

使用动力学测试方法确定合适粉末性质以解释粉末在加工流程中的行为

Jamie Clayton, Freeman Technology;
Michael Mayer, AZO GmbH + Co. KG

多功能粉末综合性质测试仪 (Powder Rheometer) 的使用, 强化了德国 AZO GmbH + Co. KG 研究中心对粉末的评估能力。AZO 不仅仅受益于其中的动力学测试方法, 还获益于其全自动的剪切测试以及粉末整体性质测试方法。

AZO 是一家专注于粉体材料加工设备的专业设备制造商, 其用户集中在食品、制药、化学品粉体和高分子材料等领域。产自于英国 Freeman Technology 公司的 FT4 多功能粉末流动性测试仪, 对于 AZO 公司的设备设计方法和粉体加工厂规范做出了积极的贡献。

AZO 位于德国 Osterburken 的部门主要面向干性粉末材料。其针对粉末和颗粒加工的打包解决方案通常包括用于存储的筒仓和料斗, 用于中型散装容器或袋包的装料站, 配料和称重系统, 以及气动输送设备。该部门设有一个专门的研究机构和测试中心, 能进行工业规模厂房的试验。这个中心每年要评估 500 多种新材料, 其中每一种都会带来这样那样的粉末加工问题。

问题剖析

通过使用这种全规模测试设备, AZO 能够试验并优化每一个粉体加工方案。但是, 这种测试和评估需要使用大量的样品, 且费用昂贵。所以, 在进行这种评估之前, 研发部门会在已有经验和测试的基础之上找到优化的加工方案。

在购进 FT4 多功能粉末流动性测试仪之前, 研发团队使用过两种粉末测试设备以实现这一目的: 一台 Jenike 类剪切盒 (shear cell) 和一种提供休止角 (angle of repose) 和振实密度 (使用卡尔指数 Carr's Index) 的简易粉末流动性测试仪。

剪切盒方法是由 Jenike 在上世纪 60 年代开发出来的, 用于支持他所提出的料斗尺寸设计模型和方法。这种方法在今天仍然有不少人使用, 一般用于评估粉末的粘结性。尽管这个方法已经面世很久, 但因其测试操作和料斗设计较难, 通常还要外包给专业公司完成。

无论是从效率还是从实用性上, 剪切盒都不是用于流程研发的一个理想的技术方法。样品的剪切分析耗时较长, 而且不同的测试人员得到的结果也会不一样。不仅如此, 即便剪切测试数据对料仓的尺寸设计有用, 该方法却无法评估粉末的其他重要性质比如流态化性质等, 而这些性质对于设备的设计和操作极为重要。

类似地, 简易粉末流动性测试仪所提供的数据对了解粉末的自然属性有所帮助, 但是, 该方法再现性很差, 另外它所测的参数跟实际的粉末加工流程没有任何关系。用休止角也好, 卡尔指数也好来定义粉末是自由流动还是粘结, 这种方法本身并不模拟粉末在真实环境下所处的应力状态或者流动模式, 所以, 这些方法无法提供给用户用于不同加工流程预测模型所需的数值。这类技术的出发点跟其他应用领域内的常规方法一样, 是用于进行安全设计, 但是上面这些缺陷限制了该技术的应用。

以上两类技术的固有缺陷, 以及对更佳的粉末性质表征技术的需求, 是 AZO 评估其他粉末测试仪器的起因。

粉末测试仪器的选择

FT4 多功能粉末性质测试仪 (Powder Rheometer, 亦称粉末流变仪或者粉末流动性测试仪) 被确定为一种可能的解决方案, 它提供如下的一些功能:

- 全自动的剪切测试, 测量时间大大缩短, 无操作人员人为误差
- 提供动力学测试方法, 以及一套用于理解粉末在加工流程中行为的测试参数
- 能够测量物料在充气态下的表现, 这是动力学测试中的一项关键测试技术
- 样品用料少

AZO 选用了四种常用的粉末物料进行对比测试以评估这台仪器, 结果是令人信服的。该数据清楚地显示出测得的粉末性质与已知样品加工表现间的相关性。在测试的实用性方面, 新的仪器提供了两个重要的优点。首先, 它大幅度地提升 AZO 的剪切测试能力, 时间缩短了 4 倍。此外, FT4 所测数据因不再受操作

