

《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》国家标准(送审稿)编制说明

1 工作简况

1.1 任务来源

根据国家标准委员会《国家标准委关于下达 2016 年第三批国家标准制修订计划的通知》(国标委综合(2016)76 号)的要求,确定了国家标准《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》由株洲硬质合金集团有限公司负责制定,项目计划编号为 20161669-T-610,项目要求 2018 年 10 月完成“三稿三审”程序,提交报批稿。

1.2 方法简介

粉末的分散程度直接影响粉末的生产工艺,也将影响粉末最终产品的性能和质量,像钨,钼等难熔金属粉末都是经过高温还原制得,因此,它们往往包含大量大而结实的团块。许多使用这些粉末的制造工艺和一些相似的工艺处理,都取决于粉末自身的粒度而不是团块的粒度。通常在对这些粉末颗粒的粒度分析时,需要了解其原始颗粒的粒度和粒度分布而不是团聚颗粒的粒度和粒度分布。因此,在粒度分析前对粉末进行分散是真实表征粉末性能的必要环节和手段。

粉末进行粒度及粒度分布测试时,为真实分析和表征粉末的性能需对粉末进行分散处理。对粉末分散处理有机械分散和化学分散法。机械分散利用高速分散机,在剪切力下将粉末细化,使团聚体解聚,属于物理分散。本标准所提的粉末样品分散技术是基于机械分散法,将粉末置于一定规格的研磨瓶中并放入适量研磨棒置于研磨机上在一定的条件下进行研磨以达到粉末样品分散目的。标准里谈到的物理机械研磨过程在分散时并不能完全保证粉末颗粒不发生破碎,某些颗粒仍会发生破碎。然而,本次标准的制定参考采用 ASTM B859《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》标准,ASTM B859 标准于 2003 年发布以来已用于 ASTM B330《金属及其化合物粉末费氏粒度的测试方法》,ASTM B430《用比浊法测定耐火金属粉末粒度分布的试验方法》,ASTM B761《高熔点金属及其化合物颗粒分布的 X 射线重力沉积监测试验方法》,ASTM B822《用光散射作金属粉末和相关件的粒度分布测试的方法》和其他粒度分析方法的试样制备。事实证明,本标准确实能提供可靠的

粒度分析结果，而且在众多的制造工艺中发现，本标准的分析结果与粉末颗粒的工艺过程密切相关。

1.3 承担单位情况和主要工作过程

1.3.1 承担单位情况

株洲硬质合金集团有限公司是国家“一五”期间建设的156项重点工程之一。是国内最大的硬质合金生产、科研、经营和出口基地，被湖南省认定为“十大标志性工程”企业，产品国内市场占有率30%左右，并销往世界70多个国家和地区。“钻石牌”硬质合金于2007年被国家技术监督局评为“中国名牌”产品。是中国五矿打造世界钨工业行业领导者重点支撑和标杆企业，拥有硬质合金行业唯一的国家重点实验室和工业（硬质合金及钨制品）质量控制及技术评价实验室，承担了多项国家重大专项，如精密工具创新能力平台建设（I、II）-原材料研究与粉末评价、超细晶硬质合金产业化、WC/Co复合粉制备硬质合金产业化以及WC-Co-Ni₃Al基硬质合金轧辊产品产业化等，在一些关键领域取得重点突破，多次获得国家 and 省市奖励并申请及授权多项发明专利。

株硬集团分测中心作为硬质合金国家重点实验室重要组成部分，拥有业内一流的成分分析、合金制品性能测试以及使用性能测试的分析测试设备以及行业内具有高声誉的测试及科研团队。先后引进国外先进的原子吸收分光光度仪、电感耦合等离子质谱仪、直流电弧全谱直读光谱仪、高频红外碳硫仪、氧氮氢分析仪、高碳分析仪等元素分析仪器，以及英国马尔文激光粒度分布仪、美国康塔/麦克多台北表面测试仪、美国FSSS平均粒度测试仪、美国SAS全自动费氏粒度分析仪、韩国矫顽磁力计、法国磁饱和测试仪、美国洛氏硬度计、日本维氏硬度计、金相显微镜、钨灯丝（冷场、热场）扫描电子显微镜、电子背散射衍射仪（EBSD）、X射线能谱仪、X射线衍射仪、差热分析仪、静态机械热分析仪、导热系数、弹性模量等性能测试及研究仪器。

