

粉末粒度分布的测定

声波筛分法和 X 射线小角散射法

编制说明

(审定稿)

《粉末粒度分布的测定 声波筛分法和 X 射线小角散射法》标准

编制组

编写单位：钢铁研究总院有限公司

二〇二五年十一月

粉末粒度分布的测定 声波筛分法和 X 射线小角散射法 国家标准编制说明

一、工作简况

1.1 项目来源

项目计划编号为 20242991-T-610，计划完成年限 2026 年。标准起草单位为：钢铁研究总院有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、江苏科技大学、北京钢研高纳科技股份有限公司、昆明理工大学、西安欧中材料科技股份有限公司、厦门钨业技术中心、河北建筑工程学院、张家港江苏科技大学（先进金属材料）产业技术研究院。

1.2 本标准所涉及的产品及实验简况

GB/T 13220-1991《细粉末粒度分布的测定 声波筛分法》制定于 1991 年，距今年代久远，随着粉末冶金产业，试验设备，试验方法的进步，该标准亟需修订，以满足现代产业发展。GB/T 13221-2004《纳米粉末粒度分布的测定 X 射线小角散射法》修改采用 ISO/TS13762: 2001《粒度分析 X 射线小角散射法》，该 ISO 标准已废止。

现在多用声波筛分法、激光分析法和 X 射线小角散射法测定细粉末的粒度分布。其中激光分析法测定粉末粒度范围较广从 0.1 μm 到 3 mm，但是该方法但对于纳米粉末团聚较为严重的现象，误差较大，不能反映真实的结果。声波筛分法测定的粒度范围为 5 ~ 45 μm ，该方法简易、效率高、在筛分的同时可以测量出粉末的粒度分布，可极大提升质检效率。X 射线小角散射法测定的粒度范围为 1 nm ~ 300 nm，该方法对纳米粉末粒度的测定精度高。利用 SAXS 技术可以表征物质的长周期、准周期结构和测定纳米粉末的粒度分布。广泛应用于尺度属纳米级的各种金属、无机非金属、有机聚合物粉末以及生物大分子、胶体溶液、磁性液体等颗粒尺寸分布的测定；也可对各种材料中的纳米级孔洞、偏聚区、析出相等的尺寸进行分析研究。其粒度分析结果所反应的既非晶粒亦非团粒，而是一次颗粒的尺寸，在测定中参与散射的颗粒数一般高达数亿个，在统计上有充分的代表性。所以对声波筛分法和 X 射线小角散射法的修订是很有必要的。

《2019 年国家标准立项指南》中提到为优化国家标准体系结构。严格控制国家标准增量，加大修订力度，鼓励对现行国家标准进行整合修订。GB/T 13220-1991《细粉末粒度分布的测定 声波筛分法》和 GB/T 13221-2004《纳米粉末粒度分布的测定 X 射线小角散射法》都是测定粉末粒度的分布，只是不同方法针对的粒度范围不一样，为方便使用，并且积极响应国家标准体系结构优化政策，所以将 GB/T 13220-1991《细粉末粒度分布的测定 声波筛分法》和 GB/T 13221-2004《纳米粉末粒度分布的测定 X 射线小角散射法》整合修订为《粉末粒度分布的测定 声波筛分法和 X 射线小角散射法》。

1.3 修订单位及主要修订人工作情况

1.3.1 修订单位情况

钢铁研究总院有限公司是我国金属新材料研发基地、行业共性关键技术创新基地和冶金分析测试权威机构，承担了我国冶金行业 85%以上国防配套新材料研发任务和 50%以上共性关键技术研发任务，先后研制了近千种高技术新材料，满足了我国国防配套重点型号、国民经济重大工程建设需求。围绕材料品质提升、产品用户技术、冶金工艺及装备技术等领域，开发了一批新产品、新工艺、新技术、新装备，为能源石化、交通建筑、海洋工程、机械电子等提供了强力材料技术支撑，引领了冶金及用户行业转型升级和创新发展。钢铁研究总院有限公司拥有先进齐全的研发基础条件，通过了 ISO9001 质量管理体系认证。

安泰天龙钨钼科技有限公司是安泰科技旗下专业从事难熔材料研究、制造和服务的业务单元，承接了中国钢研科技集团在难熔金属材料领域六十多年不懈耕耘的成果，是央企发挥自身优势、整合社会资源、创新发展机制的典范，是中国钨钼材料精深加工领域的领军企业。

北京钢研高纳科技股份有限公司（以下简称“钢研高纳”）成立于 2002 年 11 月 8 日，是国资委直属央企中国钢研科技集团有限公司控股的上市公司。主要从事航空航天、兵器、舰船和电力行业所需的先进合金材料的研发、生产和销售，是国内航空、航天、兵器、舰船和核电等行业用高温合金等材料及制品重要的研发生产基地。

江苏科技大学是江苏省唯一一所船舶与海洋工程装备产业为主要服务面

向的行业特色型大学，是全国相关高校中船舶工业相关学科专业设置最全、具有船舶特色整体性和应用性优势的高校之一，是江苏高水平大学建设高校，教育部本科教学工作水平评估优秀学校，教育部卓越工程师教育培养计划高校。

1.3.2 主要修订人工作情况

整个标准修订过程中各参编单位给予了大力的支持和帮助。钢铁研究总院有限公司作为牵头单位，负责整体试验方案的制定和小角散射法粒度测定的分析研究，安泰天龙钨钼科技有限公司负责声波筛分法试验方案的制定和测试研究，安泰天龙钨钼科技有限公司和厦门钨业技术中心提供了本单位相应粉末，江苏科技大学、昆明理工大学负责小角散射法的比对试验，北京钢研高纳科技股份有限公司、西安欧中材料科技有限公司负责声波筛分法的比对试验，河北建筑工程学院负责文本修订以及绘图工作。同时标准参与单位针对标准的讨论稿和征求意见稿提出修改意见，确保实验参数能够满足检测以及实际使用要求。标准主要起草人及分工见表 1。

表 1 标准主要修订人及分工

序号	联系人姓名	工作单位	分工
1		钢铁研究总院有限公司	本标准总体把控，标准文本的修改撰写及小角散射法试验方案的实施
2		安泰天龙钨钼科技有限公司	声波筛分法试验方案的设计、文本撰写及数据验证
3		江苏科技大学	小角散射数据验证、分析及文本中曲线图的绘制分析
4		北京钢研高纳科技股份有限公司	方案制定及标准文本修正
5		昆明理工大学	小角散射对比实验、提供粉末样品及技术参数
6		中海油能源发展股份有限公司工程技术分公司	声波筛分数据验证及分析
7		上海三环磁性材料有限公司	声波筛分数据验证及分析
8		西安欧中材料科技股份有限公司	声波筛分数据分析
9		河北建筑工程学院	绘图及文本修正
10		厦门钨业技术中心	提供粉末样品及技术参数、数据验证
11		张家港江苏科技大学（先进金属材料）产业技术研究院	绘图及文本修正

1.4 主要工作过程

1.4.1 修订阶段

2023年11月，全国有色金属标准化技术委员会在云南昆明组织召开会议，钢铁研究总院有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、北京钢研高纳科技股份有限公司、西安欧中材料科技股份有限公司、重庆有研重冶新材料有限公司、钢研昊普科技有限公司等单位的专家代表参加了会议，会议对本项目进行了任务落实。

钢铁研究总院有限公司在接到项目下达的任务后立即与参编单位成立标准编制工作组，对目标任务进行了分解，明确成员的任务要求，制定工作计划和进度安排。项目运行以来，工作组成员查阅了大量的国内外相关文献资料，收集、整理、对比分析了相关企业的技术资料，同时也对不同粒度、不同成分的粉末进行检测分析、验证比对等相关资料的收集整理，分析实验参数，包括粉末质量、制样方法、试验时间等对实验结果的影响，并对相应结果进行汇总、分析。结合调研情况和多家比对的实验数据为基础，于2025年3月完成标准讨论稿。本标准讨论稿完成后，在编制组及公司内部进行了多次交流，广泛征求意见，对本标准讨论稿进行了认真的修改和完善，最后形成了该标准的征求意见稿。

1.4.2 征求意见阶段

2025年4月18日，全国有色金属标准化技术委员会主持在昆明理工组织召开本标准的讨论会。编制组成员钢铁研究总院有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、北京钢研高纳科技股份有限公司、江苏科技大学、昆明理工大学、西安欧中材料科技股份有限公司、河北建筑工程学院等，以及北矿新材、安徽相邦复合材料有限公司等专家代表参加了会议。与会代表对本标准征求意见稿进行了认真、细致的讨论，提出了修改意见及建议。标准编制小组根据专家提出的修改意见与建议进行了修改，形成了标准预审稿。

2025年8月20日，由全国有色金属标准化技术委员会主持在甘肃兰州召开了本标准的预审会。来自钢铁研究总院有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、北京钢研高纳科技股份有限公司、江苏科技大学、昆明理工大学、西安欧中材料科技股份有限公司、河北建筑工程学院等，以及北矿新材、天津铸金科技开发股份有限公司等专家代表参加了会议。与会代表对本标准预审稿进行了认真、细致

的讨论，并提出修改意见，标准编制组采纳了相关意见，并对标准进行修改完善，形成标准送审稿及编制说明，并提交标委会对标准进行审查。

同时全国有色金属标准化技术委员会通过工作群、邮件向委员单位征求意见，并将征求意见资料在 www.cnsmq.com 网站上挂网。征求意见的单位主要包括生产、经销、使用、科研、检验等单位以及科研院校，征求意见单位广泛且具有代表性。

