

测量与加工过程相关的粉末性质

Reg Freeman, James Cooke, Freeman Technology Ltd

同液体和气体类相比，粉末的加工更难以设计，操作更容易出问题。因堵塞和产品返工造成的低单元吞吐量、产品质量不一致都是粉末加工工业最常见的问题。解决这些问题通常过于依赖关键人员在产品开发和加工操作中的经验。

在此我们简要讨论为什么粉末会出现这样的难题，以及粉末表征的不同方式，重点放在数据的实际使用上。借鉴粉末加工中出现的典型例子，突出使用哪些不同类型的数据来更好地理解、设计和控制粉末的加工过程。

粉末：是单相或是二相？

不同于固体、液体和气体，粉末材料的性质有些难以捉摸。只用压力、温度和成分三种变量就结可以确定一种液体的许多性质。一旦控制了这些变量，许多重要的加工参数，如密度、年度和蒸汽压等就固定了。气体跟这类似。而粉末则不同。不太可能出现成分一样粉末，在同样的温度和压力条件下其表现就完全一样的情况。粉末可以像固体一样发生弹性和塑性变形，像液体那样流动，或者像气体一样压缩。

粉末的行为受到一组变量的影响。其中一些是粉末颗粒的基本或者主要的性质，例如颗粒尺寸分布和形状、孔隙度、表面结构和硬度。另外一些则是粉末材料如何加工和处理。粉末的流动性性质依赖于加工历史。

加工过程中相对不可控制的物理变化包括颗粒聚集、偏析以及破碎。但是，粉末流动中最显著的改变通常是由充气或者脱气引起的。粉末充气后可能会像液体那样流动，而同一个样品脱气后则可能像一块固体。两种极限情况都可能产生问题：不必要的流态化会导致料斗下料时发生溢流，而脱气会容易引起堵塞。对于另外一些粉末，可能无论其中通入多少流速的空气也不会发生流态化，这会产生其它一些加工问题。

许多粉末因夹带空气和逸出空气都很容易，空气含量变化很快。即使加工单元中没有设计专门的充气和脱气，在实际加工中气体含量肯定也会发生变化。例如，粉末在倾入容器时会夹入空气，在存储时空气会逸出。

因此，不能把粉末流动视为简单和单相的系统。粉末是复杂的多相体系，其中一相（粉末颗粒）受到一组变量的影响，另外气相（空气）的数量却是未知的！这就解释了为什么在哪些粉末基本性质之上所开发的相关性预测总是问题多多。然而，已经开发出来的粉末表征的经验性方法却可以用于对粉末的行为进行量化。

测量粉末

目前已经开发了各种不同的技术量化粉末的性质，用以解释粉末的行为。休止角、压缩指数、流出孔口所用时间以及其它一些单一评估指数的方法虽然有用，但是有限，而且无法代

表复杂的三维流动。使用动力学测试方法的粉末流变仪（**Powder Rheometers**）在过去的 5 年间发展很快，目前已经能够包含剪切测试能力和整体性质测试进而实现一系列不同条件下的测试。因为以互补的方式表征粉末性质，建起起完整的画面，将这些最先进的测试系统称为“多功能粉末测试仪”或者“通用型粉末测试仪”更为准确。要充分利用这些功能，粉末加工人员需要了解如何使用它们生成的数据来解决加工问题。

加工问题

从事粉末加工的人员经常提出的问题有：

- 这种新的材料能否在现有设备上顺利加工？
- 该材料对空气、水和存储条件敏感度如何？
- 为什么某些材料批次加工良好而其它的确很困难？
- 我该怎样改变配方或者设备，来改善加工特性？

在下面的例子中，我们更详细地考虑这些问题，并说明如何以合适的方法表征粉末而回答这些问题。每个案例中的数据都来自 **FT4 Powder Rheometer (Freeman Technology)**。该仪器是一台全自动的粉末测试仪器，具有动力学测试、剪切测试和整体测试功能。



加工问题 1

“我们的一个新配方似乎比前一个更粘结。我们打算掺入流动助剂来改善它。现在的问题是如何找到最佳的助剂比例？”