中心1997年通过国家检验检疫局的实验室认可，2004年正式通过了中国合格评定国家认可委员会的实验室认可。挂靠的“中国有色金属工业硬质合金质检站”于1989年通过国家质量技术监督局组织的计量认证。挂靠的“湖南省有色加工材质量监督检验授权站”于1987年通过了湖南省技术监督局的计量认证和审查认可。2010年成为国家科技部“硬质合金国家重点实验室”的分析检测平台。2012年12月26日正式被国家工业和信息化部批准为“工业（硬质合金及钨制品）产品质量控制及技术评价实验室”。承担了大量的基础性研究如硬质合金粘结相Co相微观组织结构研究、WC粉末质量评价等研究，并取得

研究成果，在行业内属于首创，对建立粉末分散规则方法相关国家标准，提升行业质量控制和研发水平能提供理论支撑。

1.3.2 主要工作过程

随着科学技术的发展，粉末越来越向超细颗粒发展，而超细颗粒具有较高的比表面积和比表面能，处于热力学不稳定状态，在制备和后续处理过程中极易发生凝聚和团聚，通常在对这些粉末颗粒的粒度分析时，了解其原始颗粒的粒度分布与比表面积是相当的重要。因此，无论在科学研究还是在生产实际中，研究超细粉末的分散方法以更好地表征团聚、粒度大小及分布情况，了解所制备的或使用的产品的粒度分布情况和比表面积是非常重要的事情。

项目申报开始，株洲硬质合金集团有限公司分测中心组织专人进行了相关资料的查询与收集工作，通过技术查询、现状调研等方式对此标准进行了认真的审查，对当前测试水平及质量水平进行了充分论证。接到该标准的制定任务后，成立了标准编制小组，制定了制订原则及计划工作。

2017年11月20日至11月22日，全国有色金属标准化技术委员会组织相关人员在福建省泉州市召开标准会议，来自中信国安盟固利电源技术有限公司、济宁市无界科技有限公司、广东邦普循环科技有限公司、湖南中伟新能源科技有限公司、格林美能源材料有限公司、中南大学、西安赛隆金属材料有限责任公司、北大先行科技产业有限公司、四川科能锂电有限公司、广东省工业分析检测中心、飞而康快速制造科技有限责任公司、广东省材料与加工研究所、宁德时代新能源科技股份有限公司、西北有色金属研究院等15家单位的21位专家代表参加了会议。会上与会专家和代表对本标准（讨论稿）进行了认真、细致的讨论，对标准讨论稿提出了一些宝贵的建议和意见，详见《标准意见征求意见见稿汇总处理表》，编制小组根据会议汇总意见对标准进行了修改，形成了标准预审稿。

2018年3月15日至17日，全国有色金属标准化技术委员会组织相关人员在云南省昆明市召开标准会议，来自崇义章源钨业股份有限公司、自贡硬质合金有限责任公司、深圳注成科技股份有限公司、厦门金鹭特种合金有限公司、北京矿冶研究总院、济宁市无界科技有限公司、广东邦普循环科技有限公司、湖南中伟新能源科技有限公司、格林美能源材料有限公司、中南大学、西安赛隆金属材料有限责任公司、北大先行科技产业有限公司、四川科能锂电有限公司、广东省工业分析检测中心、飞而康快速制造科技有限责任公司、广东省材料与加工研究所、宁德时代新能源科技股份有限公司、西北有色金属研究院等25

家单位的 30 多位专家代表参加了会议。会上与会专家和代表对本标准（预审稿）进行了认真、细致的讨论，对标准预审稿提出了一些宝贵的建议和意见，主要有以下几点：

- 1、将条款 1.1 “本标准适用于……” 修改为 “本标准规定了……”；
- 2、将条款 1.2 “本标准能够满足……” 修改为 “本标准适用于……”；
- 3、删除条款 1.3；
- 4、删除条款 3 术语；
- 5、将 “条款 4 用途” 修改为 “条款 3 概述” 并重新进行描述；
- 6、删除注 1；
- 7、删除原条款 “7 粒度分析”，将粒度分析内容并入实验步骤中。
- 8、增加条款 6 实验报告。

编制小组根据会议汇总意见对标准进行了修改，形成了标准审定稿。

二、标准编制原则和确定标准主要内容的论据

2.1 标准编制原则

1) 符合性

标准制（修）订的程序和格式严格按 GB/T 1.1、GB/T 1.2、GB/T 20001.4 和《有色金属冶炼产品、加工产品、化学分析方法国家标准、行业标准编写示例》的要求进行。

