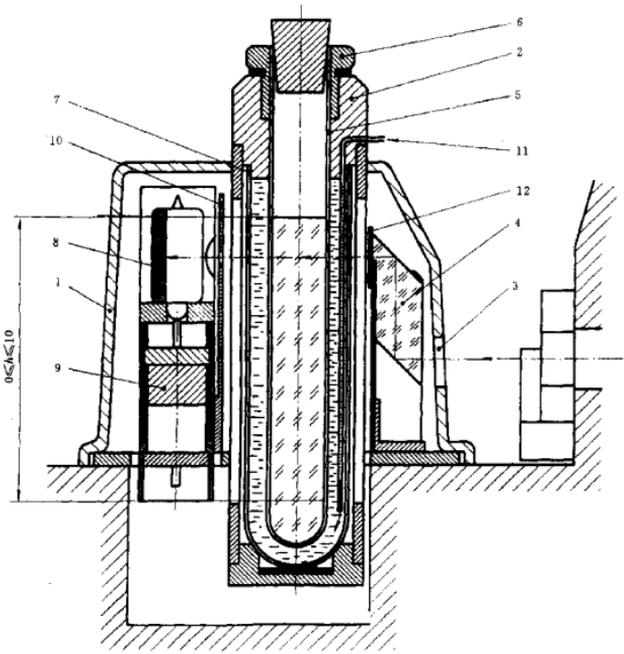
a) 带有一个水套并具有高透光度的沉降管(圆筒测量容器),通过温度调节器使其温度稳定在 $20^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$;

b) 光源 其发出之光束,穿过沉降管照射在光电管上;

c) 电流计 记录测量过程的任意时刻照射在光电管上的光强度及沉降管吸收的光量;

d) 沉降管高度调节装置 使光束限定在最大沉降高度($h_{\max}=10\text{ cm}$)内。

光电沉降仪的沉降装置结构原理如图 1 所示。



1-外壳(不透光); 2-热水套; 3-光束口; 4- 偏光棱镜; 5- 沉降管(圆筒测量容器); 6-容器调节螺丝; 7-热水套的玻璃水道; 8-光电管; 9-光电管转换器;
10-屏蔽; 11-热水套进水口; 12-带有狭缝的屏蔽

图1 光电沉降仪的沉降装置结构原理

6.2.1 实验配备

6.2.1.1 沉降介质

以电导 $\leq 5 \mu\text{S}$ 的蒸馏水或蒸馏水与1,2-乙二醇(甘醇)的混合液作沉降介质。某些情况下可添加二磷酸四钠作为分散剂。

不同粒度的刚玉和碳化硅所用的沉降介质及分散剂的浓度列于表5。为了达到测量标准,混合液必须具有表5规定的粘度。

表5 刚玉与碳化硅粒度检验用沉降介质与分散剂

粒度号	沉降介质 (20℃)	2 磷酸 4 钠分散剂, g/L	
		刚 玉	碳 化 硅
F230	1,2-乙二醇 95%	0.2	0.2
F240	粘度 15.2 mPa·s 密度 1.107 g/cm ³		
F280	1,2-乙二醇 74% 粘度 7.7 mPa·s 密度 1.091 g/cm ³	0.2	0.2
F320			
F360			
F400			
F500	蒸馏水 电导 ≤ 5 μS	0.45	0.2
F600			0.1
F800			
F1000	蒸馏水 电导 ≤ 5 μS	0.45	不添加
F1200			

6.2.1.2 沉降介质的校准

蒸馏水—1,2-乙二醇沉降介质的粘度必须用粘度计精确校准。粘度值的允许偏差不得超过表5规定值的 ± 0.1 mPa·s。

6.2.2 样品制备

检验前样品应于 600℃ \pm 20℃下加热至少 10 min。用超声波方法对样品分散处理 5 min 以消除结团。

6.2.3 检测步骤

6.2.3.1 零点调节

首先,光束开关置于关位置。然后利用“光值校准”旋钮微调光点,直到光点对准刻度盘左端的零点。

6.2.3.2 空白值的调节与校准

将纯净的沉降液注入测量瓶一半以上,并置入定位装置,使上金属屏蔽板边缘位于瓶体高度刻度尺的 10 cm 处。然后,光束开关置于开位置。

此时光束须通过纯净的沉降介质而不受液面阻碍。

光路置于开启位置,用“校准刻度盘右端”旋钮,使光点指示器的中线置于 0(顶点)或 100(底点)。

用类似方法调节刻度盘左端。光路关闭,用“校准刻度盘左端”旋钮调节至 ∞ (顶点)或 0(底点)。必须重复调节刻度盘左、右端的值。记录下分档开关的位置作为“清零值”。