流动助剂通常是极细的颗粒，如气相法二氧化硅，能够减小颗粒运动时的摩擦阻力。在实际中上述效应会体现在流动性质的变化上。最佳的配方对于各种不同的加工单元操作，如压片等都至关重要。而达到目标性质所需要的助剂含量取决于一系列的参数，包括颗粒尺寸形状和分布、表面结构以及环境影响 - 这很难预测。

非压缩模式下的动力学测试能够测量特别流动能（specific energy）。在这种测试体系下，叶片从粉末样品下端旋转向上运动，切过材料 [1]。图 1 展示了两种材料的特别流动能数值随流动助剂量的变化曲线。两种情况都很容易确定最佳助剂含量。过量的添加量的不良影响也非常清楚。

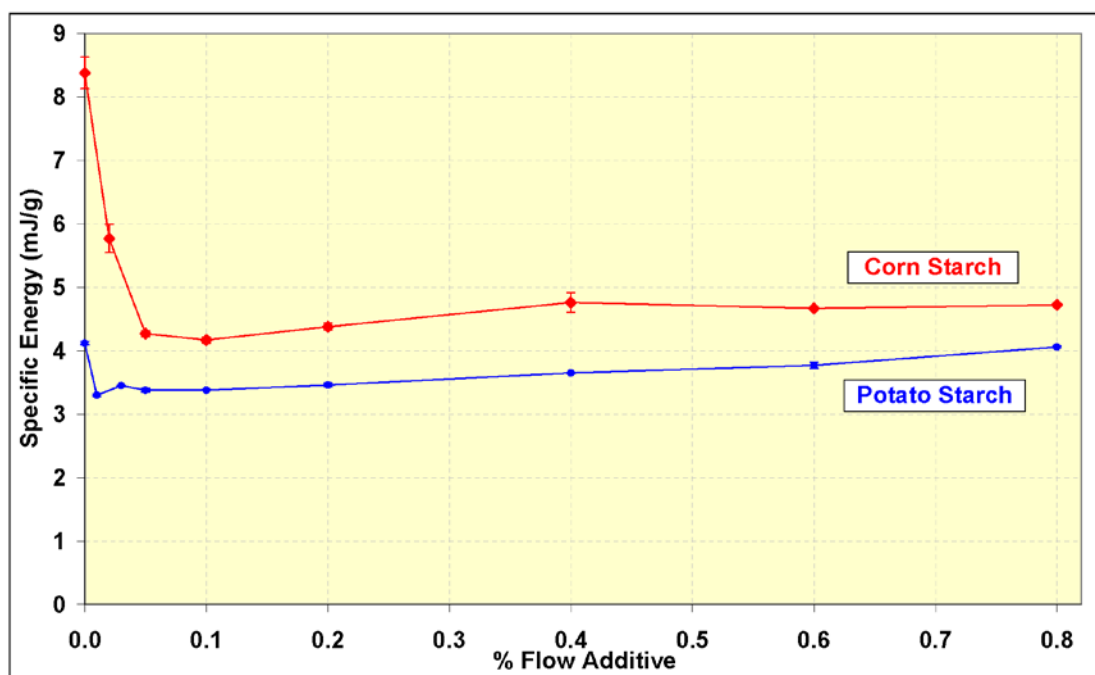


图 1：马铃薯淀粉和玉米淀粉两种材料的特别流动能数值随流动助剂含量的变化曲线

相对于空口流出速率等其它针对于这个应用的离线测试技术，动力学测试时间非常短，数据重复性和灵敏度都极高。这类前期研究能够有效地避免试错法在优化加工中产生的巨大成本和浪费。

加工问题 2

“我们加工各种不同的固定配方粉末。我们正在考虑给粉末充气以改善粉末在生产线上多个不同的阶段上的加工型。我们如何才能预先知道粉末在充气后能否顺利流动，以及它是否会产生问题呢？”

不同粉末充气（Aeration）行为差异非常大（见图 2）。唯有粉末流变仪的动力学测试能系统地研究空气的影响。该类数据能够解决各种加工问题有帮助，因为可以描述出即使非常少