2025年4月标准制定工作组对收集到的意见进行整理，共收到了15条意见，形成了标准征求意见稿意见汇总处理表。标准制定工作组对征求意见稿进行修改，形成标准送审稿。

1.4.3 审查阶段

2025年11月11日，国家标准《粉末粒度分布的测定 声波筛分法和X射线小角散射法》审定会由全国有色金属标准化技术委员会主持，于浙江省杭州市召开。来自钢铁研究总院有限公司、北京钢研高纳科技股份有限公司、江苏科技大学、安泰科技股份有限公司、陕西科技大学、北京有色金属与稀土应用研究所有限公司、钢研昊普科技有限公司等单位专家代表参加了会议，见《有色金属标准审定会参加单位及代表签名》。对标准送审稿进行了认真、细致的讨论，见《有色金属国家标准审定会会议纪要》。具体修改意见，见《有色金属国家标准审定会会议纪要》。

与会专家经过讨论后一致认为：本标准的制定遵循了满足用户需求、技术内容合理、检验方法可行的原则，充分考虑了生产企业、使用单位及相关各方的意见和建议。本标准的修定将对粉末粒度的测定具有较强的规范和指导作用，达到了国内先进水平。建议编制组单位按以上修改意见修改后，形成国家标准报批稿上报。

1.4.4 报批阶段

标准编制组对标准文本和编制说明进行修改完善，形成标准报批稿报送至全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243），现上报至工信部审批、发布。

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

本标准按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构

和起草规则》给出的规则修订。

本标准在修订过程中，主要以声波筛分法和小角散射法测定粒度的应用研究为基础，遵循市场需求、技术内容合理、检测方法可行的原则，能够反映国内各生产企业配套检测机构的技术水平，可操作性强，便于应用。其技术要求中技术指标取值范围根据相关设备技术发展水平及测试数据进行确定。本标准符合粉末粒度测定的应用需求，具有指导作用。

2.2 确定标准主要内容的论据

本文件规定了采用声波筛分法和 X 射线小角散射法测定粉末粒度分布的方法。适用于粉末粒度分布的测量方法，声波筛分法的颗粒尺寸不小于 20 μm ，X 射线小角散射法的颗粒尺寸为 1 nm~300 nm。本文件不适用于形状明显不等轴的片状、针状等粉末。

与 GB/T 13220-1991 和 GB/T 13221-2004 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围（见第1章）：本文件为两项标准的整合修订，因此修改了适用范围；
- b) 更改“声波筛装置示意图”（见4.2.1）；
- c) 更改了筛面的描述（见4.2.1.1）；
- d) 更改了筛框的描述（见4.2.1.2）；
- e) 更改声波筛机的描述（见4.2.2）；
- f) 更改了“声波筛机装置示意图”（见4.2.2）；
- g) 更改了天平分度值要求（见4.2.3）；
- h) 更改了称样量要求（见4.3）；
- i) 更改了声波筛分法的试验步骤（见4.4）；
- j) 将“火棉胶”更改为“醋酸纤维素”（见5.3.2和5.3.3）：随着安全管理要求的不断提高，火棉胶作为管控材料已不再适用于试验研究；
- k) 更改了实验环境要求（见5.3.5）：根据安全环保要求，丙酮易燃，不适宜放在烘箱内，应放置于通风橱内；
- l) 更改了X射线小角散射法的试验步骤（见5.4）；

- m) 删除了“累积分布曲线”（GB/T 13221-2004年版的8.2.2.2）：原标准利用累积分布曲线可得出中位径，现有表格结果中已列出中位径，无需重复作图；
- n) 更改了试验报告内容（见第6章）。

（一）X 射线小角散射法测定粒度的参数变更

原标准在纳米粉末取样过程中，需要用到无小角散射效应的火棉胶与丙酮制成火棉胶丙酮溶液。但是火棉胶容易自燃，是由硝化棉（硝基纤维素）溶解在乙醇和乙醚混合溶剂中制成的粘稠液体，用作封片剂，随着安全管理要求的不断提高，火棉胶目前已不再适用了，需要选择合适的替代材料。

目前已完成相关验证试验，选择醋酸纤维素作为替代材料，其具有优良的透明度和强度，危险性小，与火棉胶性能相似，因此利用醋酸纤维素代替火棉胶开展试验研究。

◆ X 射线小角散射法测定粒度验证试验结果

为考虑样品制备粉末分散情况以及粉末粒度大小对测试结果的影响，分别选取 80nm、150nm、300nm 的金属镍粉进行验证试验，结果如下。

（a）利用醋酸纤维素制样，80nm 样品在同一位置测量 4 次

表 1 80nm 第一次测试结果

粒度分级间隔 (nm)	粒度分布频度 f(D) (%/nm)	质量分数 %	累积质量分数 %
1-5	0.10	0.4	0.4
5-10	0.25	1.2	1.6
10-18	0.00	0.0	1.6
18-36	0.34	6.2	7.8
36-60	0.88	21.1	28.9
60-96	1.15	41.4	70.3
96-140	0.49	21.7	92.0
140-200	0.13	8.0	100.0

平均粒径 $D=83.5$ nm；中位径 $d=78.4$ nm；分布散度 $B=37.8$ nm

表 2 80nm 第二次测试结果

粒度分级间隔 (nm)	粒度分布频度 f(D) (%/nm)	质量分数 %	累积质量分数 %
5-10	0.24	1.2	1.2
10-18	0.00	0.0	1.2
18-36	0.34	6.2	7.4
36-60	0.89	21.3	28.7
60-96	1.15	41.3	70.0
96-140	0.50	21.8	91.8
140-200	0.14	8.2	100.0

平均粒径 $D=83.9$ nm; 中位径 $d=78.6$ nm; 分布散度 $B=37.7$ nm

表 3 80nm 第三次测试结果

粒度分级间隔 (nm)	粒度分布频度 f(D) (%/nm)	质量分数 %	累积质量分数 %
1-5	0.27	1.1	1.1
5-10	0.00	0.0	1.1
10-18	0.00	0.0	1.1
18-36	0.34	6.1	7.2
36-60	0.90	21.5	28.7
60-96	1.17	42.0	70.7
96-140	0.48	21.2	91.8
140-200	0.14	8.2	100.0

平均粒径 $D=83.6$ nm; 中位径 $d=78.3$ nm; 分布散度 $B=37.6$ nm

表 4 80nm 第四次测试结果

粒度分级间隔 (nm)	粒度分布频度 f(D) (%/nm)	质量分数 %	累积质量分数 %
5-10	0.07	0.4	0.4
10-18	0.01	0.1	0.4

18-36	0.41	7.4	7.8
36-60	0.83	20.0	27.8
60-96	1.18	42.6	70.4
96-140	0.50	22.1	92.5
140-200	0.12	7.5	100.0

平均粒径 $D=83.6$ nm；中位径 $d=78.8$ nm；分布散度 $B=36.7$ nm

由结果可以看出，样品同一位置的 4 次测量结果重复性很高，平均粒径和中位径的相对标准偏差 RSD 均为 0.2%，粒度分布情况如图 1 所示。

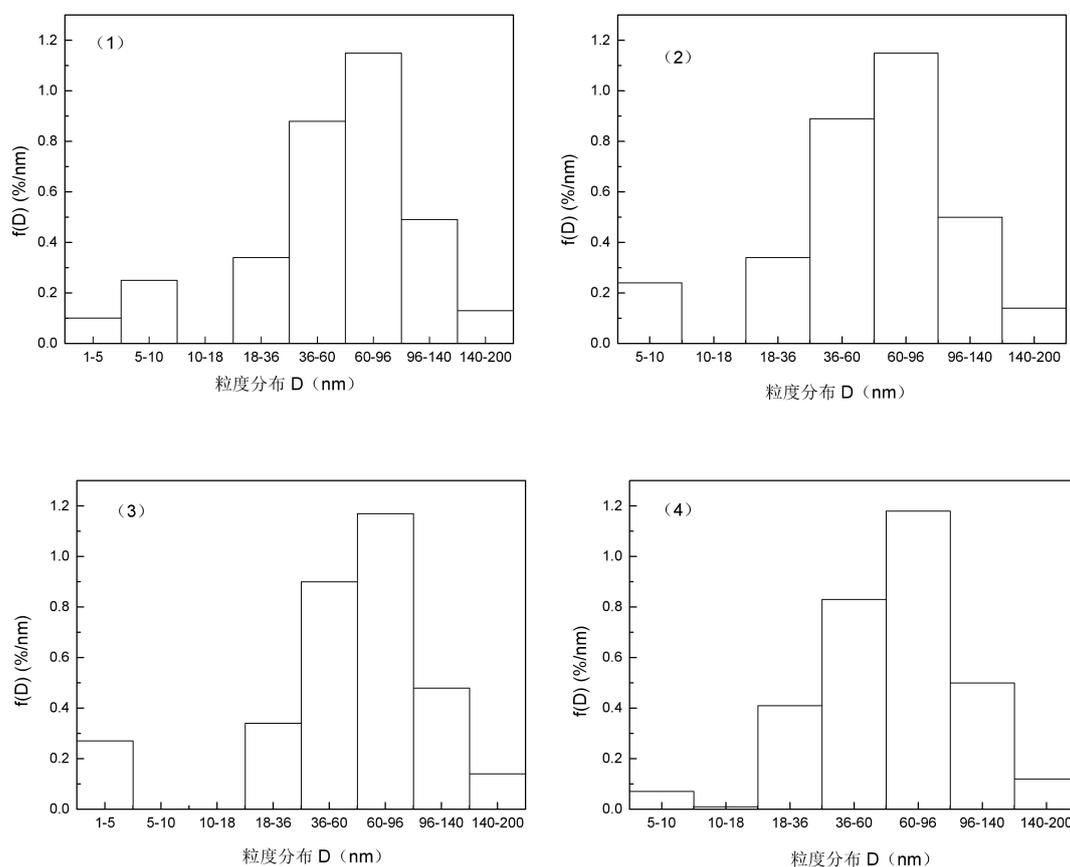


图 1 80nm 样品同一位置测量结果

(b) 利用醋酸纤维素制样，选取 80nm 样品和 150nm 样品分别取不同位置测量 4 次

表 5 80nm 不同位置测试结果

样品位置	平均粒径 (nm)	中位粒径 (nm)
位置一	90.3	81.4
位置二	85.8	79.7
位置三	86.4	80.1
位置四	86.0	79.3
平均值	87.1	80.1
标准偏差 $u_A(x)$	2.1	0.9