本标准充分反映了当前国内各生产企业的检测技术水平，易于检测对比、便于生产应用。

2) 适用性

本次制订的标准适用于难熔金属及其化合物粉末在粒度测定之前的分散处理。本标准能够满足钨、钼、铌、钽及碳化钨等金属及化合物粉末的分散处理，其它的金属粉末（如金属、碳化物、氮化物）也可以参照进行分散处理达到满意的效果。标准的制订规范了粉末分散规则，有利于粉末生产及应用相关企业基于同一粉末样品分散基础进行结果比对。

3) 先进性

本标准所提的粉末样品分散技术是基于机械分散法，这种方法能将团块分散成原始颗粒，又不会导致单个颗粒的过度破碎，且测试结果的稳定性和重复性较好，较真实的反映了粉末性能，对科研与工艺控制能起到很好的指导作用。目前国内还没有对粉末分散处理建立标准，这一项在国内尚属空白。同时顾及到国内测试单位的检测水平，本次制定的标准具有更好的操作性和规范性。

2.2 标准制定的主要内容与论据

到目前为止，国内并没有对粉末分散处理建立标准，当我们分析检测时，应该有一套统一的处理规则。株硬集团分测中心作为国家重点实验室，拥有强大的测试技术和高素质的测试队伍，在同行业处于领先地位，对各种粒度的测试拥有丰富的经验，ASTM B859《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》标准于2003年发布以来，我中心就组织相关技术人员进行了充分的论证，依据ASTM B859制作了研磨机，建立了W粉、WC粉分散处理企业方法标准，采用美国TM95费氏粒度仪、马尔文激光粒度分布仪及扫描电镜对分散处理后的粉末进行分析，结果表明，这种方法能将团块分散成原始颗粒，而又不引起颗粒过度破碎。且测试结果的稳定性和重复性较好，较真实的反映了粉末性能，可为生产和工艺控制提供较好的指导作用。

2.2.1 标准制定的主要论据—实验报告

选取具有代表性的一批A40WC和一批W粉，依据本次制定的《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》国家标准分别研磨5次，采用美国TM95费氏粒度仪、马尔文激光粒度分布仪及扫描电镜对分散处理后的粉末进行颗粒形貌及重复性分析。

一、设备

1.1、研磨机：能使研磨瓶以145rpm的转速旋转。

1.2、研磨瓶：玻璃瓶，内径60mm，高100mm，容积250ml；外部尺寸：直径70mm，高140mm，平底钢化离心瓶（带盖子）。

1.3、研磨棒：钨棒，长 $76\text{mm}\pm 1\text{mm}$ ，直径 $3.85\text{mm}\pm 0.15\text{mm}$ ；

1.4、筛子： $850\ \mu\text{m}$ （20目）

二、实验步骤

2.1 钨粉称取 $30\text{g}\pm 0.1\text{g}$ ，碳化钨粉称取 $50\text{g}\pm 0.1\text{g}$ ；

2.2 将称好的粉末置于研磨瓶中，研磨瓶中放置50根钨棒，盖紧研磨瓶，将其放在研磨机上；

2.3 设置转速为 $145\ \text{rpm}\pm 5\text{rpm}$ ，研磨时间为 $60\text{min}\pm 15\text{s}$ ，开始研磨；

2.4 研磨完成之后，使用 $850\ \mu\text{m}$ （20目）的筛子对粉末进行筛选，并置于试样袋中。

2.5 粒度分析。

三、结果分析与讨论

3.1 研磨前后粉末的组织对比

以下是 A40WC 和钨粉研磨前后的扫描电镜图，图 1 (a)、图 2 (a) 为 A40WC 研磨前在放大 100 倍和 1000 倍下的电镜图，图 4 (a)、图 5 (a) 为钨粉研磨前在放大 200 倍和 1000 倍下的电镜图，由图可知，研磨前粉末有明显的松散团块，粉末存在团聚现象；而图 1 (b)、图 2 (b)、图 4 (b)、图 5 (b) 为研磨后的扫描电镜图，从图中可明显看出，团聚消失，团块得到了分散。而图 3、图 6 为放大 3000 倍下研磨前后的电镜图，由图对比分析可知，研磨前后粉末颗粒没发生较大的变化，颗粒也没有过度的碎裂，颗粒形貌得到了较完好的保持。