将沉降液充满测量瓶至顶部标记处,校对清零值。

6.2.3.3 测定

将待检磨料(分散处理过的样品)全部倒入测量瓶内,小心摇动后,会有 1.3~1.7 的初始消光。须避免气泡。

用橡皮塞塞住测量瓶,然后通过温度调节器控制的循环水加热至 20℃ \pm 0.5℃,至少保持 10 min。

开始测量前,将测量瓶 180°左右翻转 2 min(每 min 10 次,不必摇动),使测量瓶中之物均匀。此时也应避免有气泡。

然后,将测量瓶置于检测仪器中。开始测量。

按照表 6 第 1 栏给出的时间间隔,读出并记录消光值。

表 6 粒度为沉降时间与沉降高度的函数

1		2	3	4	5	6	7	8
沉降时间		沉降高度	粒度(理论粒径 d)					
			刚 玉			碳 化 硅		
			水 ¹⁾	1,2-乙二醇 74% ¹⁾	1,2-乙二醇 95% ¹⁾	水 ¹⁾	1,2-乙二醇 74% ¹⁾	1,2-乙二醇 95% ¹⁾
min	s	cm	μm	μm	μm	μm	μm	μm
0	21	10	54.5			63.2		
0	30	10	45.6	128.6		52.8		
0	42	10	38.5	108.7		44.7	126.8	
1	00	10	32.2	90.9	127.5	37.4	106.1	
1	25	10	27.1	76.4	107.5	31.4	89.1	125.0
2	00	10	22.8	64.3	90.1	26.4	75.0	105.3
2	50	10	19.1	54.0	75.7	22.2	63.0	88.4
4	00	10	16.1	45.5	63.7	18.7	53.0	74.4
5	40	10	13.5	38.2	53.6	15.7	44.6	62.5
8	00	10	11.4	32.1	45.1	13.2	37.5	52.6
11	20	10	9.6	27.0	37.9	11.1	31.5	44.2
16	00	10	8.1	22.7	31.9	9.3	26.5	37.2
18	00	7.95	6.8	19.1	26.8	7.9	22.3	31.3
20	00	6.25	5.7	16.1	22.5	6.6	18.8	26.3
22	00	4.85	4.8	13.5	18.9	5.6	15.8	22.1
24	00	3.75	4.0	11.4	15.9	4.7	13.3	18.6
26	00	2.90	3.4	9.6	13.5	4.0	11.2	15.7
28	00	2.20	2.9	8.1	11.3	3.3	9.4	13.2
30	00	1.65	2.4	6.7	9.5	2.8	7.9	11.0
38	20	1.50	2.0	5.7	8.0	2.3	6.6	9.3
54	20	1.50		4.8	6.7	2.0	5.6	7.8

1) 见表 5。

在一定的時間周期內,消光會趨近常數,與樣品的粒度組成有關。測量點之間 0.01 消光單位的微小誤差可以忽略不計。磨料顆粒沉降的真正開始由光強度的增強指示。

6.2.4 评价

在粒度分級適當的情況下,由斯托克斯(Stokes)定律和朗伯特-貝爾(Lambert-Beer)定律導出的以下計算方法,可得到滿意結果。

由此,磨粒的質量百分含量與連續測量的消光差和磨粒直徑乘積成正比。

表 7 的第 1 欄是沉降時間,第 2 欄是沉降高度。

第 3 欄至第 8 欄是根據斯托克斯定律計算出的粒度,與剛玉、碳化硅磨粒在三種沉降介質中的沉降時間與沉降高度相對應。

6.2.4.1 粒度組成的檢測

下列项目按附录 A(提示的附录)的格式列表:

- a) 读数时间;
- b) 沉降高度;
- c) 光点校正分档开关位置;
- d) 消光读数;
- e) 粒度。

表 7 中列出了约 $13 \mu\text{m}$ 的碳化硅粒度检验的计算实例。在此例中,用电导 $\leq 5 \mu\text{S}$ 的蒸馏水与每升水含 0.2 g 二磷酸四钠的溶液混合作为沉降介质(见表 5.F500 的碳化硅)。

表 7 第 7 栏中的粒度值引自表 6 第 6 栏。

——读出的值应记入表 7 的第 3、第 4 栏;第 5 栏为消光值经清零修正后得出的值;

——第 6 栏为第 5 栏中两个连续数值之差;

——第 8 栏为第 6 栏与第 7 栏之乘积,并计算总和;

——第 9 栏为第 8 栏占其总和的质量百分数;

——第 10 栏为第 9 栏数值的累计值。

从表 7 的第 7 栏与第 10 栏得出粒度组成。测得值可绘成图。

如果用光电沉降仪测量较细的微粉(该仪器沉降时间只对 $2 \mu\text{m}$ 的理论粒径),由于尚有一定比例的微粉没有完全沉降而存在残余消光,则应按以下方法计算:

校正后的剩余消光值(第 5 栏)转入第 6 栏的下面一行,并与属于最后一行(38 min20s 或 54 min20s)剩余消光的理论粒径($2 \mu\text{m}$)的一半相乘。