表 6 150nm 不同位置测试结果

样品位置	平均粒径 (nm)	中位粒径 (nm)
位置一	138.8	155.1
位置二	137.4	154.6
位置三	145.9	160.3
位置四	163.5	156.7
平均值	146.4	156.7
标准偏差 $u_A(x)$	11.9	2.6

由于样品制备不能保证粉末分布完全一致，因此不同位置的测量结果存在一定偏差。但经过反复测试，偏差均控制在 5% 以内。

(c) 利用火棉胶制样，进行对比实验，选取 80nm 样品不同位置进行测量

表 7 火棉胶制样 80nm 不同位置测试结果

样品位置	平均粒径 (nm)	中位粒径 (nm)
位置一	101.8	87.0
位置二	93.1	85.4
位置三	98.9	86.4
平均值	97.9	86.3

通过结果可以看出，利用火棉胶制样所得的平均粒径和中位径偏大。火棉胶由于安全管控的要求，近几年已无法采购，现存的材料比较老旧，粘度较大，致

使粉末在制样过程中容易团聚不易于分散，已不适用于样品制备。

(d) 利用醋酸纤维素制样，300nm 样品不同位置测量 8 次

表 8 300nm 不同位置测试结果

样品位置	平均粒径 (nm)	中位粒径 (nm)
位置一	112.4	110.8
位置二	123.7	123.8
位置三	177.8	181.9
位置四	135.4	146.3
位置五	123.5	120.2
位置六	130.0	135.2
位置七	153.4	152.9
位置八	124.2	123.5

300nm 样品测了 8 组数据，测试结果差异较大，平均粒径和中位径数值与粉末提供单位通过电镜测定的平均粒径 300nm 结果相差较大。利用扫描电镜进一步观察，这批 300nm 的粉末存在较多超量程的大颗粒，粒径超过了 300nm 不在统计范围内。小角散射法测定粉末粒径只适用于 300nm 以下的粉末，超过 300nm 无法进行计量统计。因此，此类超过 300nm 的粉末不适用小角散射法测定粉末粒度。

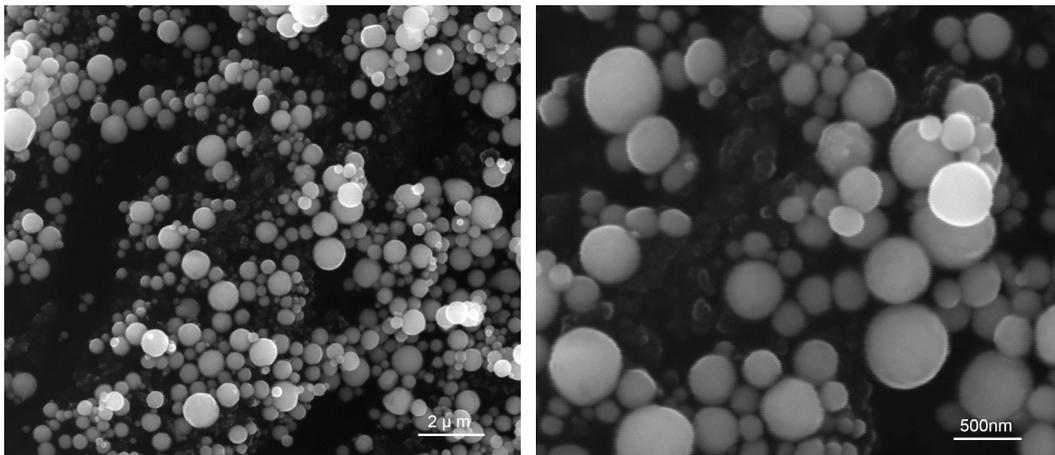


图 2 300nm 粉末形貌图

(d) 比对验证试验结果

利用醋酸纤维素制样，80nm 样品选取三家单位进行比对试验，结果如表 9

所示。

试验单位	样品位置	平均粒径 (nm)	中位粒径 (nm)
单位一	位置一	85.8	79.7
	位置二	86.4	80.1
	位置三	83.9	78.6
	位置四	83.6	78.3
单位二	位置一	87.2	82.1
	位置二	87.6	82.2
	位置三	87.3	82.1
	位置四	87.8	82.2
单位三	位置一	87.5	82.3
	位置二	87.3	82.2
	位置三	87.7	82.5
	位置四	88.6	83.0

(二) 声波筛分法测定粉末粒度的参数变更

2.2.1 粉末颗粒形貌的确定

本标准选定 $Y_2O_3-ZrO_2$ 、Bi 和 KF Ni60B 粉末作为测试粉末。为了明确上述三种粉末的形貌，对其进行了扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscopy, SEM)表征，SEM 表征结果如图 1 所示， $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末和 KF Ni60B 粉末均为较为规整的类球形，而 Bi 粉则为不规则的长方体块状。

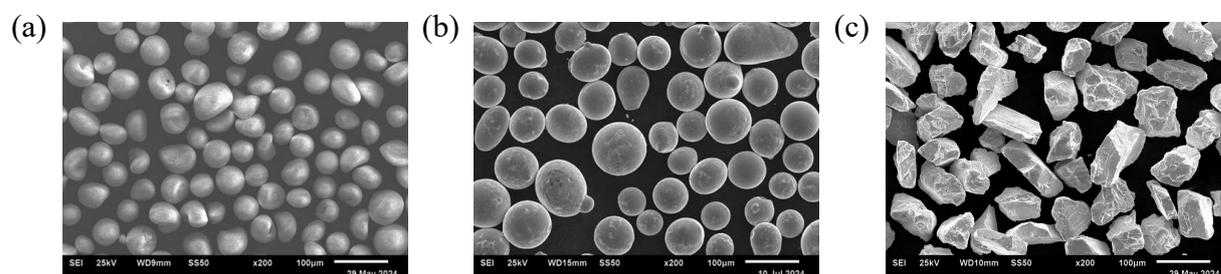


图 1 不同粉末的 SEM 图

(a) $Y_2O_3-ZrO_2$; (b) KF Ni60B; (c) Bi

为了明确三种粉末的粒径分布，采用 imagepro 软件对每种粉末的 SEM 图片分别选取约 200 个颗粒进行粒径统计(考虑到 Bi 粉形状非类球形，且考虑声波筛分法的特点，故选取 Bi 粉类长方体形状的长作为 Bi 粉的直径)。如图 2 所示，

$Y_2O_3-ZrO_2$ 的粒径均小于 $75\mu m$ ，其中 $38\sim 50\mu m$ 占比 49% 最多， $50\sim 75\mu m$ 占比 36% 次之， $20\sim 28$ 和 $28\sim 38\mu m$ 占比分别为 4% 和 11%；KF Ni60B 粒径分布在 $50\sim 75\mu m$ 占比 63% 最多， $38\sim 50$ 和 $75\sim 150\mu m$ 分别占比 18% 和 19%；Bi 粉的粒径分布在 $50\sim 75\mu m$ 占比 68% 最多， $38\sim 50$ 和 $75\sim 150\mu m$ 占比均为 15%， $28\sim 38\mu m$ 占比为 2%。

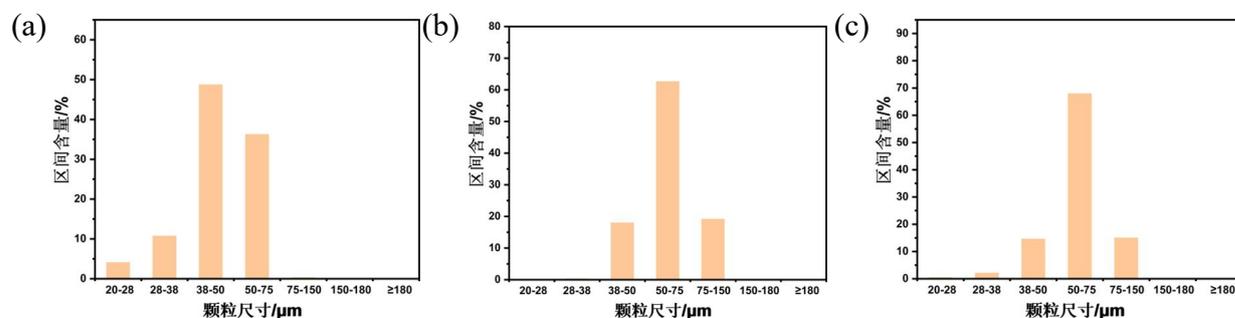


图 2 由不同粉末 SEM 图所得的粒径分布图
(a) $Y_2O_3-ZrO_2$ ；(b) KF Ni60B；(c) Bi

分别称重 3g 上述三种粉末在 SFY-D 型全自动音波振动式筛分仪上进行声波筛分试验，筛分时间为 10min，声波振动频率为 50Hz。试验所选用筛网从上到下分别为 80 目、100 目、200 目、300 目、400 目、500 目、空筛和 600 目，依次对应 $180\mu m$ 、 $150\mu m$ 、 $75\mu m$ 、 $50\mu m$ 、 $38\mu m$ 、 $28\mu m$ 、空筛和 $20\mu m$ (所用筛网下同)。如图 3(a) 所示， $Y_2O_3-ZrO_2$ 经声波筛分后的粒径分布中 $38\sim 50\mu m$ 占比 54% 最多， $50\sim 75\mu m$ 占比 33% 次之， $28\sim 38\mu m$ 占比为 12%，上述区间粒径分布与之前 SEM 表征的结果相比基本一致；与之前 SEM 表征的结果相比不同之处为筛分结果在 $20\sim 28\mu m$ 无分布，而在 $75\sim 150\mu m$ 出现少量分布，占比为 1%。如图 3(b) 所示，KF Ni60B 经声波筛分后的粒径在 $50\sim 75\mu m$ 占比 55% 最多， $38\sim 50$ 和 $75\sim 150\mu m$ 分别占比 21% 和 23%；与之前 SEM 表征的结果相比整体趋势接近一致，但 $50\sim 75\mu m$ 占比略有降低， $38\sim 50$ 和 $75\sim 150\mu m$ 占比则均略有增加。由图 3(c) 与图 2(c) 对比发现，Bi 粉经声波筛分后的粒径分布与 SEM 结果存在较大差别，声波筛分后其粒径在 $38\sim 50\mu m$ 占比为 11%，在 $50\sim 75\mu m$ 占比 89% 最多，较 SEM 表征结果增加 21%，而在 $28\sim 38$ 和 $75\sim 150\mu m$ 区间均无粒径分布，尤其在 $75\sim 150\mu m$ 粒径区间由 15% 减少至 0%。