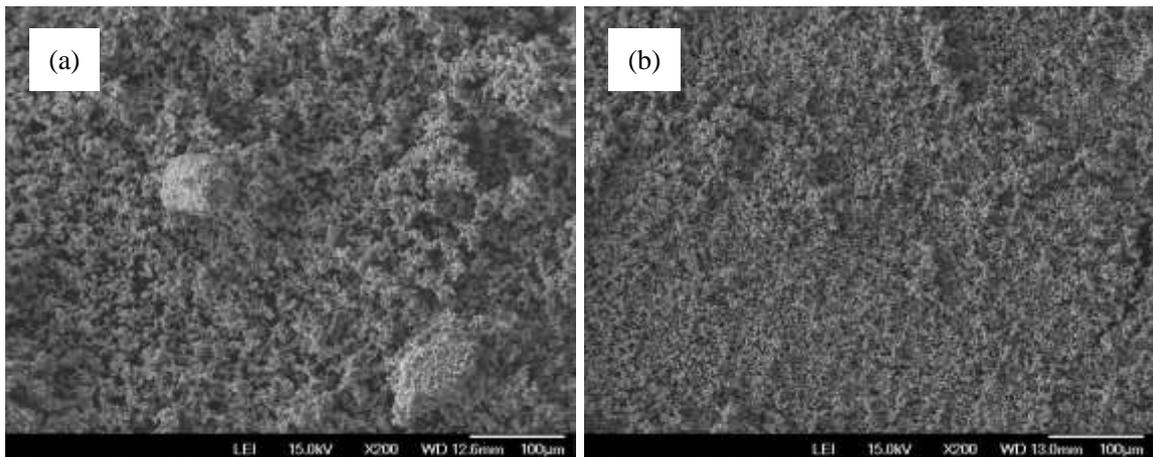


图 1 A40WC 研磨前后组织对比 ×100 (a) 研磨前 (b) 研磨后

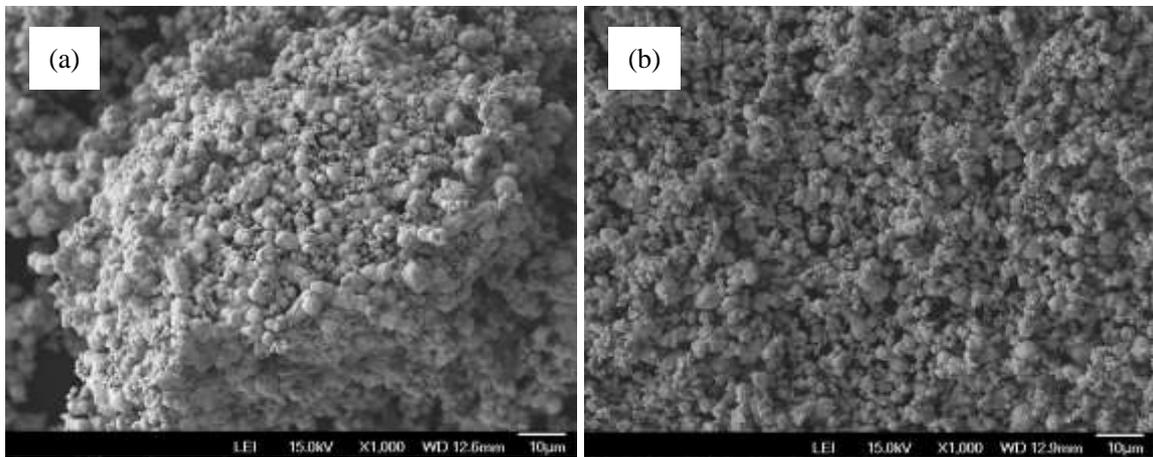


图 2 A40WC 研磨前后组织对比 ×1000 (a) 研磨前 (b) 研磨后

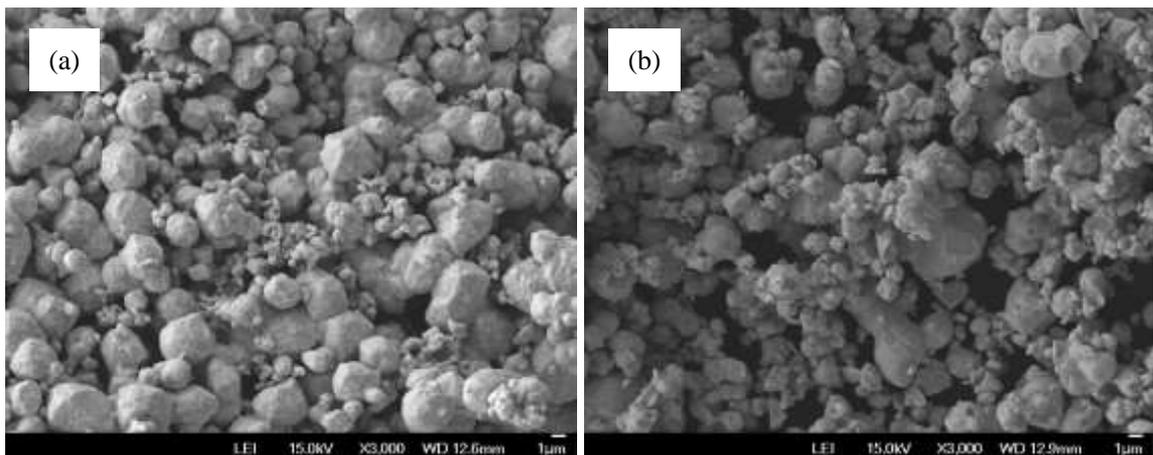


图 3 A40WC 研磨前后组织对比 ×3000 (a) 研磨前 (b) 研磨后

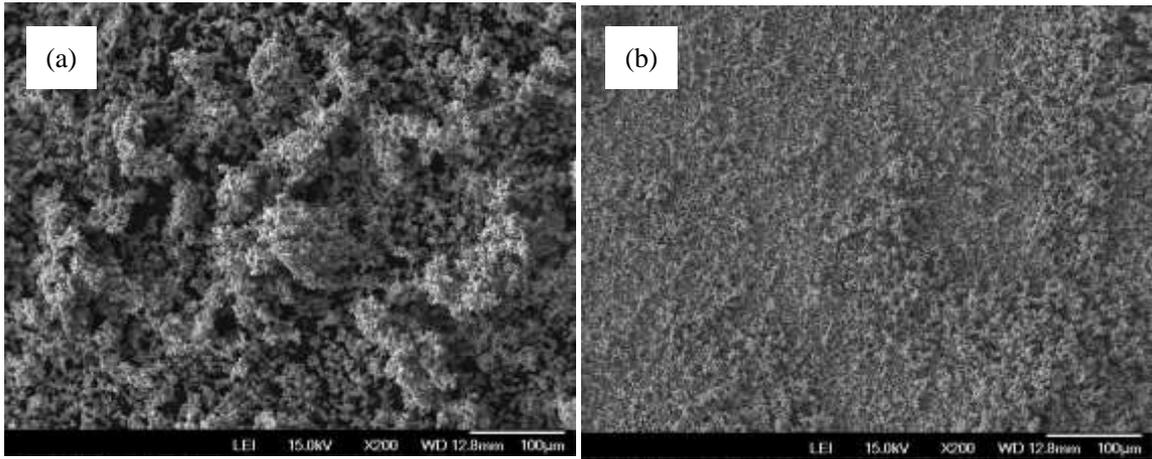


图4 FWG-4 研磨前后组织对比 ×200 (a) 研磨前 (b) 研磨后

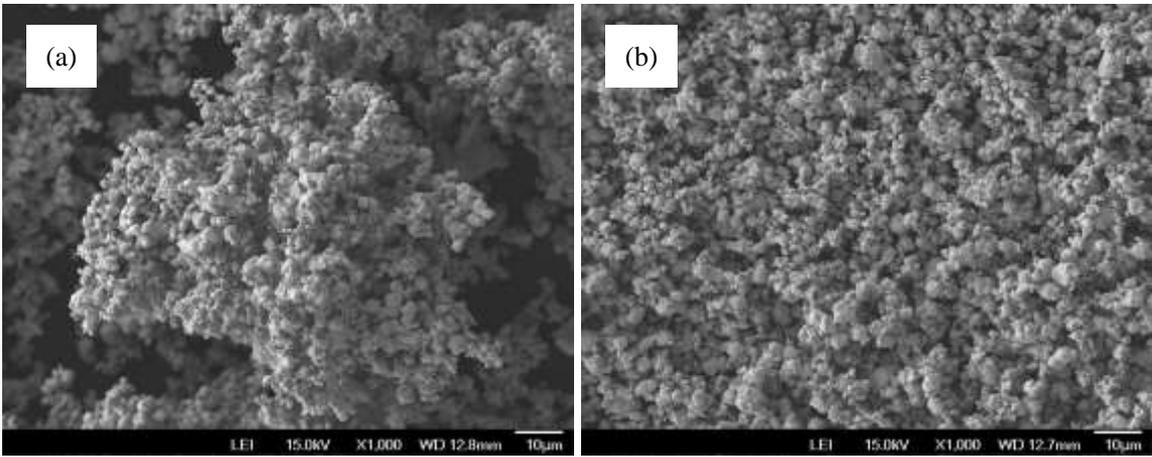


图5 FWG-4 研磨前后组织对比 ×1000 (a) 研磨前 (b) 研磨后