照上面所述的方法计算第 9 栏与第 10 栏的值。

表 7 粒度中值约 $13 \mu\text{m}$ 的碳化硅粒度检测计算实例

1		2	3	4	5	6	7	8	9	10
沉降时间		沉降高度 cm	分档 开关 位置	消光		修正消光 之差	粒 径 μm	修正消光 差 \times 粒径	质 量 %	累计 质量 %
min	s			读数	修正值					
0	42	10	7	0.62	—	—	44.7	—	—	—
1	00	10	7	0.64	—	—	37.4	—	—	—
1	25	10	7	0.64	—	—	31.4	—	—	—
2	00	10	7	0.61	—	—	26.4	—	—	—
2	50	10	7	0.62	1.62	—	22.2	—	—	—
4	00	10	7	0.52	1.52	0.10	18.7	1.87	10.2	10.2
5	40	10	7	0.29	1.29	0.23	15.7	3.61	19.7	29.9
8	00	10	6	0.20	0.95	0.34	13.2	4.49	24.6	54.5
11	20	10	5	0.10	0.60	0.35	11.1	3.89	21.3	75.6
16	00	10	4	0.13	0.38	0.22	9.3	2.05	11.2	87.0
18	00	7.95	3	0.24	0.24	0.14	7.9	1.11	6.1	93.1
20	00	6.25	3	0.15	0.15	0.09	6.6	0.59	3.2	96.3
22	00	4.85	3	0.11	0.11	0.04	5.6	0.22	1.2	97.5
24	00	3.75	3	0.09	0.09	0.02	4.7	0.09	0.5	98.0
26	00	2.90	3	0	0	0.09	4.0	0.36	2.0	100
合计								18.28	100	100

图表中累加之和限于 $2\ \mu\text{m}$ 。如果 94% 点处的粒径值小于 $2\ \mu\text{m}$ ，则应表示出 $2\ \mu\text{m}$ 粒径所对应的百分值，而不是 94% 的值。

因此，此实例中的碳化硅微粉包括：

- a) 10.2% 的量大于 $18.7\ \mu\text{m}$ ；
- b) 29.9% 的量大于 $15.7\ \mu\text{m}$ ，以此类推；
- c) 100% 的量大于 $4\ \mu\text{m}$ 。

用表 7 中第 7 栏和第 10 栏的值可绘出粒度组成曲线。

为了确定 d_{50} 值，应将初始测量值（本例中为 10.2% 的质量含量与 $18.7\ \mu\text{m}$ 粒径）与表 7 第 7 栏给出的下一个较高粒径值用直线连接起来。与 3% 线的交点即为 d_{50} 值。

注：转动光点校正的分档开关，可从较低和更精确的刻度读出高消光值。

每一档相当 0.25 的消光值。例如转动开关至 5 档，可读出精度高 0.12 的消光值 $1.37(5 \times 0.25 = 1.25, 1.37 - 1.25 = 0.12)$ 。

分档开关的 3 档（表 7 第 3 栏最后一行）表示测量瓶加沉降介质的清零值。因此需在第 4 档加 0.25，在第 5 档加 0.5，第 6 档加 0.75，第 7 档加 1，以得出第 5 栏中的消光值。

6.2.4.2 绘制粒度组成曲线

样品的质量百分含量（纵坐标）对应粒径（横坐标），绘制粒度组成曲线。

可用对数坐标纸绘制粒度组成曲线（见图 2 实例）。

6.2.4.3 粒度组成曲线的评价

从粒度组成曲线读得样品 3%、50% 和 94% 处的 d_r 值。本实例读得的相应值如下：

$$d_{94}: 21.3\ \mu\text{m}$$

$$d_{50}: 13.6\ \mu\text{m}$$

$$d_{04}: 7.6\ \mu\text{m}$$

所得数值须利用 F 系列微粉标准砂的校正值进行校正（见 6.2.4.4）。校正后的数值应在表 1 规定的允许限度内。

6.2.4.4 粒度组成的校正

方法原理是将 F 微粉校正砂标定的粒度中值 (d_{50} 值) 与在实验室用自己的仪器测得的粒度中值比较。

将两个值的代数差加到样品的 3%、50% 和 94/95% 值上。

应用方法：

- a) 测定 F 微粉校正砂的 d_{50} 值，计算标定值与此值之差；
- b) 测定样品的 d_{04} 、 d_{50} 和 $d_{94/95}$ 值，并加上 a) 所得到的代数差。
- c) 将校正后的测量结果与表 1 中数值比较。