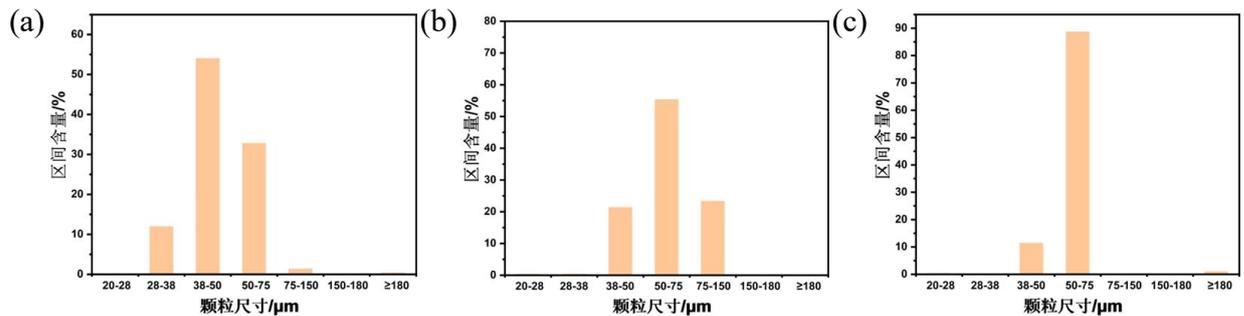
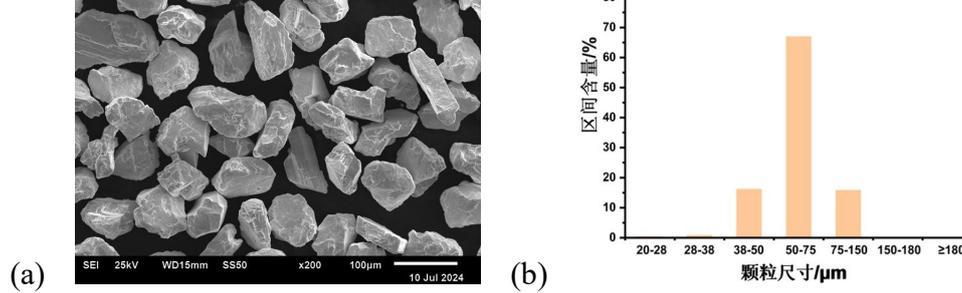


图 3 由声波筛分法所得不同粉末的粒径分布图
(a) $Y_2O_3-ZrO_2$; (b) KF Ni60B; (c) Bi

图 4 声波筛分后 Bi 粉的 (a) SEM 图及 (b) 对应的粒径分布图

通过以上分析可得，同为类球形的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 和 KF Ni60B 粉未经声波筛分后的结果与 SEM 表征所得结果基本一致，而类长方体块状的 Bi 粉与 SEM 结果存在明显差别，大粒径粉末明显减少，为了探究 Bi 粉在声波筛分过程中是否存在颗粒破碎导致大颗粒减少的情况，对经过声波筛分后的 Bi 粉进行 SEM 表征并进行粒径统计分析，详见图 4。对比图 4(a) 与图 1(c) 发现 Bi 粉未发生明显破碎，进一步对比图 4(b) 与图 2(c) 发现 Bi 粉在筛前及筛后的粒径分布统计结果基本一致，这表明 Bi 粉在声波筛分过程中并未发生破碎。故推测 Bi 粉扫描电镜统计结果与声波筛分法所得结果存在一定差异的主要原因为 Bi 粉为长方体结构，而不是较为规则的球形，且声波筛分法所测为长方体粉末的宽，所测值偏小，所以 Bi 粉声波筛分所得结果中在 75~150 μm 区间无粒径分布。

因此，针对非规则球形粉末，声波筛分法不能作为粒径分布的主要判定依据，只能作为参考。

2.2.2 粉末质量的确定

为了确定声波筛分测试中所用粉末的质量参数，选择了 $Y_2O_3-ZrO_2$ 和 KF Ni60B 两种类球形粉末进行进一步的测试。针对上述两种粉末，分别称取了 1g、

3g、5g、7g、10g 和 30g 进行声波筛分试验，筛分时间为 10 min，振动频率为 50Hz。

如图 5 所示为不同质量的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末经声波筛分后的粒径分布图，由图可得随着筛分质量的增加，28~38 μm 区间含量由 12% 降至 7%，38~50 μm 区间含量由 58% 降至 38%，75~150 μm 区间含量由 2% 降至 0%，而 50~75 μm 区间含量则由 27% 增高至 55%。随着筛分质量的增加小粒径区间含量逐渐减少，而大粒径区间含量逐渐增加，因此应当对声波筛分的粉末重量进行约定。将上述结果与

图 2(a) 对比后发现，3~7g 的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末经声波筛分后的结果与扫描电镜结

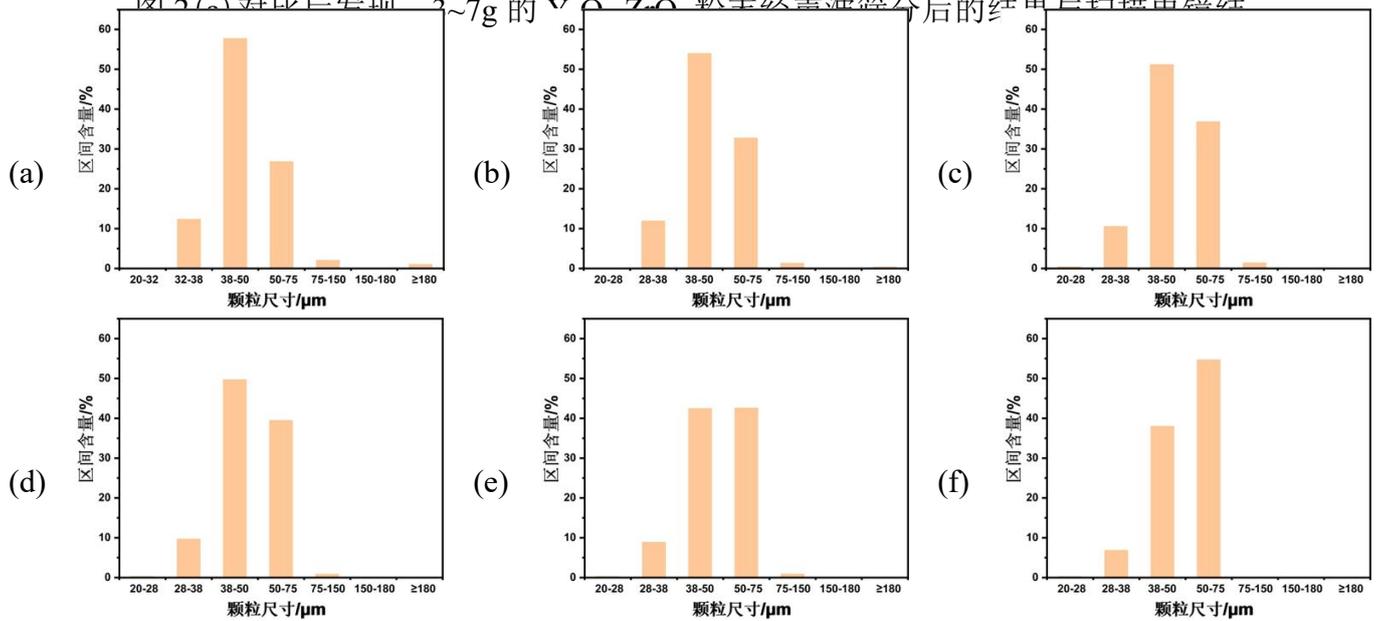
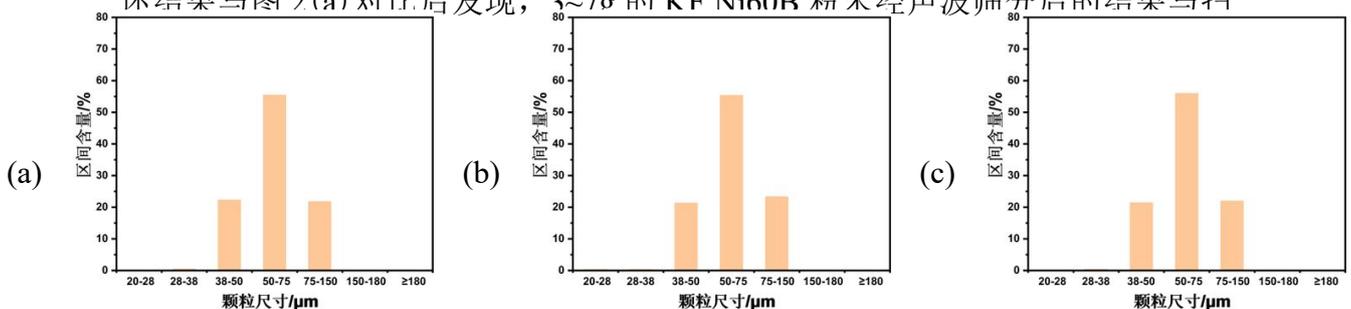