量空气所产生的作用，比如达到需要充气程度所需要的空气量，或者实现粉末完全流态华所需要的气流速度。后者对于优化流化床工艺也是有用的信息。

充入空气后粉末的流动能量总是降低的，但是降低的程度是因粉末而异的。**A** 粉末是一个粘结的粉末，对充气相对较不敏感。即使充气速率达到了很高的程度，其流动能量（维持一种压缩流动模式所需要的能量[1]）也只减少至原来的三分之一。相反，**C** 粉末对于空气非常敏感，非常容易实现流态化。**B** 粉末是球形粉末颗粒，透气性高，展示出对其气流的线性响应。它最终也能发生流态化。

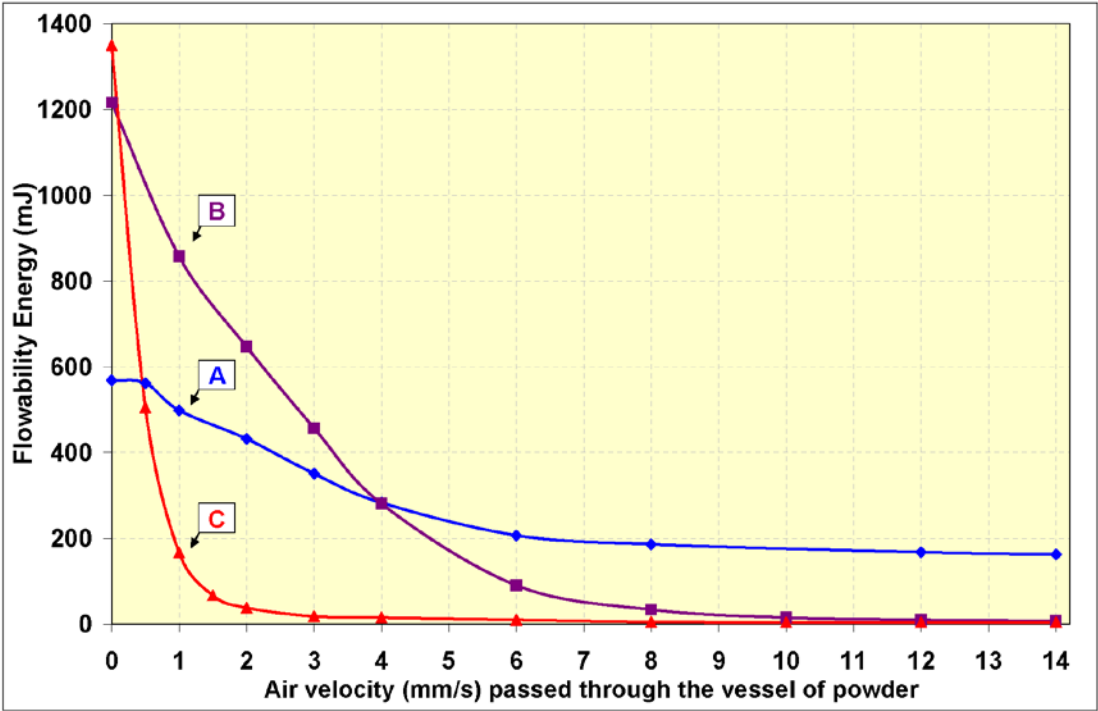


图 2: 三种不同粉末的充气行为

粉末如果容易充气，在加工中可能会因夹入以及释放空气而表现得不稳定。如果夹入空气，粉末可能变得难以控制，比如下料中发生溢流现象。相反，对空气不敏感粘结粉末，却因为很容易被压缩放出空气，对流动的阻碍明显增加。在粉末加工中通常会人为充气，比如防止料斗堵塞、结块或者一般性地提高粉末的加工流动性。

对以上充气特征，以及可能同样重要的脱气特征的表征，实现了对空气含量作用的有实际意义的量化。帮助确定加工中可能出现的危险以及改善加工控制。

加工问题 3

“我们的一个 料斗长期出现架桥问题。我们正在考虑改造已有的料斗，或者换一个新的。考虑到资金投入的问题，我们希望新的设计也能够应用于其它的配方以提高适用性。有什么样的数据能够帮助我们获得最佳的方案呢？”