举例：

SiC F240, d_{50} 值：

——校正砂：

校正砂标定的 d_{50} 值	44.9 μm
测得的 d_{50} 值	42.3 μm

差

+ 2.6 μm

——样品：

测得值	42.8 μm
加差值	+ 2.6 μm

样品校正值

45.4 μm

对照表 1,此值在 F240 d_{95} 值误差范围内。

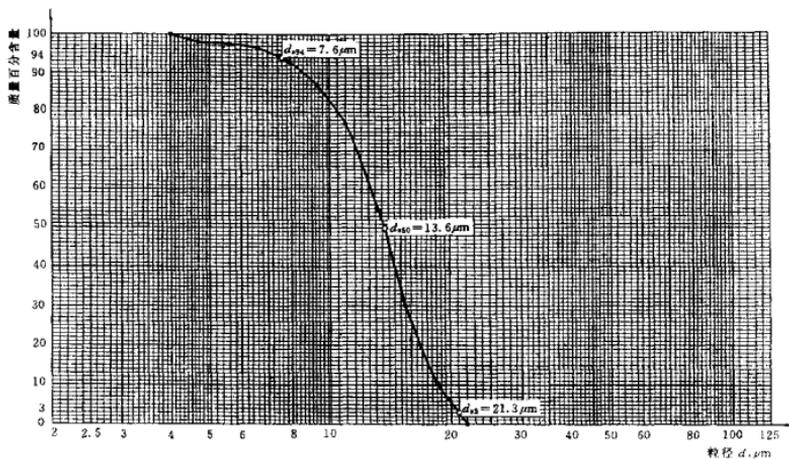


图 2 粒度中值约 13 μm 碳化硅微粉的粒度组成曲线

6.3 沉降管粒度仪

6.3.1 沉降检测

通过沉降法检测 F230~F1200 微粉,应使用沉降管粒度仪,从而确定其粒度组成。

测定原理是确定单位时间内沉降在收集管内悬浮磨料样品的体积并根据斯托克斯定律计算等效粒径。

粒度组成的判定指标是:

- 沉降样品的体积达到 3% 时的粒径(d_{95} 值);
- 沉降样品的体积达到 50% 时的中值粒径(d_{50} 值);
- 沉降样品的体积达到 95% 时的粒径(d_5 值)。

表 2 给出了允许值。

6.3.2 检测装置

沉降管粒度仪由一支长 940 mm、内径 20 mm 的垂直沉降管构成。外包一水套,以保持与稳定沉降管内沉降介质的温度。

在沉降管底部固定一有刻度的收集管,整个装置安装在框架上,其底盘装配有水平调节螺丝保持管垂直(见图 3)。

收集管的形状、尺寸见图 4。

为提高沉降体积读数的精确度,建议使用水平光源和一个放大镜。用一台时间打印机使沉降时间的记录更容易。

6.3.3 检测配备

6.3.3.1 沉降介质

使用含量为 99.5% 的分析纯甲醇。

用 6.3.4.1.3 中所述的校正砂校准沉降介质。

6.3.3.2 分散剂

为 1%浓度的 EDTA(乙二胺四乙酸二钠盐)水溶液。

6.3.3.3 校正砂

尺寸单位:mm

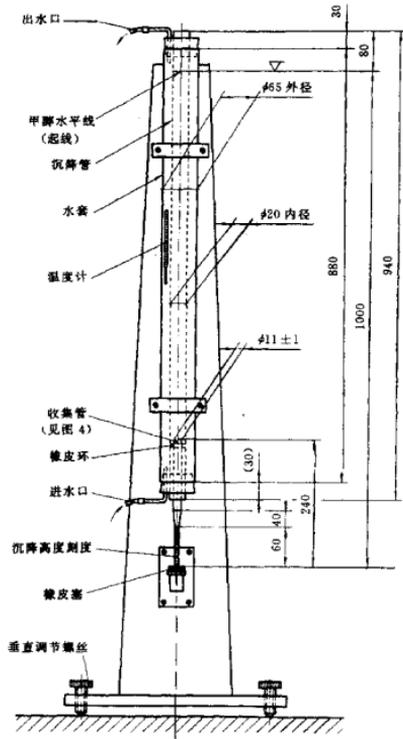
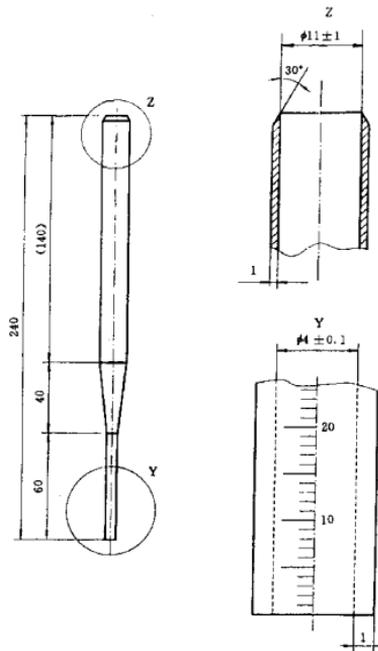


图 3 沉降管粒度仪



刻度与数字为白色 50个等间距刻度(分度1mm) 分刻度线长3mm
5格刻度线长4mm 分刻度宽0.25mm

图4 收集管

用校正砂校准整个检测过程²⁾。所提供的每份校正砂都附有一张累积体积-粒度组成曲线。

6.3.4 检测

6.3.4.1 检测的准备

6.3.4.1.1 检测装置的安装

当安装沉降管粒度仪用作检测装置时,要检查收集管使之处于沉降管的中心位置。由悬挂于沉降管和收集管顶部的一根垂线来校准。垂线必须同时穿过沉降管和收集管的中心。整个装置用底盘上的调节螺丝调节。