图 5 不同质量的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末声波筛分后的粒径分布图

(a) 1g; (b) 3g; (c) 5g; (d) 7g; (e) 10g; (f) 30g

如图 6 所示为不同质量的 KF Ni60B 粉末经声波筛分后的粒径分布图，由图可得随着筛分质量的增加，38~50 μm 区间含量由 22% 降至 14%，而 75~150 μm 区间含量则由 22% 增高至 27%，50~75 μm 区间含量则由 55% 增高至 59%。将上述结果与图 2(a) 对比后发现，3~7g 的 KF Ni60B 粉末经声波筛分后的结果与扫描



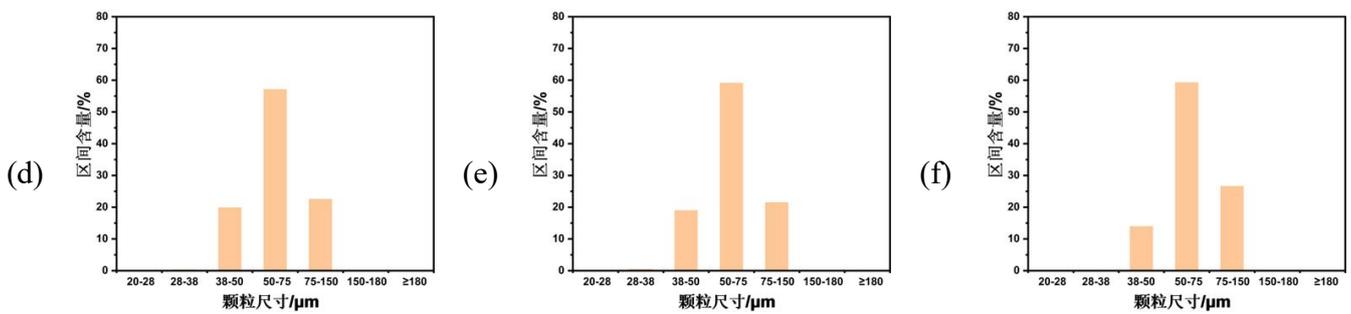


图 6 不同质量的 KF Ni60B 粉末声波筛分后的粒径分布图

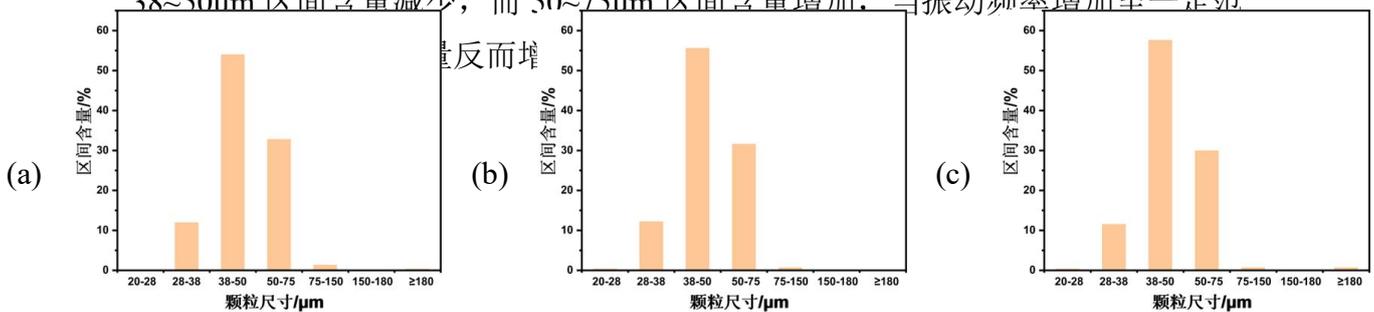
(a) 1g; (b) 3g; (c) 5g; (d) 7g; (e) 10g; (f) 30g

结合不同质量的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 和 KF Ni60B 粉末经声波筛分后的结果与电镜测量结果对比发现：称取 3~7 g 粉末进行声波筛分试验结果最合适。

2.2.3 振动频率的确定

为了确定声波筛分测试中合适的振动频率，针对 $Y_2O_3-ZrO_2$ 和 KF Ni60B 两种粉末，分别称取 3g 进行声波筛分试验，筛分时间为 10 min，振动频率分别选择定频 50 Hz 和调频 50、100、150、200 及 250Hz。

如图 7 所示为不同振动频率的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末经声波筛分后的粒径分布图，由图可得定频模式 50Hz 与调频模式 50Hz 的结果基本一致，表明该设备的两种模式结果基本一致。由图 7 (c) 和 (d) 可得，振动频率增加至 100Hz 及 150Hz 后其结果与 50Hz 基本一致，且与图 2(a) 所示扫描电镜的统计结果基本一致。进一步增加振动频率至 200 和 250Hz 时，由图 7 (e) 和 (f) 结果可得 28~38 和 38~50μm 区间含量减少，而 50~75μm 区间含量增加，当振动频率增加至一定范



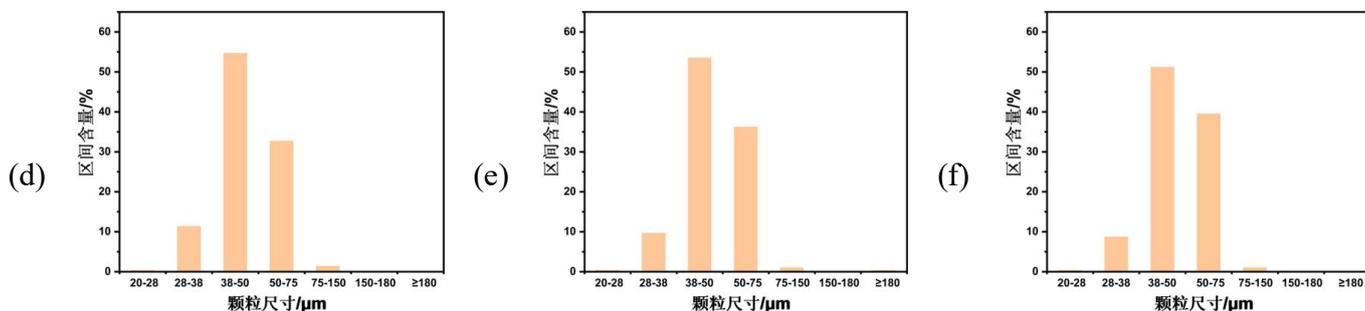


图 7 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 粉末经不同振动频率声波筛分后的粒径分布图
 (a) 定频 50Hz; (b) 50Hz; (c) 100Hz; (d) 150Hz; (e) 200Hz; (f) 250Hz

图 8 所示为不同振动频率的 KF Ni60B 粉末经声波筛分后的粒径分布图，由图 8(a) 和 (b) 结果可得定频模式 50Hz 与调频模式 50Hz 的结果基本一致，同样表明该设备的两种模式结果基本一致。振动频率增加至 100Hz 后其结果与 50Hz 基本一致，且上述三个频率下的结果与图 2(b) 所示扫描电镜的统计结果均一致。由图 8(d)、(e) 和 (f) 结果可得，进一步增加振动频率至 150、200 和 250Hz 时，38~50 μm 区间含量由 17% 减少至 12%，而 75~150 μm 区间含量则由 23% 增加至 27%。50~75 μm 区间含量基本不变。在 KF Ni60B 粉末经声波筛分试验中同样存

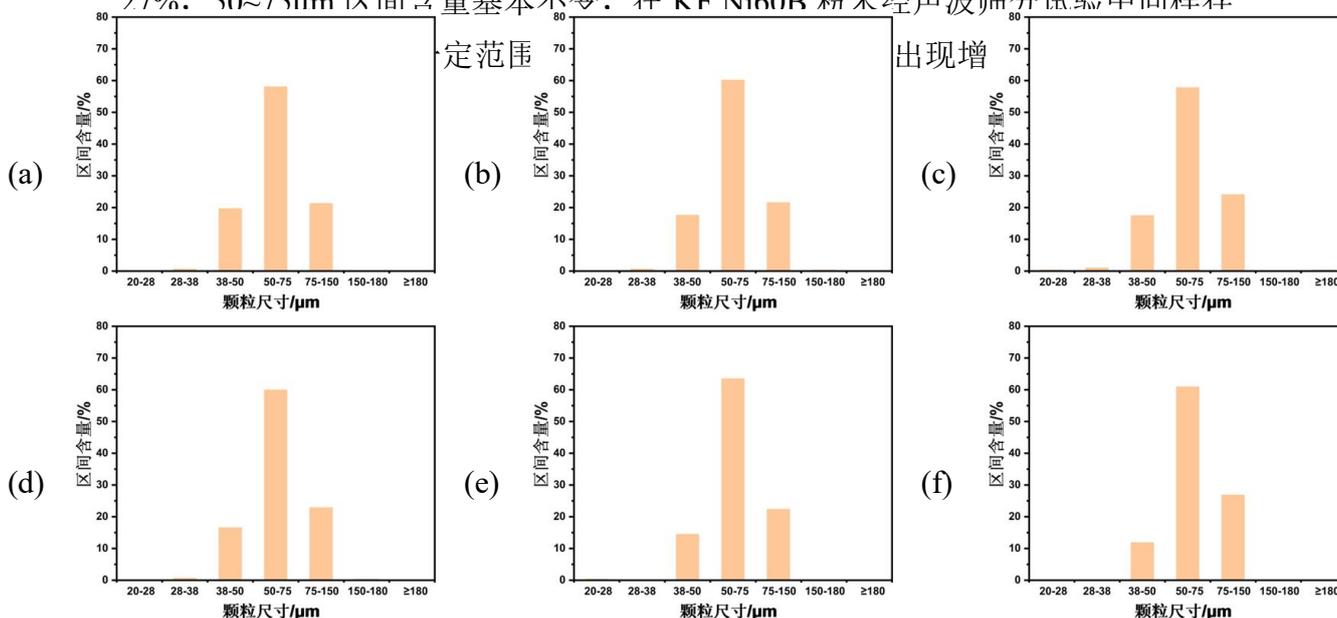


图 8 KF Ni60B 粉末经不同振动频率声波筛分后的粒径分布图
 (a) 定频 50Hz; (b) 50Hz; (c) 100Hz; (d) 150Hz; (e) 200Hz; (f) 250Hz