粉末流出料斗有核心流动和整体流动两种模式。如果料斗的壁面不够陡或者表面不够光滑，物料不能从上面自由流动，就可能形成核心流动。这种情形下，料斗中的粉末从孔口上方形成的狭窄通道流出，不动的粉末留在料斗的外侧。核心流动的特点是粉末“先入后出”，同时易于形成颗粒偏析。相反，对于整体流动模式，所有的粉末同时运动[2]，“先入先出”，不易形成偏析。对于许多粉末而言，整体流动是最理想的操作方式。而核心流动通常跟一些加工问题相关，比如溢流，以及粘结粉末产生的鼠孔和拱架。

剪切测试中不仅能够测量不同正应力条件下的剪切应力（图 3），同时还可以确定无约束屈服强度（unconfined yield strength）、内聚强度（cohesion）和内摩擦角（angles of internal friction）等参数。

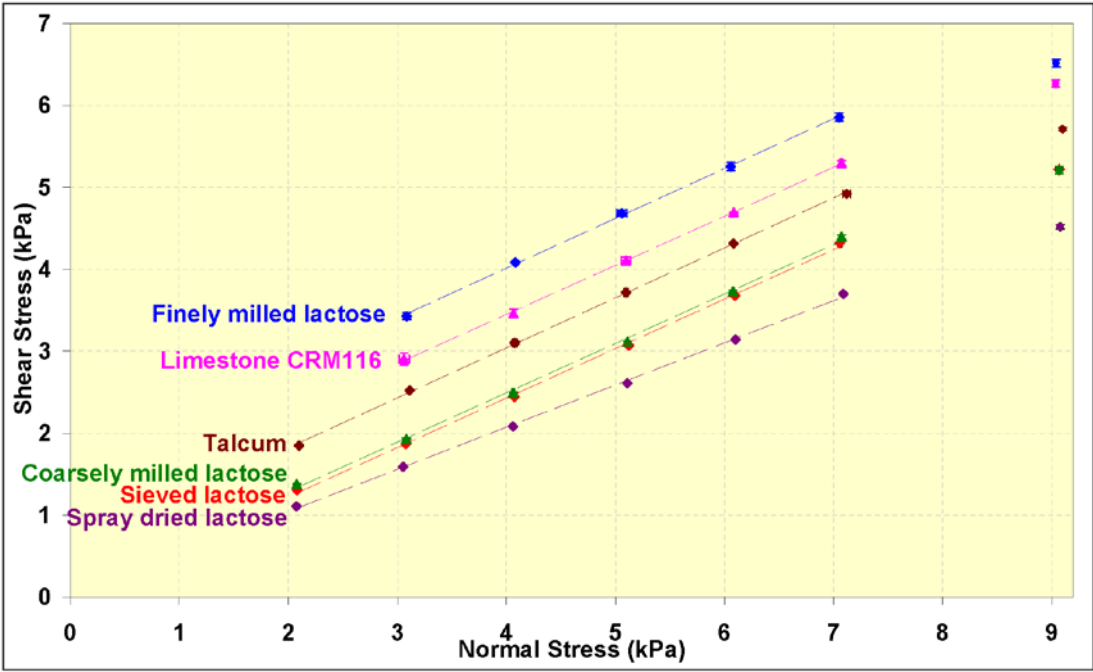


图 3：几种不同材料的剪切强度随正应力的变化曲线

这些参数可以用来确定一个料斗设计是否能够满足整体流动还是核心流动，以及保证料斗流动所需的料斗几个尺寸。使用这种手段，对指定的粉末就可以优化料斗设计，新材料的相关性质也可以得到评估。

对于确定能够流出给定料斗的粉末类型和范围，一个比较好的方法是分别测量那些已知料斗流动好的和不太好的粉末样品（甚至那些证明根本无法流动的），这样，任何新的粉末都可以测量并与这些数据对比评估。这就免除了可能代价昂贵的试错法。

如果现有的设计导致核心流动的产生以及可靠性差，那么对现有的料斗进行改造能够避免设计一个完全新的料斗所产生的花费。比如安装光滑的里衬，加入通气系统，或者使用插件（倒锥，子弹状等）。跟处理其它粉末加工问题一样，关键在于粉末的性质要与设备的设计匹配。

加工问题 4

“我们收到的粉末 经常会发生结块。将这些硬块破碎代价昂贵，而且即便破碎后，放置一段时间，还会重新结块。有什么样的解决办法呢？ 我们该如何优化存储的条件和时间呢？”