校准后,水套充满水,以保持沉降管中沉降介质温度的稳定。如有条件,可将水套与温度调节器接通,以控制测定温度。

6.3.4.1.2 检测温度

2) 全国磨料磨具标准化技术委员会秘书处备有国产的和进口的微粉粒度校正砂。需要者可联系购买。

本信息是为本标准用户的方便而提供,并不是全国磨料磨具标准化技术委员会对该产品的认定。能得出同样结果的等效产品皆可使用。

粒度检测应在温度比较稳定的实验室中进行,测定温度一般不应超出 $15^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ 的范围。在同一测定过程中,温度波动不得超出 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

检测温度所对应粒径的确定见 6.3.5.1。

6.3.4.1.3 沉降介质的校正

检测用的甲醇须经校正砂校定。

10%、20%、30%、40%、50%各点对应的粒径与校正砂曲线上规定值间的偏差不得超过 $\pm 1.0\ \mu\text{m}$ 。各点偏差的代数和的平均值不得超过 $\pm 0.6\ \mu\text{m}$ 。

如果与曲线的符合度不在允许范围内,必须改变沉降介质的密度和粘度,使之得到相符的结果。

6.3.4.2 检测步骤³⁾

6.3.4.2.1 沉降管的充液

将校定过的沉降液注入沉降管至 $1\ 000\ \text{mm}$ 高度(从收集管底部测量)。至水套内水的温度与沉降管内沉降介质的温度达到平衡方可进行检测。

6.3.4.2.2 样品制备

检验前,样品应加热至 $600^{\circ}\text{C}\pm 20^{\circ}\text{C}$,至少保持 $10\ \text{min}$ 。

6.3.4.2.3 样品分散

将沉降后能在收集管中存留 $20\sim 25$ 格高度的样品量置于试管中,碳化硅约 $1.6\ \text{g}$,刚玉约 $2.2\ \text{g}$ 。

将 $15\ \text{mL}$ 沉降介质与待沉降样品一起放入试管中,并滴入三滴分散剂。用超声波分散处理样品 $5\ \text{min}$,以消除结团。磨料在沉降介质中保留至少 $10\ \text{min}$,在此期间应充分摇动试管几次。试管中介质的温度与沉降管中介质的温度应达到一致。

6.3.4.2.4 导入沉降管

将一合适漏斗放在沉降管上。充分摇动含有样品与沉降液的试管至少 $30\ \text{s}$ 。随之将试管中的混合物沿着漏斗斜面倒入沉降液中。

随即,迅速将漏斗拿离沉降管,避免任何残留物滴入沉降管而改变检测结果。

6.3.4.2.5 测量开始

倒入的同时开始测量(计时)。

6.3.4.2.6 测量值的记录

最先的连续颗粒流到达收集管底部的时间,即是粒度组成曲线的起始点。注意检查有无结团。

最大粒尺寸的测定时间,是在第 1 颗颗粒(连续颗粒流)到达收集管底部的时间。

注意观察沉降着的颗粒,并连续记录沉积的颗粒表面达到收集管分刻度线的时间(读数不得有视差)。

所有的颗粒全部沉降,即沉积高度不再变化,也就是测量的终点。

每次记录沉降柱高度之前,用笔轻轻地敲击收集管底部的橡皮塞,以使沉降柱的上表面平齐,便于准确读取沉降柱高度。但不得敲击收集管本身。

沉降过程中若观察到颗粒结团现象,表明样品未充分分散处理。需重新分析。

6.3.5 评价

6.3.5.1 方法原理与计算式

本测定方法以斯托克斯定律为理论依据。

3) 检测步骤的记录、数据处理及绘制曲线等,有条件的尽量采用计算机处理,可以简化操作手续,提高检测速度、缩短检测时间。郑州三磨研究所备有MJC-B型沉降管微粉粒度测定数据处理仪,需要者可与全国磨料磨具标准化技术委员会秘书处联系购买。

本信息是为本标准用户的方便而提供,并不是全国磨料磨具标准化技术委员会对该产品的认定。能得到同样结果的等效产品皆可使用。

计算公式:

$$d = 10^4 \sqrt{\frac{180\eta L}{60gt(\rho - \rho')}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: d ——颗粒直径, μm ;
 η ——沉降液的(动力)粘度, $\text{Pa} \cdot \text{s}$;
 L ——试料沉降高度, cm ;
 g ——重力加速度, 980 cm/s^2 ;
 ρ ——试料颗粒密度, g/cm^3 ;
 ρ' ——沉降液密度, g/cm^3 ;
 t ——试料沉降时间, min 。

对于给定的沉降液、试料种类、温度、设备和测定地点, η 、 L 、 g 、 ρ 、 ρ' 各项均为常数, 则式(1)可以写成:

$$d = \frac{k}{\sqrt{t}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

或写成:

$$t = \left(\frac{k}{d}\right)^2 \quad \dots\dots\dots(3)$$

其中:

$$k = 10^4 \sqrt{\frac{180\eta L}{980 \cdot (\rho - \rho') \cdot 60}} \quad \dots\dots\dots(4)$$