结合不同振动频率的 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 和 KF Ni60B 粉末经声波筛分后的结果与电镜测量结果对比发现：选用 50~100Hz 的振动频率进行声波筛分试验结果最合适。

2.2.4 筛分时间的确定

为了确定声波筛分测试中合适的筛分时间，称取 3g 的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末进行声波筛分试验，振动频率为 50 Hz，筛分时间分别选择 1、3、5、10、15 和 20 min。

如图 9 所示为 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末经声波筛分不同时间后的粒径分布图，由图可得在筛分时间为 1min 时，28~38 μm 区间含量低于其他筛分时间的结果，而其 50~75 μm 区间含量则高于其他筛分时间的结果，且与扫描电镜结果存在差距，这表明过短的筛分时间无法有效完成筛分过程。在筛分时间为 3~15min 时，筛分所得结果基本一致且与扫描电镜结果基本一致。在筛分时间为 20min 时，与筛分时间为 3~15min 结果相比，其 38~50 μm 区间含量降低，而 50~75 μm 区间含量增加，即大粒径颗粒含量占比增加，推测过长时间的筛分过程导致粉末颗粒间的摩擦增

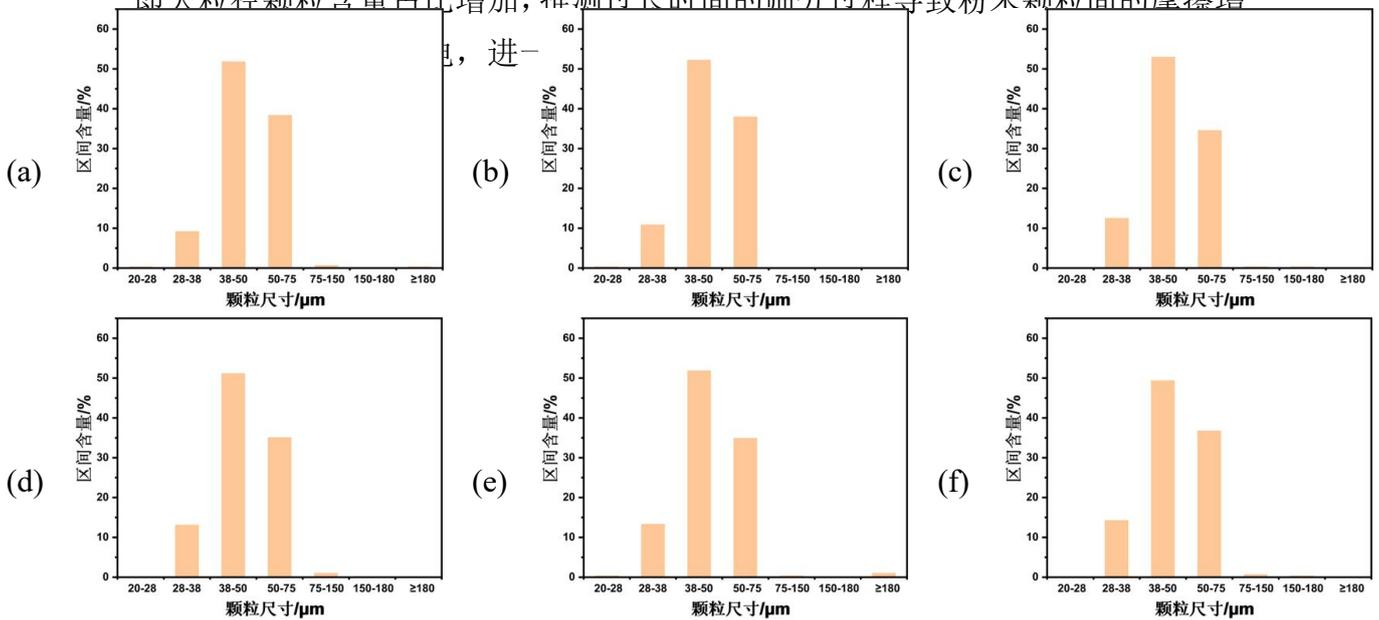


图 9 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末在 50Hz 下不同筛分时间声波筛分后的粒径分布图

(a) 1 min; (b) 3 min; (c) 5 min; (d) 10 min; (e) 15 min; (f) 20 min

在振动频率为 100 Hz 时，进一步探究合适的筛分时间。称取 3g 的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末进行声波筛分试验，筛分时间分别选择 1、3、5、10、15 和 20 min。如图 10 所示为 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末经声波筛分不同时间后的粒径分布图，由图可得在筛分时间为 1 和 3min 时，38~50 μm 区间含量均低于其他筛分时间的结果，而 50~75 μm 区间含量则均高于其他筛分时间的结果，且与扫描电镜结果存在差距，这表明过短的筛分时间无法有效完成筛分过程。在筛分时间为 5~20min 时，筛分所得结果基本一致且与扫描电镜结果基本一致。

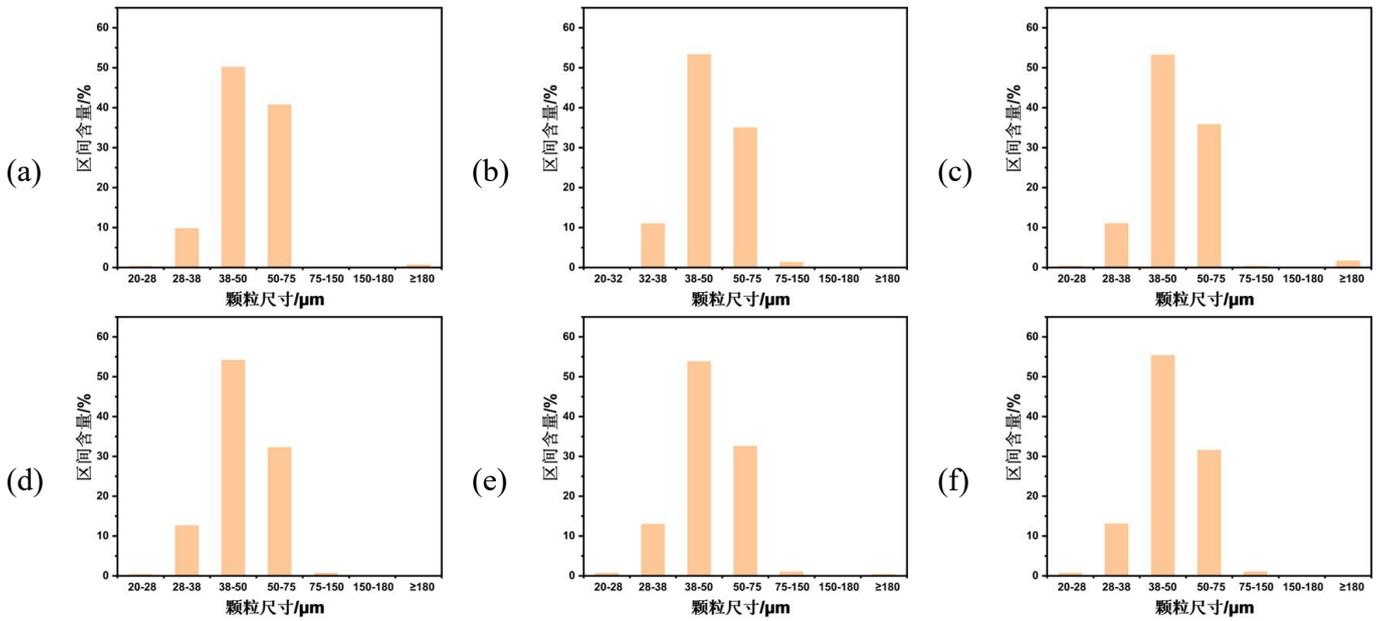
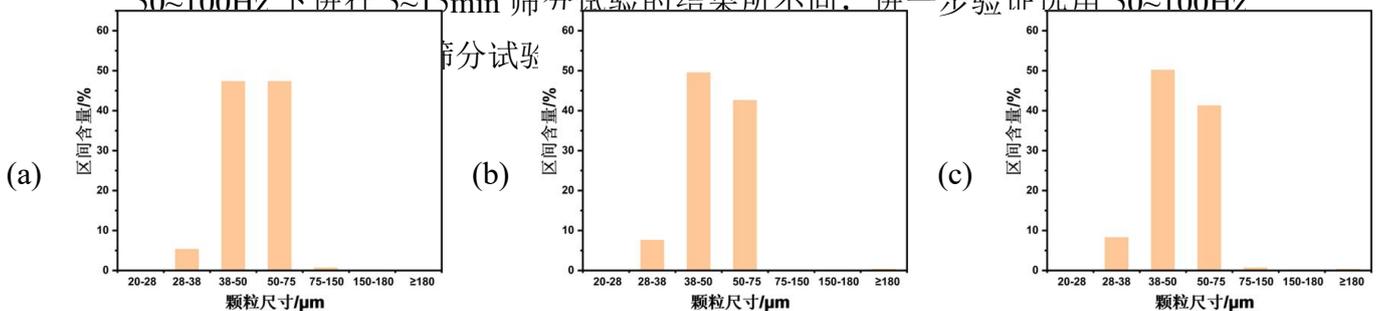


图 10 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末在 100Hz 下不同筛分时间声波筛分后的粒径分布图
 (a) 1 min; (b) 3 min; (c) 5 min; (d) 10 min; (e) 15 min; (f) 20 min

结合在 50Hz 和 100Hz 振动频率下, $Y_2O_3-ZrO_2$ 和 KF Ni60B 粉末经不同筛分时间声波筛分后的结果与电镜测量结果对比发现: 在进行声波筛分试验过程中选用 5~15min 的声波筛分试验结果最合适。