者影响，数据重现性显著提升，大大减轻人员的分析工作量。

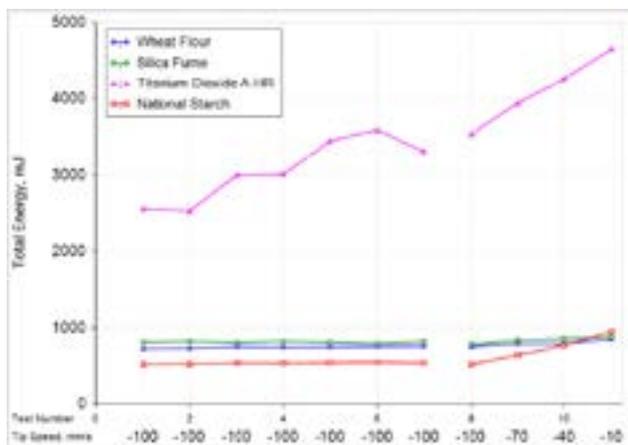


图 1. 粉末动力学测试给出几种重要工业用粉末的基本流动能 (BFE)，以及流动速率对流动能的影响。其中二氧化钛的数据展现出某些批次原料的不稳定性。

除了剪切测试功能之外，利用该仪器更广泛的粉末性质表征能力，AZO 还可以为设计核心设备单元提供新的思路。粉末的动力学性质中的基本流动能 (Basic Flowability Energy)，目前是最为普遍使用的粉末性质参数。测得该参数只需不到 20 分钟。AZO 的工程师们发现，对于新材料的进行初始评估时，该数值是一种可靠、快捷、敏感度高、区分能力强的粉末行为预测指标 (如图 1 所示)。此外，因为敏感度高，能够检测出批次之间的差异，BFE 测试现在已经成为一种内部质量控制技术，为客户提供辅助的支持服务。当客户采用这种方法选择评估新的粉末材料供应商时，就能够确保产品质量和一致性。

因更容易使用，结果更好，剪切测试在研发中心仍然是一个重要测试项目。此外，充气/脱气测试 (aeration/de-aeration) 以及透气性测试 (permeability) 已经成为整个测试工具包的重要组成部分。

贮存、下料和气动传输

旧版剪切测试仪的不易操作性加上数据分析的困难，限制了对 Jenike 设计方法的常规使用。现在，通过全自动的剪切分析方法以及内置的 Jenike 料斗设计方法软件包，AZO 的工作人员能够很容易地自行测试粉末样品，进而更有效率地设计存贮方案。FT4 多功能粉末性质测试仪还提供了壁面摩擦测试 (Wall Friction)。这是定量表征粉末与结构材料之间的相互摩擦强弱的测试技术，特别适用于评估新的结构材料或者新的涂层材料。

对于某些材料，如二氧化钛一类的粘结材料，Jenike 方法会失效，计算出的料斗出口尺寸甚至会超过筒仓的直径。Jenike 方法的目的是算出合适的料斗几何尺寸以避免鼠孔和机械拱架，当粉末极度粘结时，这种计算模型不再适用。对于这类粉末材料，必须加入机械辅助手段来保证有效下料，如震动和喷气装置。所以，对这些粉末材料进行有效表征需要采用新的手段。

另外一个影响因素是时间固结。粉末的流动性在固结应力下会发生变化，哪怕是受其自重的影响。应用新型的粉末流动性测试仪，就能够直接研究这些行为，并指导实际加工操作。比如，确定清空料仓的频率，或者评估是否需要物料再循环。即将料仓内的物料定期地放空，然后再重新填入料仓以防止粉末过度固结。

从存储容器内下料时，某些粉末，特别是那些颗粒尺寸在 20 到 100 微米的颗粒，会变得不好控制，因为它们会跟空气发生强烈交互作用而流态化，或者从料斗流出时产生溢流。对于那些不是特别容易产生溢流的粉末，使用投料螺杆是控制下料的一个方法。对于更难缠的材料，则可能需要使用供料阀。针对不同物料选择合适的设备系统非常关键。

AZO 的工程师们正在研究能否利用 FT4 仪器可直接测试粉末与空气的交互作用这一功能，来快速确定下料的解决方案。他们在研究粉末充气性质与粉体下料特征之间的关联性方面已经获得了不错的结果。由于充气性质之外的其他粉末性质也同时具有相关性，筛选 FT4 表征的其他粉末性质的工作还在进展之中。目前，粉末的不同性质已经被成功应用于配料设备的开发以提高配料产量和配料精度。

在气流输送过程中 (pneumatic conveying) 粉末则是处于一种流态化的状态，这种输送过程可以从通过粉末动力学测试直接进行研究。通过适当的测试，就能够确定粉末是否可以流态化，以及需要多高的气流速度实现粉末流态化。这种测试方法可应用于优化流态化加工设备的参数。

在气流输送系统的尺寸设计中，有两个参数特别重要，输送能力和压降。测试结果表明几种粉末动力学性质和粉末的透气性对计算这两个参数可能非常重要。AZO 的工作人员正在研究和建立粉末性质和其气流输送表现之间的对应关系。

前瞻

AZO 有个涵盖不同粉末以及适合它们的加工设备的数据库。这是一个持续扩充中的参考资源，之前，虽然通过使用有限的粉末测试手段，结合这个数据库能

够成功实现加工流程方案的设计。可是，其中所欠缺的是一种更有效的方法来确定和解释为什么某些粉末和某些设备能够比较匹配。

FT4 粉末综合性质测试仪开创了新的粉末表征方法，能更有效地规范加工设备。AZO 非常关注如何仅使用少量样品进行快速测试，就能够精准找到加工方案，所以大量的 BFE 数据正在迅速地补入这个数据库。当然，其他的粉末动力学性质也能够提供新的研究思路，特别是充气流动能。

粉体材料加工的本质决定了它需要专业解读以及工业规模下的试验。通过充分发掘粉末综合性质测试

仪的能力，AZO 大大增强了对粉体加工流程的理解，在数学模型基础上开始采用更为科学的设计方法。相信通过这种努力，会最终获得远超已经拥有的更为丰厚的回报。

注：文章原发表于 2012 年 4 月

Processing Magazine

(www.ProcessingMagazine.com)