6.3.5.2 粒度的确定

用附录 B(提示的附录)的格式记录为好。

- 第 1 栏: 沉降高度 h , 用收集管上的刻度表示;
- 第 2 栏: 沉积样品的体积百分含量;
- 第 3 栏: 沉降时间 t ;
- 第 4 栏: 样品的粒径 d 。

6.3.5.3 粒度组成曲线的绘制

沉降样品的体积百分含量(纵坐标), 对应于根据 6.3.5.2 确定的等效粒径 d (横坐标), 绘出粒度组成曲线(见图 5、图 6、图 7)。

可用毫米坐标纸绘制粒度组成曲线(见图 5)。采用对数概率坐标纸更好(见图 6、图 7), 用这种坐标纸, 由少数几个测量点就可以描述出测量结果(见图 7)。

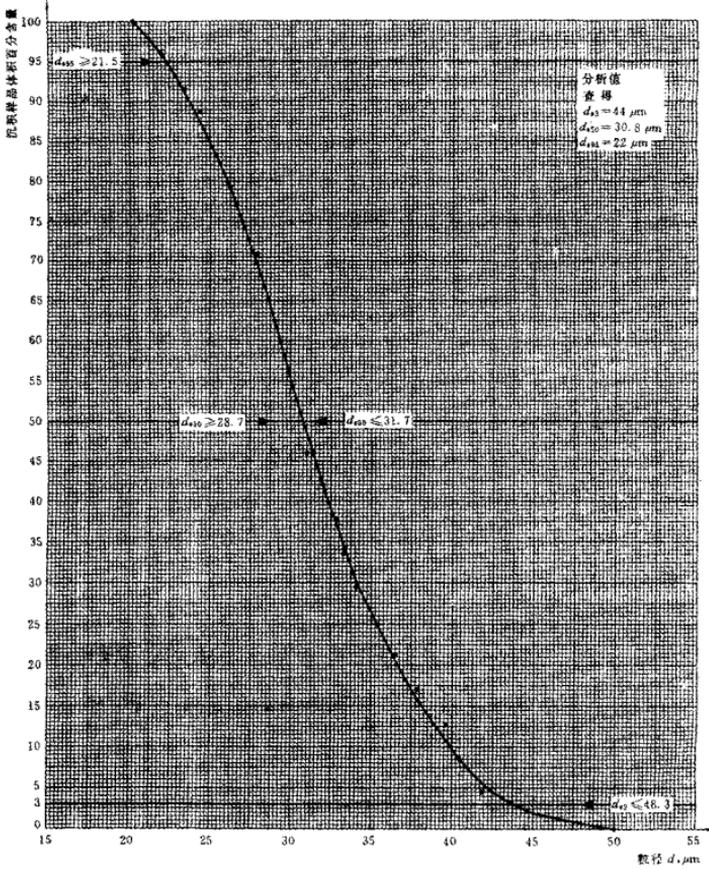


图 5 线性坐标纸上绘制的粒度组成曲线 测量值及允许界限值

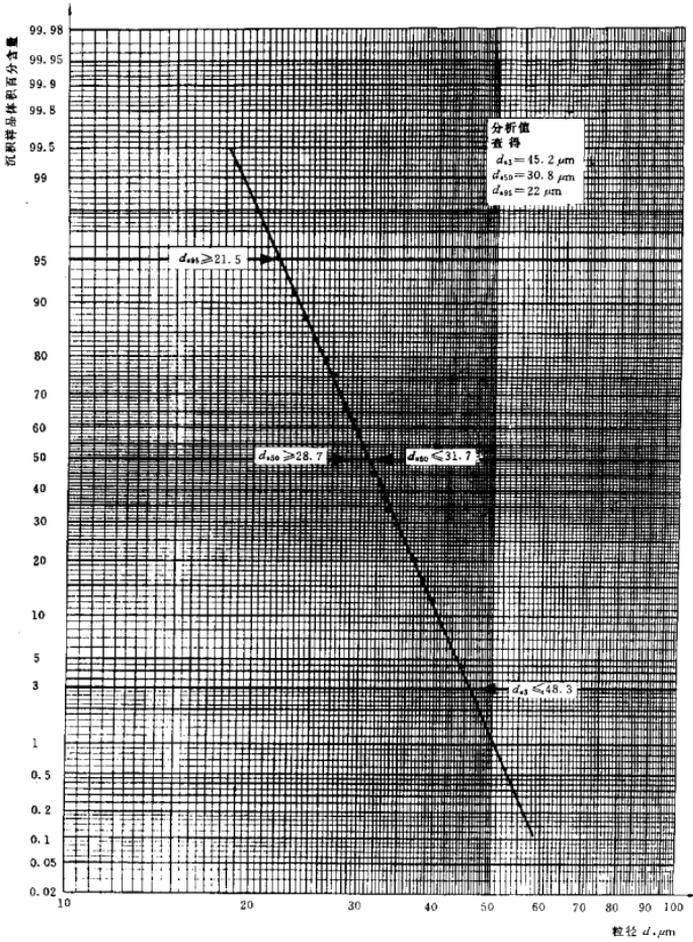


图6 概率坐标纸上绘制的粒度组成曲线(与图5实例同)
测量值和允许界限值(见图7)