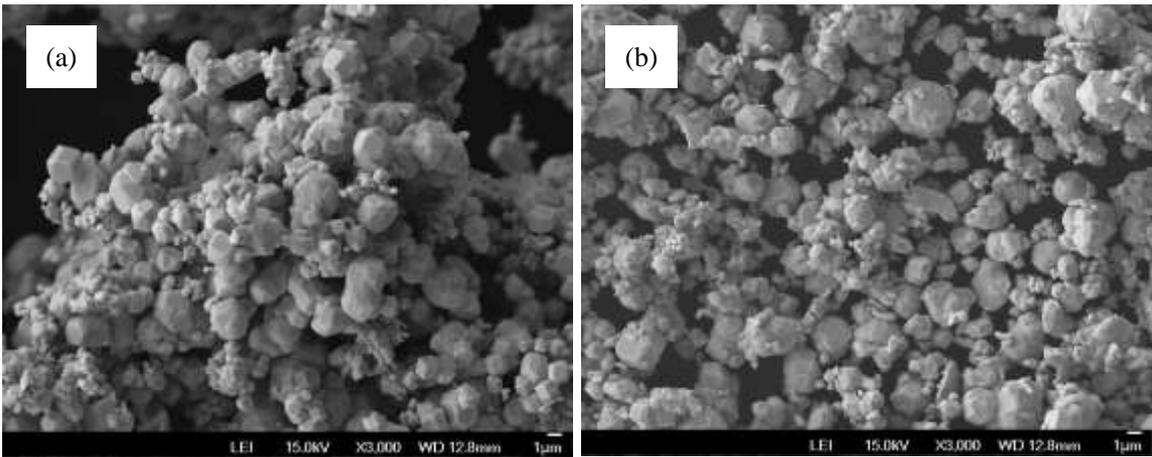


图6 FWG-4 研磨前后组织对比 ×3000 (a) 研磨前 (b) 研磨后

3.2 研磨前后费氏粒度分析

表 1 研磨前后 Fsss 结果对比

样品名称		供应态	研磨态							
			1	2	3	4	5	平均值 (um)	标准偏差 SD	重复性限%
A40WC	孔隙度	0.612	0.493	0.490	0.490	0.488	0.489	0.490		
	Fsss (um)	3.56	2.87	2.92	2.94	2.94	2.90	2.91	0.030	2.85
FWG-4	孔隙度	0.662	0.526	0.524	0.521	0.519	0.522	0.522		
	Fsss (um)	2.87	2.40	2.40	2.41	2.42	2.43	2.41	0.016	2.0

从表 1 来看,A40WC 费氏粒度由研磨前的 3.56um 降为研磨后的 2.91um,钨粉也由 2.87um 降为 2.41um, 粒度有明显下降趋势。孔隙度也由研磨前的 0.612 和 0.662 降为 0.490 和 0.522, 也有明显变小趋势。从电镜图已知, 研磨前后粉末颗粒没发生过度的碎裂, 颗粒形貌得到完好保持, 粉末研磨前的费氏粒度和孔隙度较大, 粉末存在团聚现象。

为了分析研磨后的稳定性和重复性, 每个样品进行了 5 次研磨, 以上是研磨 5 次后费氏测试结果及标准偏差, 从表 1 的重复性限来看, 其值控制在 GB/T 3249 《金属及其化合物粉末费氏粒度的测试方法》规定的“费氏粒度的重复性限应控制在 2%到 6%之间, 同一实验室测量的结果在 r 限内均为有效”,此方法研磨后的样品的重复性限为 2.85%和 2.0%, 具有良好的稳定性和重复性。