粉末结块的倾向取决于它的超分子结构，以及存储环境。相对湿度和温度都是关键因素。发生结块的机制很多，有颗粒变形引起范德华力的增加，水溶性物质的溶解和再结晶，晶体材料的熔化和凝固，以及非晶材料的烧结[3]。氯化钠是一种常见的非常容易结块的粉末。在不是完全干燥的环境中，氯化钠晶体在表面发生部分溶解，形成饱和盐溶液，之后再次结晶。这个过程是无法避免的，但是可以通过优化存储和运输条件而减弱结块的产生。

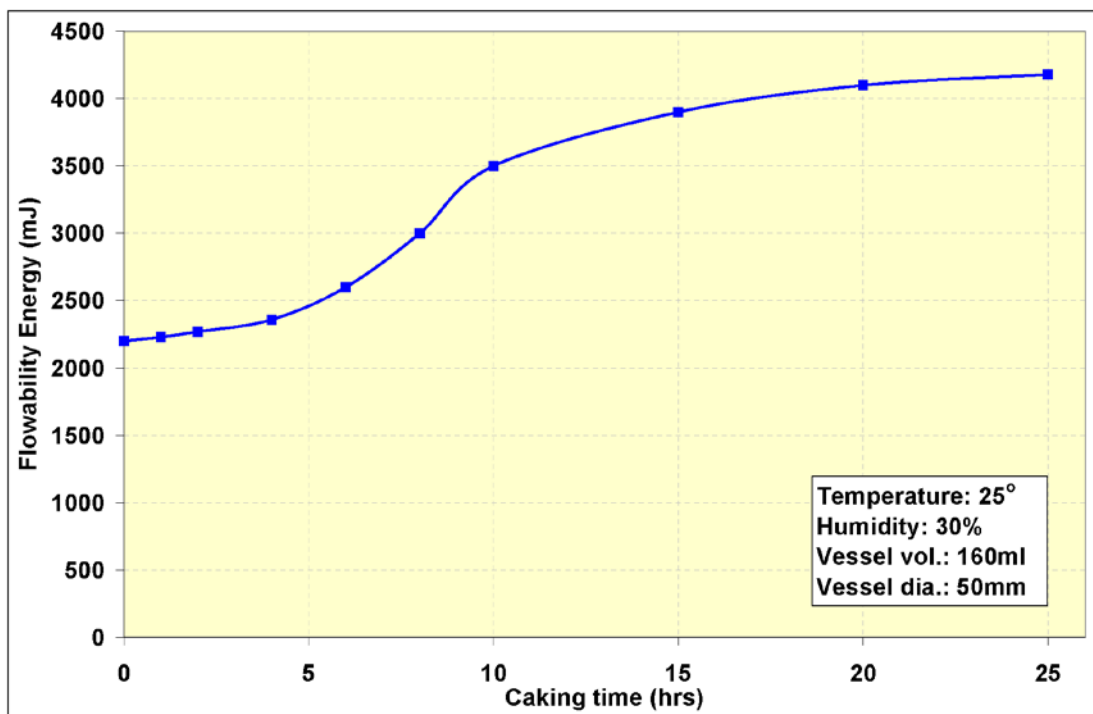


图 4：在给定环境条件下的粉末流动能随存储时间的变化曲线

上面图 4 的数据表明在指定的环境条件下粉末流动能量随存储时间的变化。很容易看出，在 6 个小时后结块的程度相对急剧增加。这类分析为优化存储和运输条件提供了有用的数据。在不同环境条件下进行测试有助于探寻湿度和温度的影响。另外，向存储容器内通入干燥空气以防止结块的效果也能够得到评估。因为需要破碎团块，发生结块通常意味着显著的开支增加。优化粉末的存储从经济上看是很吸引人的。

加工问题 5

“我们这里批次的差异导致巨大的加工问题。某些批次加工起来非常顺利，一些需要非常严密的控制，而另外一些则根本无法加工” 我们怎样才能加工开始之前就能够确定某个批次的加工表现如何呢？”