为了验证声波筛分试验中所选用频率为 50~100Hz 的合理性, 在振动频率为 200 Hz 情况下, 称取 3g 的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末进行进行不同时间的声波筛分试验。如图 11 所示为 $Y_2O_3-ZrO_2$ 粉末经声波筛分不同时间后的粒径分布图, 由图可得在 200Hz 的振动频率下, 筛分时间为 1~10min 时, 38~50 μm 区间含量均低于其他筛分时间的结果, 而 50~75 μm 区间含量则均高于其他筛分时间的结果, 且与扫描电镜结果存在差距。但在筛分时间为 1~10min 时, 随着筛分时间增加, 28~38 和 38~50 μm 区间含量逐渐增加, 50~75 μm 区间含量逐渐减少。在筛分时间为 15 与 20min 时, 筛分所得结果基本一致且与扫描电镜结果基本一致。该结果与 50~100Hz 下进行 5~15min 筛分试验的结果所不同, 进一步验证选用 50~100Hz



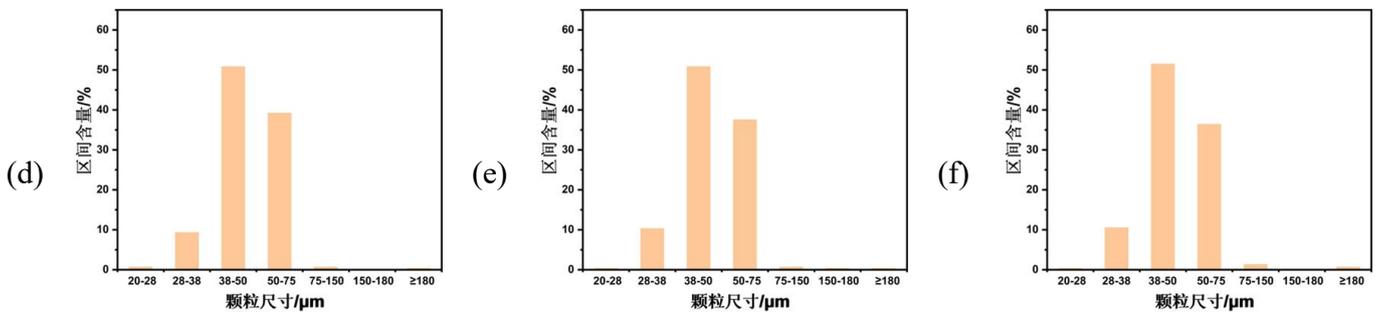


图 11 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 粉末在 200Hz 下不同筛分时间声波筛分后的粒径分布图
 (a) 1 min; (b) 3 min; (c) 5 min; (d) 10 min; (e) 15 min; (f) 20 min

2.2.5 重复性试验结果

选取 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 和 KF Ni60B 两种粉末，由安泰天龙钨钼科技有限公司实验人员进行重复性试验，图 12 和图 13 分别为 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 和 KF Ni60B 两种粉末各称取 5g 在筛分时间为 10 min，振动频率为 50 Hz 条件下进行的声波筛分的重复性试验结果。由图可得，上述两种粉末的重复性测试均表现良好。

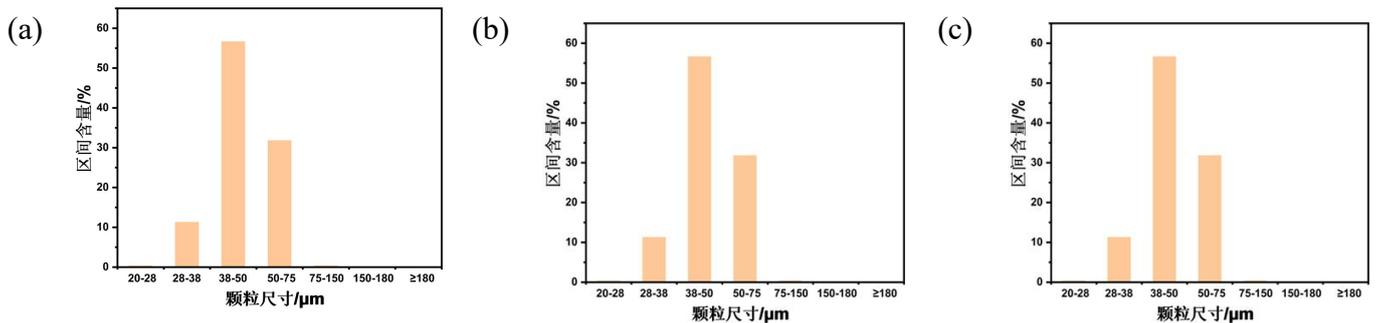


图 12 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布图
 (a) 第 1 次测试; (b) 第 2 次测试; (c) 第 3 次测试
 (b)

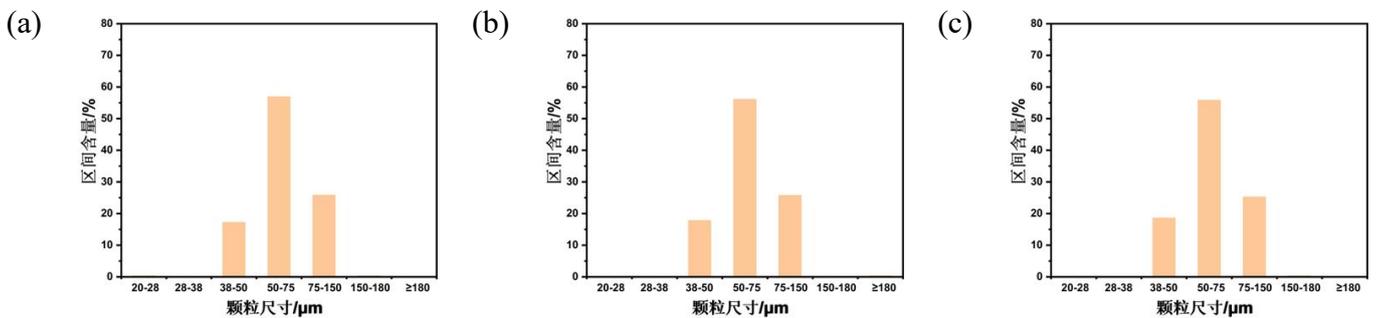


图 13 KF Ni60B 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布图
 (a) 第 1 次测试; (b) 第 2 次测试; (c) 第 3 次测试

表 1 Y₂O₃-ZrO₂ 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布

Y ₂ O ₃ -ZrO ₂	20~28μm	28~38μm	38~50μm	50~75μm	75~150μm	150~180μm	≥ 180μm
第 1 次	0.331	11.258	56.623	31.788	0.331	0	0
第 2 次	0.333	11.000	56.667	31.333	0.333	0.667	0
第 3 次	0.334	10.702	56.856	32.107	0	0.669	0

表 2 KF Ni60B 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布

KF Ni60B	20~28μm	28~38μm	38~50μm	50~75μm	75~150μm	150~180μm	≥ 180μm
第 1 次	0.331	0	17.219	56.954	25.828	0.331	0
第 2 次	0	0	17.822	56.106	25.743	0	0.330
第 3 次	0	0	18.629	55.814	25.243	0.332	0

2.3.6 验证试验结果

选取 Y₂O₃-ZrO₂ 和 KF Ni60B 两种粉末，由验证单位实验人员进行重复性试验，粉末质量为 5 克，筛分时间为 10 分钟，振动频率为 50 赫兹(定频)，击打间隔 2 秒，采用八级筛网组合(从上至下依次为 80 目、100 目、200 目、300 目、400 目、500 目、空筛、600 目)，将验证单位测定的试验数据汇总至表 3~6。

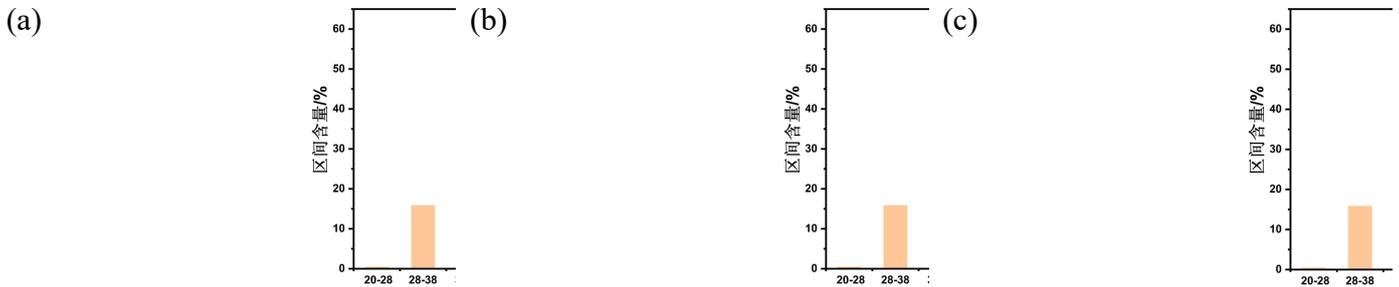


图 14 Y₂O₃-ZrO₂ 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布图 (中海油测试结果)

(a) 第 1 次测试; (b) 第 2 次测试; (c) 第 3 次测试

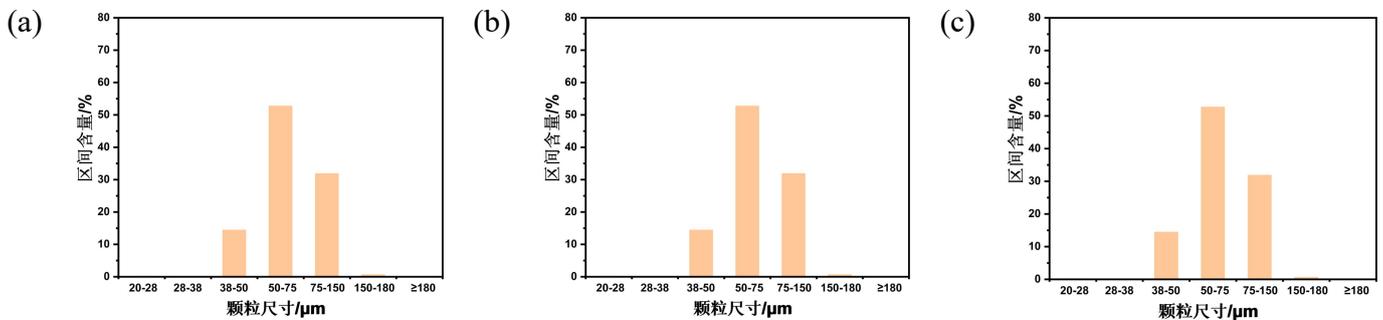


图 15 KF Ni60B 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布图 (中海油测试结果)