3.3 研磨前后粒度分布结果分析

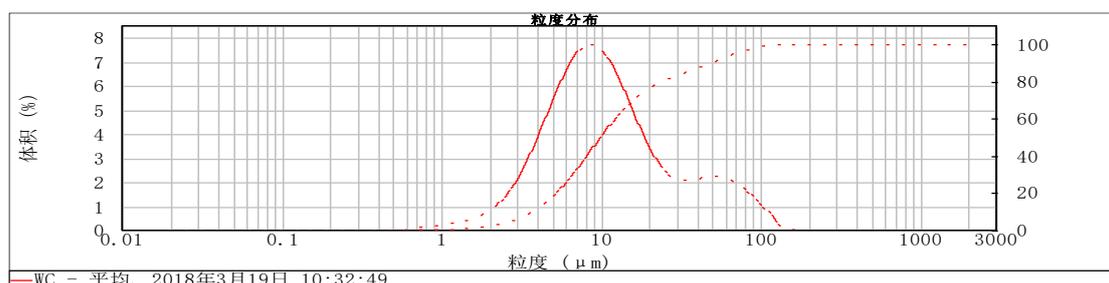


图 7 A40WC 研磨前粒度分布图

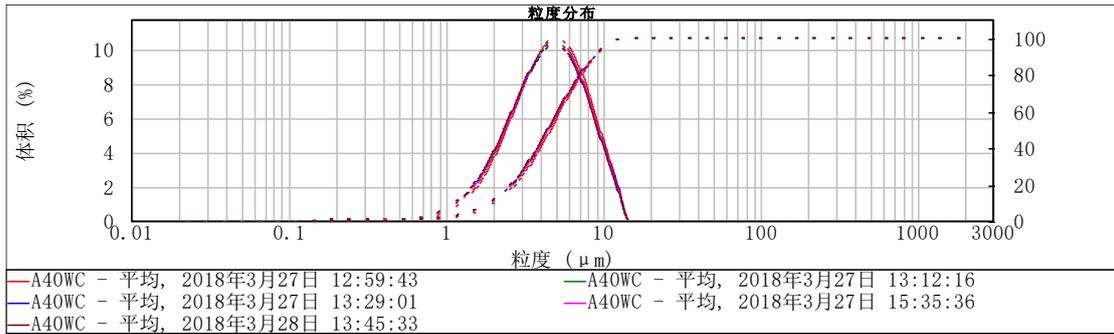


图8 A40WC 5次研磨后粒度分布重叠图

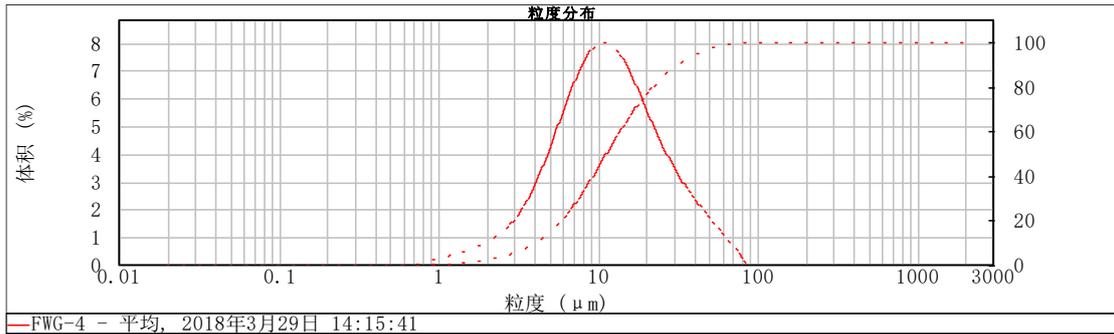


图9 W粉 研磨前粒度分布图

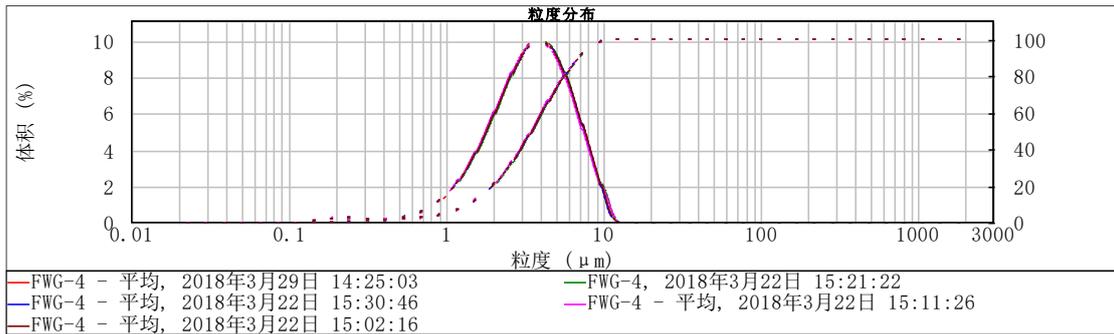


图10 W粉 5次研磨后粒度分布重叠图

表2 粒度分布特征值的标准偏差

样品名称	粒度	供应态	研磨态 (um)							RSD%
			1	2	3	4	5	平均值	标准偏差	
A40WC	D10	3.739	2.032	1.897	1.917	1.86	1.865	1.914	0.0698	3.6
	D50	9.89	4.57	4.43	4.439	4.366	4.415	4.444	0.0758	1.7
	D90	49.315	8.809	8.649	8.612	8.571	8.698	8.668	0.0918	1.1
FWG-4	D10	1.740	1.385	1.371	1.385	1.395	1.381	1.383	0.0086	0.6
	D50	11.256	3.465	3.415	3.45	3.498	3.479	3.461	0.0314	0.9
	D90	32.242	6.917	6.878	6.849	6.972	6.889	6.901	0.0465	3.6