FT4 这样的仪器可以测量一系列的流动性指和整体性质。通过初步的分析，就会发现一两个参数与已知的加工问题关联性特别突出。在上述的例子中（图 5），发现特别流动能是一个非常重要的参数。测试具有已知不同加工表现的物料，发现特别流动能小于 8.2 mJ/g 的批次容易流动加工性很好，特别流动能在 10.2 以上的无法流动以及进行加工，特别流动能数值介于两者之间的在某些特定的环境条件下，或者是通过适当调整参数后是可以加工的。

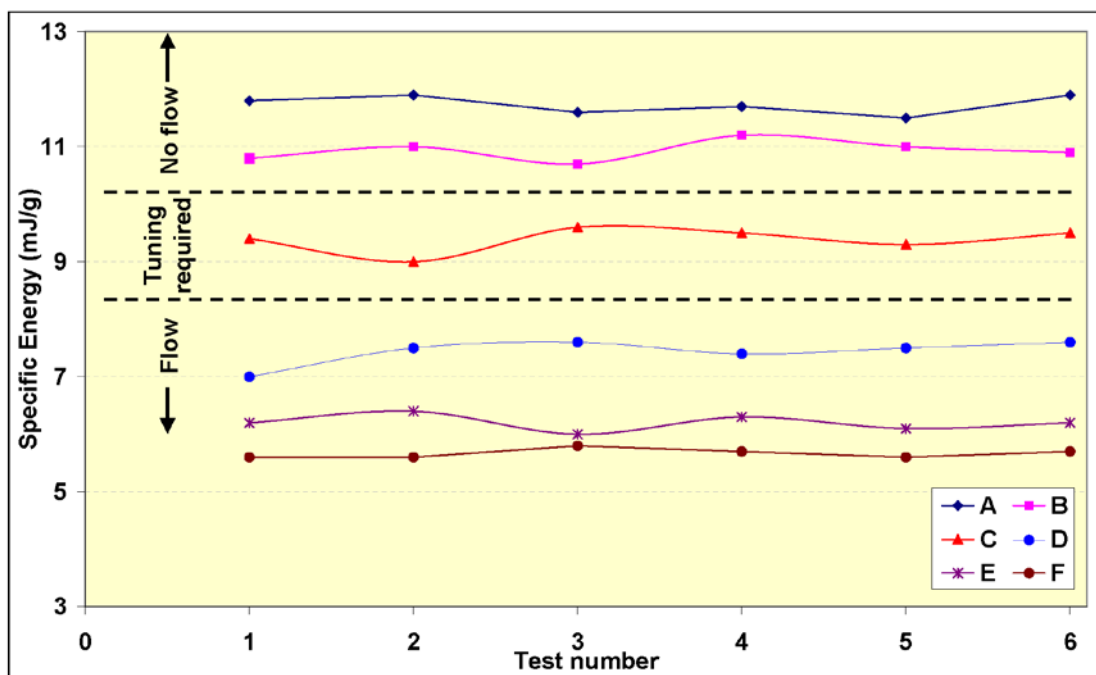


图 5：6 个不同批次粉末的特别流动能数值（每次测试重复进行六次），给出了粉末的验收标准

在这个实例中，如果一个新的物料批次特别流动能的数值落到了“无法流动”的区间，那么就不要送到生产线。但是，如果特别流动能是中间的数值，那么就需要调整加工参数到上一个具有同样特别流动能数值批次的参数。该分析清楚地突出建立一个材料性质数据库，以及建立起性质表征与加工表现关联的优势。在这个例子中，高度区分性的动力学测量极有价值。

结论

粉末需要一系列互补的方法进行测试。为了有效地解决问题，粉末加工人员需要理解各种不同的测试技术的优点和局限，进而选用最适合给定实际应用的方法。虽然对粉末的最根本理解尚不完全清楚，但是当今的“通用型”粉末测试仪器已经能够数据帮助加工人员更好理解其加工过程和产品。使用这些知识，并将粉末性质与加工设备合理搭配，是优化生产的关键。

参考文献

1. 'Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders – a comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell'. R E Freeman, Particle Systems Analysis Conference, Stratford, 2005
2. 'Go with the flow' D.S.Dick. TCE, February 2006, pp 40-41
3. Influence of Supra-Molecular Structure and Storage Conditions on the Caking of Powders. Stefan Palzer, Dehydrated culinary department, Nestlé Product Technology Centre Lebensmittelforschung GmbH, Lange Strasse 21, 78224 Singen, Germany]