(a) 第 1 次测试; (b) 第 2 次测试; (c) 第 3 次测试

表 3 Y₂O₃-ZrO₂ 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布（中海油测试结果）

Y ₂ O ₃ -ZrO ₂	20~28μm	28~38μm	38~50μm	50~75μm	75~150μm	150~180μm	≥ 180μm
第 1 次	0.220	15.570	52.690	30.740	0.400	0.200	0.400
第 2 次	0.400	15.800	50.600	33.600	0.000	0.200	0.000
第 3 次	0.400	14.800	50.800	34.600	0.000	0.400	0.000

表 4 KF Ni60B 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布（中海油测试结果）

KF Ni60B	20~28μm	28~38μm	38~50μm	50~75μm	75~150μm	150~180μm	≥ 180μm
第 1 次	0.200	0.000	15.200	52.200	31.600	1.000	0.000
第 2 次	0.200	0.000	14.430	52.710	31.860	0.600	0.000
第 3 次	0.200	0.000	15.170	53.090	30.940	0.400	0.000

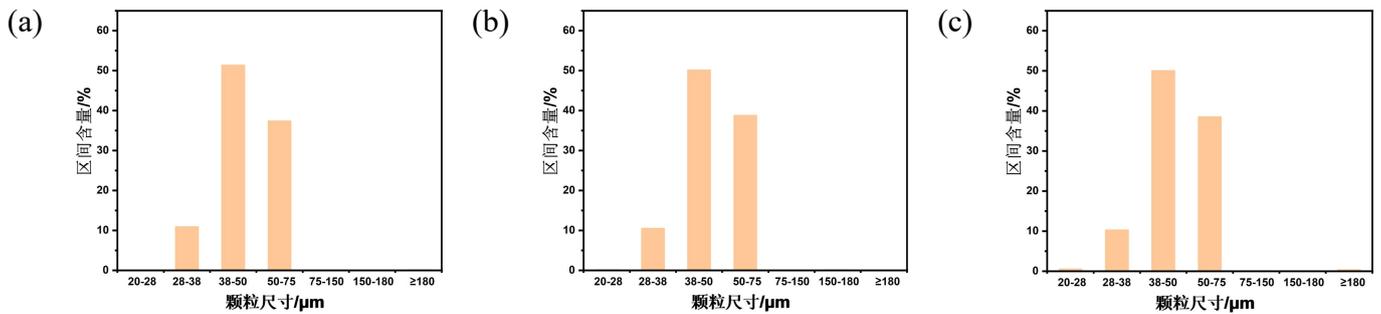


图 12 Y₂O₃-ZrO₂ 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布图（上海三环测试结果）

(a) 第 1 次测试； (b) 第 2 次测试； (c) 第 3 次测试

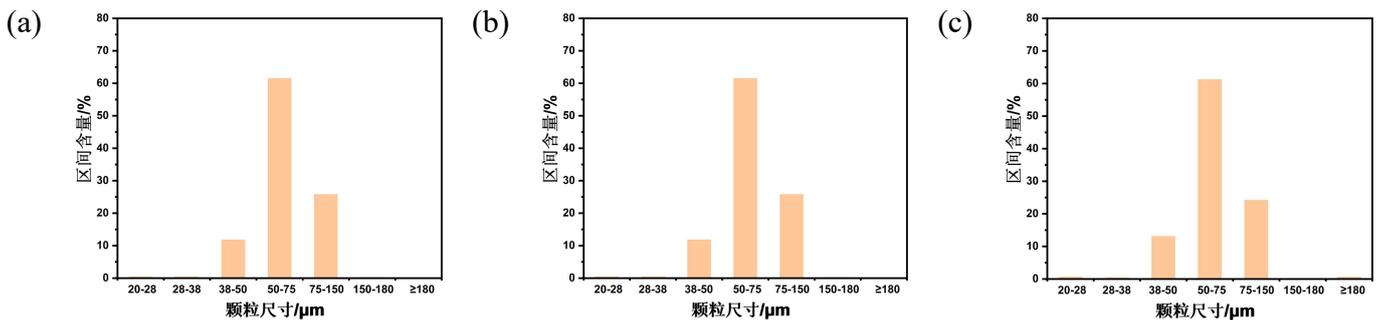


图 13 KF Ni60B 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布图（上海三环测试结果）

(a) 第 1 次测试； (b) 第 2 次测试； (c) 第 3 次测试

表 5 Y₂O₃-ZrO₂ 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布（上海三环测试结果）

Y ₂ O ₃ -ZrO ₂	20~28μm	28~38μm	38~50μm	50~75μm	75~150μm	150~180μm	≥ 180μm
第 1 次	0.000	10.960	51.390	37.450	0.000	0.000	0.200

第 2 次	0.200	10.560	50.200	38.840	0.000	0.200	0.000
第 3 次	0.600	10.340	50.100	38.570	0.000	0.000	0.400

表 6 KF Ni60B 在 50Hz 下声波筛分 10min 后的粒径分布（上海三环测试结果）

KF Ni60B	20~28 μ m	28~38 μ m	38~50 μ m	50~75 μ m	75~150 μ m	150~180 μ m	\geq 180 μ m
第 1 次	0.400	0.400	11.780	61.480	25.750	0.200	0.000
第 2 次	0.790	0.400	13.490	61.110	23.810	0.000	0.400
第 3 次	0.600	0.400	13.07	61.190	24.160	0.000	0.590

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

本标准未采用国际标准。

3.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

目前，声波筛分法测定粉末粒度没有相关的国际标准。国内现有的测定粉末粒度的标准包括 GB/T 19077.1《粒度分析 激光衍射法》，适用的粒度范围为 0.1 μ m-3mm，采用激光衍射法进行粒度分析，通过分析颗粒的角度光散射图，测定任意双相系的颗粒粒度分布；GB/T 1480《金属粉末 干筛分法测粒度》，适用的粒度范围为 20 μ m-100mm，干的、不含润滑剂的金属粉末，通过干筛分法将金属粉末分成不同的筛分粒级。这些粒度测定的方法标准所适用的范围与原理与本标准不同。ISO 17867《Particle size analysis-Small angle X-ray scattering method》规定了小角 X 射线散射（SAXS）用于估算 1nm 至 100nm 粒径范围内平均粒径的方法，适用于粒子之间的相互作用和散射效应可以忽略的稀释分散体。适用范围与本标准不同，在 ISO 17867 参考文献中，引用了 GB/T13221。本文件的设立基于现有最新的声波筛分法和小角散射法测定粉末粒度，适应设备的更新而建立，测试方法明确、简单、具体、可执行性及通用性强。

3.3 与现有标准及制定中标准协调配套的情况

无

3.4 涉及国内外专利及处置情况

经查，本标准不涉及国内外专利。

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

暂无重大分歧意见。

六、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议作为推荐性有色国家标准。

七、贯彻标准的要求和措施建议

标准发布后宣贯实施。

八、废止现行有关标准的建议

本标准颁布实施后，代替 GB/T 13221-2004《纳米粉末粒度分布的测定 X射线小角散射法》和 GB/T 13220-1991《细粉末粒度分布的测定 声波筛分法》。

九、其他应予说明的事项

无。

十、预期效果

本标准充分考虑了我国目前细粉末以及纳米粉末测试方法和设备技术水平状况，有据可依，促进企业的有序竞争和发展。推荐各生产企业贯彻执行，更推荐用户以此国家标准作为测试标准来推动其进一步发展，从而不断提高我国粉末测试表征水平，满足我国粉末生产及其下游用户行业发展的需要。建议技术归口单位在标准推出后及时组织生产企业和用户学习和宣贯本标准，以便更好地参与国际市场竞争，服务于广大用户。

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：《粉末粒度分布的测定 声波筛分法和 X 射线小角散射法》 承办人：张晓丹
 标准项目负责起草单位：钢铁研究总院有限公司 电话：010-62182866 2025 年 10 月 20 日填写

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	1	更改声波筛分法和 X 射线小角 散射法测定粉末粒度适用范围 的描述	有色标准化技术委员会	采纳	
2	2	修改规范性引用文件	有色标准化技术委员会	采纳	
3	4.2.3	修改天平分度值	北矿新材料科技有限公司	采纳	
4	4.3	修改取样和试样制备表述	北矿新材料科技有限公司	采纳	
5	4.4.1	5min 至 15min 修改为 “5 min~ 15 min”	中南大学	采纳	
6	4.4.2	修改为“进行空筛称量”	南昌硬质合金有限责任公司	采纳	
7	5	修改 X 射线小角散射法原理	华侨大学	采纳	
8	5.5.1	修改结果的计算表述	北矿新材料科技有限公司	采纳	
9	5.5.2.1	粒度分析结果的表述可以采用 列表法和图示法	自贡硬质合金有限责任公司	采纳	
10	5.5.2.2	修改为“列表法，粒度分布结果 见表 2”	江苏博迁新材料股份有限公司	采纳	
11	5.5.2.2	修改表格格式，加横线	江苏博迁新材料股份有限公司	采纳	
12	5.5.2.3	修改为“图示法，粒度分布结果 见图 3”	厦门金鹭硬质合金有限公司	采纳	
13	/	无意见	安泰科技股份有限公司	/	
14	/	无意见	格林美股份有限公司	/	
15	/	无意见	钢研昊普科技有限公司	/	

说明：①发送《征求意见稿》的单位数：15 个；
 ②收到《征求意见稿》后，回函的单位数：15 个；
 ③收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：12 个
 ④没有回函的单位数：0 个。