从粒度分布图7可直观看出，研磨前A40WC存在明显双峰，研磨后（图8）呈单峰模式，颗粒得到了较好的分散；W粉研磨前（图9）虽然是单峰模式，但研磨后（图10）粒度曲线明显向左偏移，电镜图已显示W粉存在大量松散颗粒，研磨有效的将松散颗粒进行了分

散，更真实的反映了粉末性能。

我们再来看粉末研磨后的重现性，图8和图10是5次研磨后的粒度分布测量结果的重叠图，图中很直观反映5次测量结果几乎重叠在一起，有很好的重现性，且表2可得出粒度分布特征值D10、D50、D90的变异系数均小于5%，满足《GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法 第1部分：通则》对重现性的要求。

四 结论

4.1 从研磨前后的组织形貌、费氏粒度及粒度分布综合分析，本次制定的《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》可以较好的将团块分散成原始颗粒，而又不引起颗粒过度破碎。

4.2、采用本次制定的《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》进行粉末样品粒度分析前的处理，测量结果具有良好的稳定性及重复性，较真实的反映了粉末性能，可为生产和工艺控制提供较好的指导作用。

2.2.2 标准制定的主要内容

为规范统一测试机构及应用相关企业的检测方法，本次制订的标准依据GB/T1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》参考采用ASTMB859《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》，对其中部分内容进行了重新描述、部分操作细节重新规范，使其更加合理、清晰。操作性更强。

审定稿的主要内容如下：

1、规定了其适用范围，包括钨、钼、铌、钽，以及碳化钨等金属及化合物粉末的分散处理，其它的金属粉末（如金属、碳化物、氮化物）也可以参照执行。

2、增加了规范性引用文件

GB/T 3249 金属及其化合物粉末费氏粒度的测试方法

GB/T 3500 粉末冶金 术语

GB/T 13390 金属粉末比表面积的测定 氮吸附法

GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法 第1部分：通则

GB/T 21779 金属粉末和相关化合物粒度分布的光散射试验方法

3、对标准的适应性进行了概述

3.1 通常在对粉末颗粒粒度分析时，需要了解其颗粒粒度分布而不是团聚颗粒的粒度分布。本标准提出了一种颗粒分散的方法，这种方法能将团块分散成原始颗粒，而又不引起颗粒过度碎裂。该方法称为实验室研磨或棒磨。

3.2 本标准方法的研磨过程在分散时并不能保证粉末颗粒不发生碎裂，某些颗粒仍会发生碎裂。然而，本标准方法确实能提供可靠的分散处理效果，而且在众多的制造工艺中发现，本标准的分析结果与粉末颗粒的工艺过程密切相关。

3.3 如果对团块粒度尺寸（研磨态和供应态）未做要求的话，就不应使用本标准。

3.4 本标准方法可用于 GB/T 3249，GB/T 13390，GB/T 19077，GB/T 21779 和其他粒度分析方法的试样制备。

4、规定了使用的设备、技术参数。

5、规范了实验步骤。

6、增加实验报告中的注意事项。

三、标准水平分析

3.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

本标准参考采用 ASTM B 859-2013《难熔金属及其化合物粉末在粒度测定之前的分散处理规则》，在符合我国国情的基础上制定而成。

3.2 与现有标准及制订中的标准协调配套情况

本标准与现有制订中的标准无交叉重复。

3.3 涉及国内外专利及处置情况

经查，本标准没有涉及国内外专利。

四、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

六、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议作为推荐性国家标准。

七、贯彻标准的要求和措施建议

无。

八、废止现行有关标准的建议

无

九、预期效果

本标准的制订规范了粉末样品的分散处理规则，有利提高粉末粒度及粉末测试结果的稳定性和重现性，有利于粉末生产企业对粉末生产质量进行控制。有利于粉末生产及应用相关企业基于同一粉末样品分散基础进行结果比对。

十、其他应予说明的事项

无

《难熔金属及其化合物在粒度测定之前的分散处理规则》标准编制组
2018年4月23日