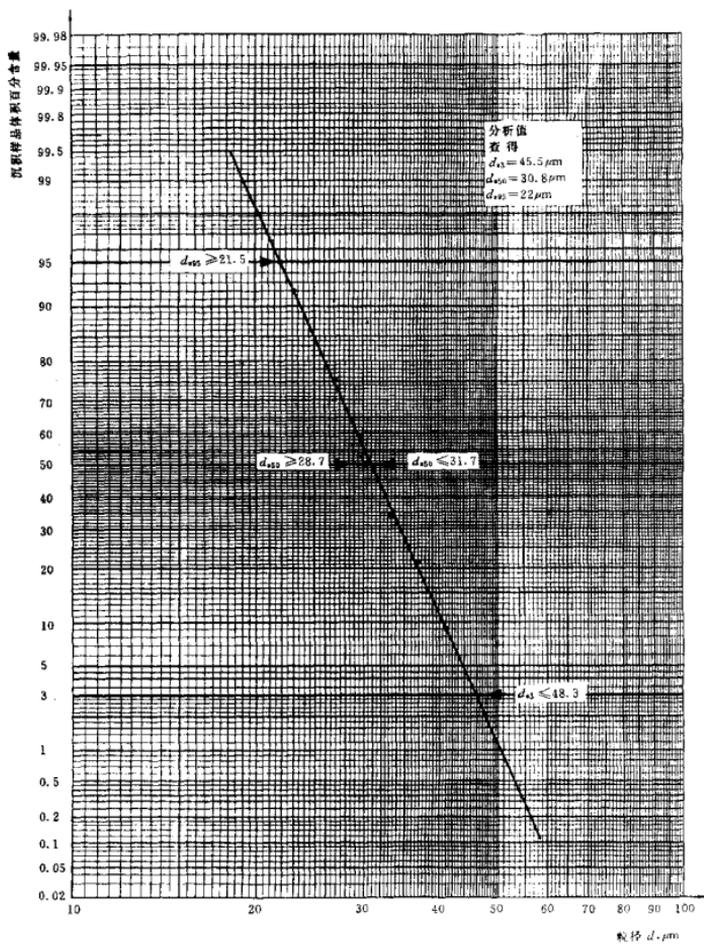


图7 概率坐标纸上绘制的粒度组成曲线(与图5实例相同, 但只有较少的测量点) 测量值和允许界限值

表 8 相对于样品总沉积高度 h_B ，
样品沉积高度为 h 时的体积百分含量

沉积高度 h (用刻度表示)	样品总沉积高度 h_B (用刻度表示)										
	20.0	20.5	21.0	21.5	22.0	22.5	23.0	23.5	24.0	24.5	25.0
	沉积样品的体积百分含量										
1	5.0	4.9	4.8	4.7	4.5	4.4	4.3	4.3	4.2	4.1	4.0
2	10.0	9.8	9.5	9.3	9.1	8.9	8.7	8.3	8.3	8.2	8.0
3	15.0	14.6	14.3	14.0	13.6	13.3	13.0	12.8	12.5	12.3	12.0
4	20.0	19.5	19.0	18.6	18.2	17.8	17.4	17.0	16.7	16.7	16.0
5	25.0	24.4	23.8	23.3	22.7	22.2	21.7	21.3	20.8	20.4	20.0
6	30.0	29.3	28.6	27.9	27.3	26.7	26.1	25.5	25.0	24.5	24.0
7	35.0	34.1	33.3	32.6	31.8	31.1	30.4	29.8	29.2	28.6	8.0
8	40.0	39.0	38.1	37.2	36.4	35.6	34.8	34.0	33.3	32.7	32.0
9	45.0	43.9	42.9	41.9	40.9	40.0	39.1	38.3	37.5	36.7	36.0
10	50.0	48.8	47.6	46.5	45.5	44.4	43.5	42.6	41.7	40.8	40.0
11	55.0	53.7	52.4	51.2	50.0	48.9	47.8	46.8	45.8	44.9	44.0
12	60.0	58.5	57.1	55.8	54.5	53.3	52.2	51.1	50.0	49.0	48.0
13	65.0	63.4	61.9	60.5	59.1	57.8	56.5	55.3	54.2	53.1	52.0
14	70.0	68.3	66.7	65.1	63.3	62.2	60.9	59.6	58.3	57.1	56.0
15	75.0	73.2	71.4	69.8	68.2	66.7	65.2	63.8	62.5	61.2	60.0
16	80.0	78.0	76.2	74.4	72.7	71.1	69.6	68.1	66.7	65.3	64.0
17	85.0	83.0	81.0	79.1	77.3	75.6	73.9	72.3	70.8	69.4	68.0
18	90.0	87.8	85.7	83.7	81.8	80.0	78.3	76.6	75.0	73.5	72.0
19	95.0	92.7	90.5	88.4	86.4	84.4	82.6	80.8	79.2	77.6	76.0
20	100.0	97.6	95.2	93.0	90.6	88.9	87.0	85.1	83.3	81.6	80.0
21	—	100.0	100.0	97.7	95.5	93.3	91.3	89.4	87.5	85.7	84.0
22	—	—	—	100.0	100.0	97.8	95.7	93.6	91.7	89.8	88.0
23	—	—	—	—	—	100.0	100.0	97.9	95.8	93.9	92.0
24	—	—	—	—	—	—	—	100.0	100.0	98.0	96.0
25	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100.0	100.0

从表 8 可以读出与沉降高度 h 相对应的沉积样品的体积百分含量。例如，若全部样品沉积高度 h_B 为 24 格，那么从表 8 可以得出结果，11 刻度线的沉降高度与全部样品的体积比为 45.8%。

6.3.5.4 粒度分布曲线的评价

在粒度分布曲线上读出样品 3%、50% 和 95% 体积百分含量的 d_v 值，并与表 2 中的允许值进行比较。

如果 d_{v3} 、 d_{v50} 、 d_{v95} 值都在允许范围内，则样品符合本标准。

当检验测量结果时，由于测试技术原因，产生偏差是允许的。表 4 列出的允许偏差，是根据 ISO 循环试验的标准偏差确定的，对于微粉产品，表 2 列出的允许偏差应加上这些值。

6.3.5.5 检测刚玉样品的实例

刚玉粒度检测，沉降介质温度为 25℃。

测量并记录第一个连续颗粒流到达收集管底部的时间。

此后，当沉降高度 h 到达每个刻度线时，都记录下时间。最后，总沉降高度 h_B 达到 24 格。测定时间填入附录 B 表的第 3 栏。

测量结束，沉降的总高度 h_B 确定。再根据由 h 与 h_B 的比值，分别计算试样的体积百分含量，并填入附录 B 表的第 2 栏。

将沉降时间 t 代入计算式 $d = \frac{k}{\sqrt{t}}$, 计算出粒径 d , 并填入表的第 4 栏。

根据样品的体积百分含量(表的第 2 栏)与粒径(表的第 4 栏), 绘出粒度组成曲线(见图 5、图 6、图 7)。从粒度组成曲线上找出 d_{45} 、 d_{50} 、 d_{95} 三点的粒径值, 与表 2 中的允许值进行比较。

7 标记

符合本标准要求的刚玉或碳化硅微粉的标记包括:

- 磨料种类(名称或代号);
- 粒度标记 由字母“F”与其后的表征粒度的数码组成。

例如:



8 包装

当包装用作固结磨具和自由抛光用磨粒的刚玉和碳化硅磨料时, 应将粒度标记如 F240 印在每个最小的包装袋上。

附录 A

(提示的附录)

用光电沉降仪检测 F 微粉粒度的计算表格

F230~F1200 微粉检验

磨料: _____ 样品量: _____

粒度标记: _____ 送样日期: _____

送样编号: _____ 送样者: _____

光电管: _____ 滤光镜: 400~600 nm 清零值: _____ 狭缝: 3 mm

沉降液: _____ 粘度: _____ 温度: 20 C

备注: _____ $d_{0.1}$: _____

_____ $d_{0.5}$: _____

_____ $d_{0.9}$: _____

1		2	3	4		5	6	7	8	9	10
沉 降 时 间		沉 降 高 度	分 档 开 关 位 置	清 光		修 止 消 光 差	粒 径	修 止 清 光 差 × 粒 径	质 量	累 计 质 量	
min	s	cm		读 取 值	修 正 值		μm		%	%	
0	21	10									
0	30	10									
0	42	10									
1	00	10									
1	25	10									
2	00	10									
2	50	10									
4	00	10									
5	40	10									
8	00	10									
11	20	10									
16	00	10									
18	00	7.95									
20	00	6.25									
22	00	4.85									
24	00	3.75									
26	00	2.90									
28	00	2.20									
30	00	1.65									
38	20	1.50									
54	20	1.50									
合 计											

检测日期: _____ 检测员: _____

附录 B

(提示的附录)

用沉降管粒度仪检测 F 微粉粒度的记录表格

测定条件		沉降柱高度 h (格)	体 积 比 (%)	沉降时间 t min	粒 径 d μm
样品名称		0			
粒度号		0.5			
样品产地		1			
送样单位		2			
送样时间		3			
送样编号		5			
分析编号		7			
试样重		10			
室 温		13			
水 温		16			
试样处理		18			
试样比重 ρ		22			
沉降液比重 ρ'		23			
沉降液粘度 η		24			
计 算 公 式 $k = 10^4 \sqrt{\frac{180\eta L}{980 \times (\rho - \rho') \times 60}}$ $d = \frac{k}{\sqrt{t}} \quad t = \left(\frac{k}{d}\right)^2$		25			
		26			
		27			
		28			
		29			
备 注		30			

测定日期:

仪器号:

测定者: