

激光粒度仪湿法测定不同形貌超细镍粉平均粒度的研究

汪松英¹, 曾世堂², 李金朋²

(1. 广州汉源新材料股份有限公司, 广东广州 510663; 2. 广州汉源微电子封装材料有限公司, 广东广州 510663)

摘要: 超细镍粉诸多物化性质随粉末形貌、粒径等参量的变化发生显著改变, 因此针对超细镍粉的粒度的准确测定至关重要。确定激光粒度仪测定超细镍粉平均粒度的最佳测试条件, 选用湿法测定方法, 以多孔状、片状和球状超细镍粉为研究对象, 研究了分散剂种类、超声时间、分散剂质量分数、遮光度及采样轮数等参数对超细镍粉平均粒径测定结果的影响。结果表明, 在实验选用的6种分散剂 FMES、L64、CAB、PECPM、CTAC 和 G-18 中, 添加 FMES 分散剂测得的超细镍粉 D_{50} 值最小, 而添加 G-18 分散剂测得的超细镍粉 D_{50} 值最大, 表明 FMES 分散剂改善了3种形貌的超细镍粉在水中的团聚, 使粒度测量的准确性更高。当超声时间为 8 min 时, 孔状超细镍粉测得的 $D_{50}=4.403 \mu\text{m}$, 片状超细镍粉测得的 $D_{50}=1.345 \mu\text{m}$, 球状超细镍粉测得的 $D_{50}=1.289 \mu\text{m}$ 。随着超声时间持续延长, 3种形貌的超细镍粉测得的 D_{50} 值逐渐趋于平稳, 其中片状和球状形貌超细镍粉测得的 D_{50} 值与电镜测试结果较为相符, 而孔状超细镍粉 D_{50} 值与电镜测试结果差别明显, 表明激光粒度仪湿法测定不适用于孔状形貌的镍粉。采样轮数与粒度测试值具有强线性相关性, 超声时间为 8 min 时, 相邻两轮的测试结果更相近, 从而确定了适宜的超声时间为 8 min。综上所述, 确定了片状和球状超细镍粉平均粒度的最佳测试条件为: 超声时间 8 min、分散剂 FMES 质量分数 1.5%、遮光度 10%—20%。在最佳测试条件下重复测试 6 次, 片状和球状超细镍粉的平均粒度数据具有较高的准确性和重现性。

关键词: 激光粒度仪; 超细镍粉; 平均粒度; 分散剂; 超声时间; 采样轮数; 遮光度; 准确性; 重现性

中图分类号: O614

文献标志码: A

文章编号: 1673-9981(2024)02-0344-06

引文格式: 汪松英, 曾世堂, 李金朋. 激光粒度仪湿法测定不同形貌超细镍粉平均粒度的研究[J]. 材料研究与应用, 2024, 18(2): 344-349.

WANG Songying, ZENG Shitang, LI Jinpeng. Study on Particle Size Determination of Ultrafine Nickel Powder with Different Morphologies by Laser Particle Size Analyzer[J]. Materials Research and Application, 2024, 18(2): 344-349.

0 引言

超细镍粉通常是指微米级的镍单质^[1], 其具有粒度小、比表面积大、表面活性高、导电性好以及导磁性优良等特点, 在众多领域中具有广泛地应用前景^[2-5]。然而, 不同粒度的超细镍粉的性能与应用范围相差较大, 因此超细镍粉的粒度准确测定具有重要的意义^[6]。目前, 超细粉体粒度测量方法有筛分法、显微镜法、沉降法、电场感应区法、光学技术测试法等^[7-11], 这些测试方法各有特点和适用范围, 其中激光衍射散射法是实验室最常用、成本最低、最方便的超细粉体粒度测量方法^[12]。使用激光粒度测量仪对不同超细粉体的粒度测量时所需的条件各不相同^[13-18], 同时要求待测样品尽可能分散开。由于分散剂可使介质表面张力显著降低^[19], 因此可起到较好的分散作用。尽管, 激光粒度仪在测量超细粉体粒度方面得到广泛应用, 但对于不同形貌粉体粒度测量的相关报道甚少。

本文采用激光粒度仪测定3种形貌超细镍粉的粒度, 以样品的平均粒度 D_{50} 为考察对象, 通过研究分散剂种类、超声时间、分散剂质量分数和遮光度来确定测试的最佳条件, 通过采样轮数及重复性实验, 确定了该方法能够较为准确地反映超细镍粉的粒度。

1 实验部分

1.1 实验原料

实验所用材料为超细镍粉, 其形状分别为多孔状、片状、球状, 由广州宏武材料科技有限公司生产。

1.2 试剂与仪器

实验所用试剂: 脂肪酸甲酯乙氧基化物磺酸钠 (FMES)、聚乙二醇丙二醇嵌段聚醚 (L64)、椰油酰胺丙基甜菜碱 (CAB)、聚环氧乙烷聚环氧丙烷单丁醚 (PECPM)、十六烷基三甲基氯化铵 (CTAC)、甘

收稿日期: 2023-09-22

作者简介: 汪松英, 硕士, 工程师, 研究方向为电子组装/封装和功率半导体封装焊接材料开发与检测。

E-mail: 1247629270@qq.com。

油聚氧乙烯醚(G-18),均购于广州泽明科技发展有限公司。

实验所用仪器:LS-609型激光粒度分析仪,珠海欧美克仪器有限公司生产;JY96-IIN超声细胞粉碎机,由宁波新艺超声设备有限公司生产;Gemini300型扫描电子显微镜,由德国蔡司公司生产。

1.3 实验方法

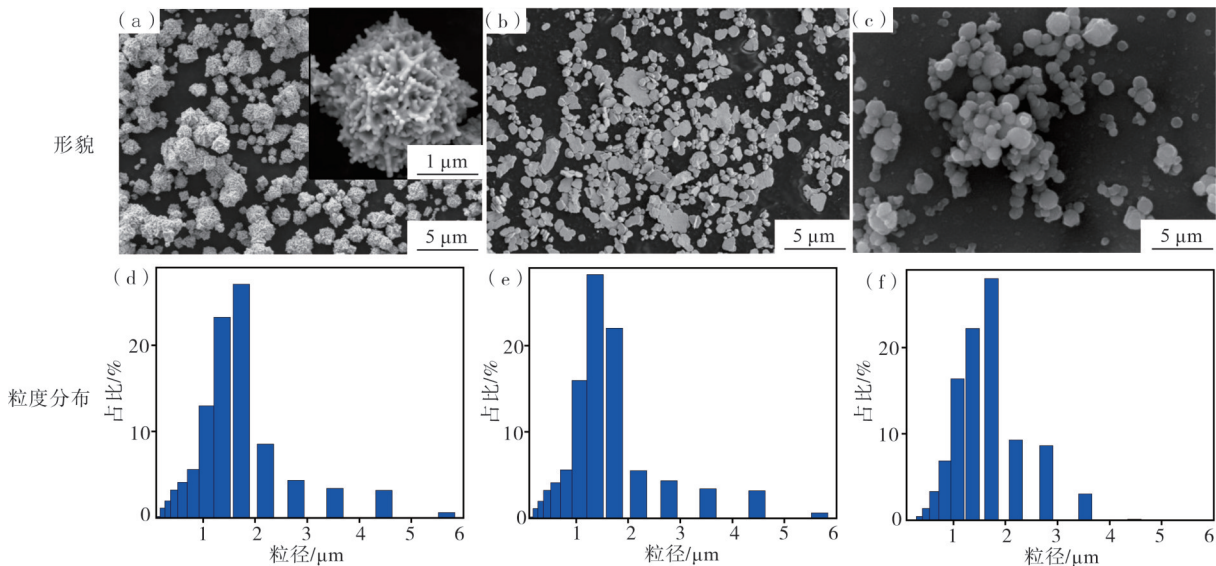
将不同质量分数的分散剂分别置于200 mL烧杯中,再往烧杯中加入100 mL蒸馏水,用玻璃棒充分搅拌让分散剂溶解,然后往烧杯中加入2.0 g的待测定3种形貌超细镍粉,再用玻璃棒充分搅拌混合均匀后,在细胞粉碎机中进行超声分散,超声分散的参数为功率75%、超声5 s、间隙1 s,超声总耗时根据实验条件选择时间。超声结束后,需在30 s内用一次性塑料滴管将待测样品加入到预热好的激光粒度仪的样品池内,通过泵的充分循环,待信噪比在一定范围内稳定后开始测量。

首先打开LS-609型激光粒度分析仪电源开关,往进样器中注入蒸馏水,打开循环泵,让设备预热30 min,然后双击操作系统桌面的测试软件快捷方式,启动测试软件。单击测量按钮,在“新建SOP”窗口输入所需的参数,即进样器SCF-105B、样品材质镍粉折射率2.2、分散介质水折射率1.333,结果计算选择通用模式、遮光比范围设置10%—20%、标识样品名称镍粉、样品编号0001、单次采样时间10 s、进样器设置泵速2 000 r·min⁻¹、采样循环每轮3次、从测量创建平均结果记录。

2 结果与讨论

2.1 微观形貌

利用扫描电子显微镜观察超细镍粉颗粒的大小、及表面形貌,结果如图1所示。从图1可见,超细镍粉的形貌分别为多孔状、片状、球状,其颗粒为细微颗粒,同时伴有少量较大的颗粒或团聚的颗粒,粒度分布主要集中在1—2 μm之间。



(a,d)—孔状形貌与粒度分布;(b,e)—片状形貌与粒度分布;(c,f)—球状形貌与粒度分布。

(a,d)—pore morphology and particle size distribution; (b,e)—flake morphology and particle size distribution; (c,f)—spherical morphology and particle size distribution.

图1 不同形貌超细镍粉的SEM照片和粒度分布统计直方图

Figure 1 SEM photos and grain size distribution histogram of ultrafine nickel powders with different morphologies

2.2 分散剂的选择

称取2.0 g的3种形貌超细镍粉,以蒸馏水为分散介质,分别与质量分数为1.5%的不同分散剂充分混合至100 mL,再加入2 mL的悬浮液,研究不同分散剂对3种形貌超细镍粉的平均粒度 D_{50} 的影响,结果如图2所示。从图2可见,不同分散剂(FMES、L64、CAB、PECPM、CTAC、G-18)对超细镍粉的分散效果不同,分散剂FMES混合后的超细镍粉悬浮

液中颗粒平均粒度 D_{50} 值最小,而在分散剂G-18混合后的超细镍粉悬浮液中测得颗粒平均粒度 D_{50} 值最大,说明分散剂FMES可以明显地改善3种形貌超细镍粉在水中的团聚效果。表明,超细镍粉颗粒在分散剂FMES作用下,于水中的悬浮分散性很好,团聚现象得到了很大地改善,从而使粒度测定的准确性更高。因此,适宜的分散剂为FMES。

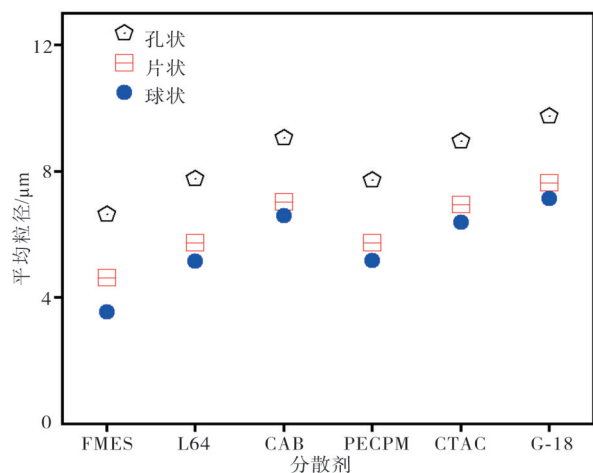


图2 不同分散剂在无超声测试平均粒度

Figure 2 The average particle size of different dispersants is tested without ultrasound

2.3 超声分散时间

称取3种形貌超细镍粉质量为2.0 g,以蒸馏水为分散介质,与质量分数为1.5%的分散剂FMES充分混合至100 mL,加入2 mL的悬浮液,在超声时间分别为0、1、3、5、8、10和12 min下测试3种形貌超细镍粉的平均粒度 D_{50} ,测试结果如图3所示。

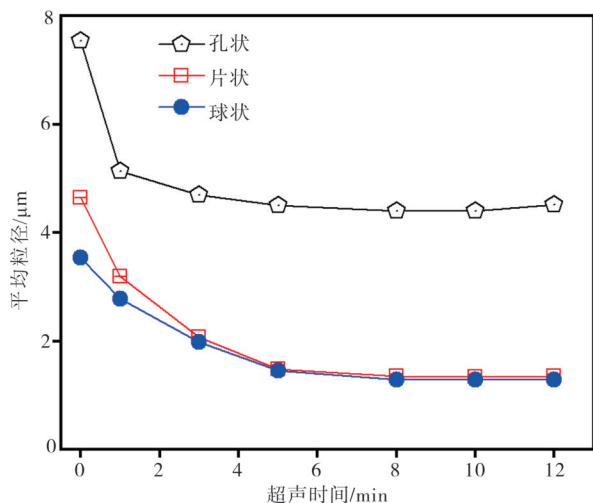


图3 不同超声时间下颗粒平均粒度

Figure 3 The average particle size was measured at different ultrasonic times

从图3可见:当超细镍粉悬浮液未经超声处理时,孔状超细镍粉测得 $D_{50}=7.533\ \mu\text{m}$ 、片状超细镍粉测得 $D_{50}=4.637\ \mu\text{m}$ 、球状超细镍粉测得 $D_{50}=3.537\ \mu\text{m}$;随着超声时间延长,3种形貌超细镍粉测得的 D_{50} 值均变小,当超声时间为8 min时测得孔状超细镍粉测得 $D_{50}=4.403\ \mu\text{m}$ 、片状超细镍粉测得 $D_{50}=1.345\ \mu\text{m}$ 、球状超细镍粉测得 $D_{50}=1.289\ \mu\text{m}$,表明超声可以改善超细镍粉在水中的团聚;当继续延长超声时间时,3种形貌超细镍粉测得的 D_{50} 值逐

渐趋于平稳,此时只有片状、球状形貌的超细镍粉测得 D_{50} 值与电镜结果比较符合,而孔状超细镍粉与电镜结果差别较大,表明该测试方法不适用于孔状形貌的超细镍粉。虽然,超声有助于样品分散,但过度的超声可能会破碎样品^[20],而且检测粒径并没有太大的变化,因此选择适宜的超声分散时间为8 min。

2.4 分散剂质量分数

称取片状和球状超细镍粉质量为2.0 g,以蒸馏水为分散介质,分别与质量分数为0.1%、0.5%、1.0%、1.5%和2.0%的分散剂FMES充分混合至100 mL,加入2 mL的悬浮液,在超声时间8 min的条件下,研究不同质量分数分散剂FMES对片状和球状超细镍粉平均粒度的影响,结果如图4所示。从图4可见,当分散剂FMES质量分数为1.5%和2.0%时,测得片状和球状超细镍粉的 D_{50} 值与SEM结果相符。考虑到分散剂含量越多,超声分散时气泡越多,为了减少气泡对测试干扰,因此选择分散剂FMES适宜质量分数为1.5%。

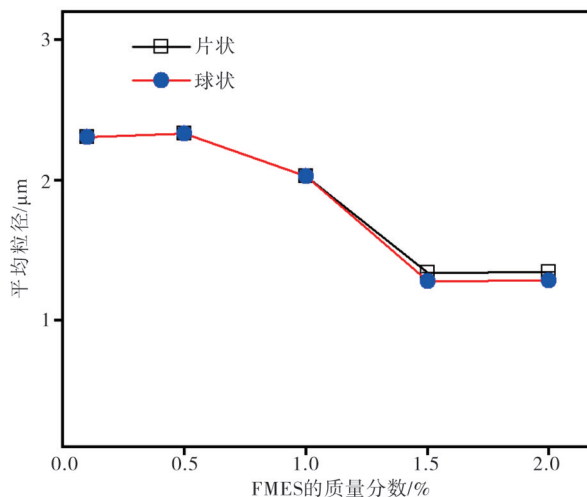


图4 不同质量分数分散剂FMES下颗粒的平均粒度

Figure 4 The average particle size under different mass fraction dispersant FMES

2.5 遮光度

称取片状和球状超细镍粉质量为2.0 g,以蒸馏水为分散介质,与质量分数为1.5%的分散剂FMES充分混合至100 mL,加入2 mL的悬浮液,在超声时间8 min的条件下,通过加入不等体积的悬浮液至样品池中来调控遮光度大小,测试不同遮光度下片状和球状形貌超细镍粉的平均粒度,结果如图5所示。从图5可见:当遮光度小于10%时,对片状和球状超细镍粉颗粒平均粒度 D_{50} 值影响偏高;在遮光度为10%—20%时,对片状和球状超细镍粉颗粒平均粒度 D_{50} 值影响可以忽略。因此,选择适宜的遮光度为10%—20%。

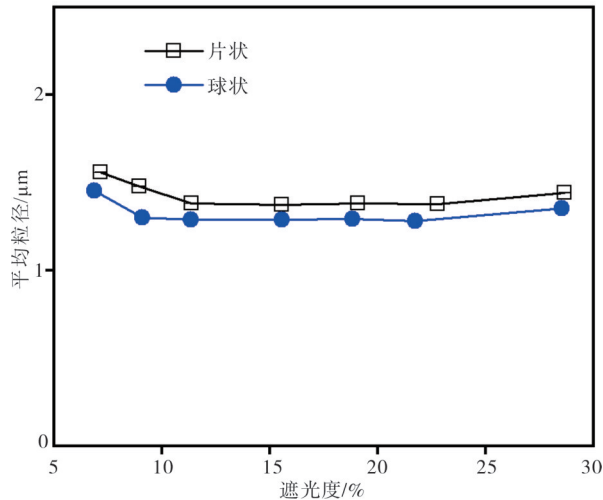
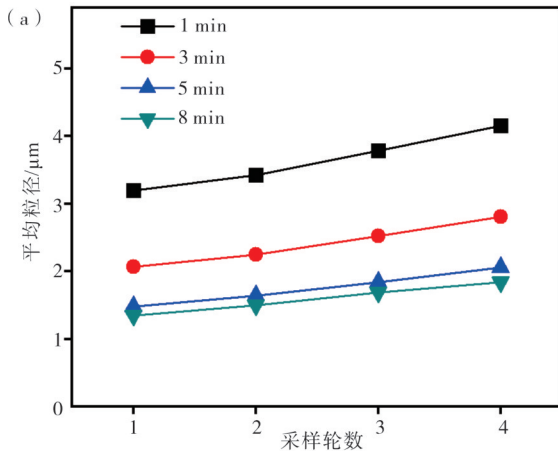


图5 不同遮光度下颗粒平均粒度

Figure 5 Average particle size of different shading



(a)一片状超细镍粉;(b)一球状超细镍粉。

(a)—flake ultrafine nickel powder; (b)—spherical ultrafine nickel powder.

2.6 采样轮数对平均粒度测试的影响

称取片状和球状超细镍粉质量为2.0 g,以蒸馏水为分散介质,与质量分数为1.5%的分散剂FMES充分混合至100 mL,加入2 mL的悬浮液,选择超声时间分别为1、3、5和8 min,依次滴加片状和球状超细镍粉悬浮液进入样品池中,待遮光度稳定在10%—20%之间开始第一轮测试,第二轮在第一轮采集数据结束后等待10 s开始采集数据,依次类推,总共测试4轮,每轮测量3次。以每轮测试的 D_{50} 平均值为纵坐标、采样轮数为横坐标作图,结果如图6所示。从图6可见,对于片状和球状超细镍粉悬浮液来说,4轮测试结果 D_{50} 值与采样轮数具有强的线性相关性,超声时间越长直线越平滑,相邻的两轮测试结果越相近。

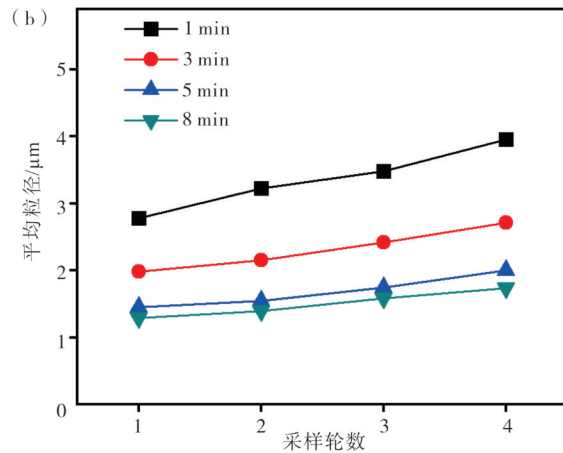


图6 不同超声时间的采样轮数测试平均粒度

Figure 6 Average particle size of sampling rounds at different ultrasonic times

2.7 最佳测试条件的重复性分析

为了验证最佳测试条件下测量数据的重复性和准确性,进行了重复实验。在分散剂FMES质量分

数1.5%、超声时间8 min、遮光度10%—20%的最佳检测条件下,进行超细镍粉悬浮液的颗粒粒度测试,实验分别重复6次,结果列于表1。

表1 同一批次超细镍粉的粒度重复性实验结果

Table 1 Test results of particle size repeatability of the same batch of ultrafine nickel powder

检测次数	片状超细镍粉			球状超细镍粉		
	$D_{10}/\mu\text{m}$	$D_{50}/\mu\text{m}$	$D_{90}/\mu\text{m}$	$D_{10}/\mu\text{m}$	$D_{50}/\mu\text{m}$	$D_{90}/\mu\text{m}$
1	0.784	1.342	2.283	0.497	1.283	2.173
2	0.780	1.349	2.214	0.512	1.289	2.184
3	0.774	1.355	2.258	0.507	1.285	2.158
4	0.781	1.337	2.239	0.494	1.277	2.189
5	0.783	1.349	2.262	0.511	1.281	2.162
6	0.781	1.338	2.242	0.508	1.274	2.192
平均值	0.781	1.345	2.250	0.505	1.282	2.176
相对标准偏差%	0.351	0.713	2.357	0.752	0.543	1.426

由表1可以看出,6次测量的结果重复性较好,相对标准偏差在标准范围内,实验数据准确可靠,表明激光粒度仪湿法测试方法适用于片状和球状超细镍粉颗粒粒度的测定。

3 结论

激光粒度仪测试超细镍粉的颗粒粒度,具有操作简单、灵敏度较高、分析速度快及较好的测量重复性、结果准确的特性,可满足片状和球状超细镍粉平均粒度的测定要求。利用SEM表征孔状、片状、球状超细镍粉的形貌,经过FMES、L64、CAB、PECPM、CTAC和G-18分散剂对3种形貌超细镍粉分散效果比较,选择FMES作为分散剂并展开后续研究。3种形貌超细镍粉在阴离子分散剂FMES作用下,于蒸馏水中进行超声分散,在不同超声时间下,片状和球状超细镍粉可用激光粒度仪测试颗粒粒度,而孔状超细镍粉无法用该法测试。通过对分散剂FMES不同质量分数、超声时间、遮光度、采样轮数测试结果分析,确认了片状和球状超细镍粉粒度测定的最佳条件,即分散介质为蒸馏水、折射率为2.2、分散剂FMES质量分数1.5%、超声时间8 min、遮光度在10%—20%之间、采集时间为10 s、泵速为2 000 r·min⁻¹。按照最佳测试条件重复6次实验,测试结果具有较高重复性和可靠性。

参考文献:

- [1] 李黎瑛,张振忠,赵芳霞,等.不同分散剂对超细镍粉分散性能的影响[J].电子元件与材料,2012,31(6):52-55.
- [2] 司徒佳,苏晓磊.超细球形镍粉的制备[J].粉末冶金技术,2021,39(2):177-183.
- [3] 谢焕文,唐明强,刘辛,等.镍粉的高压水雾化制备及其在碳化钨增强PDC钻头中的应用[J].材料应用与研究,2016,10(2):122-126.
- [4] 夏志美,刘琨.多层陶瓷电容器用球形纳米镍粉的研究

- 究进展[J].湖南有色金属,2014,30(5):48-53.
- [5] 钟景明,郭顺,张学清,等.超细球形镍粉的制备及其表征[J].中国材料进展,2016,35(10):791-794.
- [6] 李启厚,张程,王红军,等.超细镍粉的制备、应用现状及发展趋势[J].湿法冶金,2009,28(4):193-196.
- [7] 刘亚青,刘玉敏,胡永琪.激光粒度仪测定近纳米氢氧化铝粒径的研究[J].现代化工,2015,35(3):175-177.
- [8] 王刚.用于近纳米颗粒粒度测量的模拟探测动态光散射技术研究[D].长春:吉林大学,2006.
- [9] 尤帆,耿向.筛分法和激光粒度法联合测定陆源碎屑岩粒度[J].计量学报,2021,42(3):380-387.
- [10] 刘辉,史学峰,李丽珍.筛分法和显微镜法对矿化垃圾粒径分布的比较[J].环境工程学报,2014,8(9):4007-4011.
- [11] 刘森,杨强,卢浩,等.重力沉降法测定水-柴油乳液液粒径分布[J].中国测试,2016,42(6):50-53.
- [12] 薛源,程亮,侯翠红,等.激光粒度仪测定纳米腐殖酸粒度的实验研究[J].现代化工,2016,36(2):179-182.
- [13] 刘雨佳.激光粒度测量仪的应用及展望[J].航空精密制造技术,2009,45(5):43-45.
- [14] 葛婷婷.折反式激光粒度仪的研究[D].天津:河北工业大学,2021.
- [15] 钟姜莱,杨晓印.激光粒度仪测定水滑石粒度的研究[J].合成纤维,2020,49(5):33-36.
- [16] 王瑾,刘相珍,周卫龙,等.激光粒度仪在抹茶粒度测定中的应用[J].中国茶叶加工,2018(3):35-41.
- [17] 卢珊珊,陆海峰,郭晓镭,等.激光粒度仪测定煤粉粒度及分布的方法研究[J].中国粉体技术,2010,16(4):5-8.
- [18] 张航,刘冉,巨文军.激光粒度仪测定铝粉粒度[J].化学推进剂与高分子材料,2016,14(2):79-82.
- [19] 张恒通,牛松,林树东.不同分子结构分散剂的研究进展[J].材料应用与研究,2023,17(1):9-23.
- [20] 陈意苹,周围,吴玉超,等.激光粒度仪测定4A沸石粒径分布[J].广东化工,2020,47(17):164-165.

Study on Particle Size Determination of Ultrafine Nickel Powder with Different Morphologies by Laser Particle Size Analyzer

WANG Songying¹, ZENG Shitang², LI Jinpeng²

(1. Solderwell Advanced Materials Co., Ltd., Guangzhou 510663, China; 2. Solderwell Microelectronics Packaging Materials Co., Ltd., Guangzhou 510663, China)

Abstract: A series of physical and chemical properties of ultrafine nickel powder change with the difference of powder morphology and particle size, so it is very important to determine the exact particle size of ultrafine nickel powder. The average particle size of porous, flake and spherical ultrafine nickel powder was measured by wet method of laser particle size analyzer. In order to determine the average particle size of ultrafine nickel powder with different morphology more accurately,

different dispersants were selected for dispersion. The influences of dispersant type, ultrasonic time, mass fraction of dispersant, shading degree and number of sampling rounds on the measurement results were studied. In order to determine the best test conditions for the wet determination of the average particle size of ultrafine nickel powder by laser particle analyzer. The results show that: When the selected dispersants were FMES, L64, CAB, PECPM, CTAC and G-18, the D_{50} value of the ultrafine nickel powder measured by adding FMES dispersant was the smallest, while the D_{50} value of the ultrafine nickel powder measured by adding G-18 dispersant was the largest, indicating that the dispersant FMES improved the agglomeration of the three kinds of ultrafine nickel powders in water. The accuracy of particle size distribution measurement is higher. When the ultrasonic time was 8 minutes, $D_{50}=4.403\ \mu\text{m}$ was measured for porous ultrafine nickel powder, $D_{50}=1.345\ \mu\text{m}$ for flaky ultrafine nickel powder and $D_{50}=1.289\ \mu\text{m}$ for spherical ultrafine nickel powder. The D_{50} values of the ultrafine nickel powder with the three morphologies gradually stabilized with the continuous extension of ultrasonic time. The D_{50} values of the ultrafine nickel powder with flake and spherical morphology are in good agreement with those of the electron microscope, but the results of the ultrafine nickel powder with porous morphology are significantly different from those of the electron microscope, which indicates that the wet method of laser particle size analyzer is not suitable for the determination of the ultrafine nickel powder with porous morphology. The number of sampling rounds has a strong linear correlation with the particle size test value. When the ultrasonic time is 8 minutes, the test results of the adjacent two rounds are more similar, which also verifies that the appropriate ultrasonic time is 8 minutes. The optimal conditions for average particle size test of ultrafine nickel powders with flake and spherical morphology are ultrasonic time of 8 minutes, mass fraction of dispersing agent FMES of 1.5% and shading of 10%—20%. The repeated test results under the best test conditions show that the average particle size of ultrafine nickel powders with flake and spherical morphology measured by laser particle size analyzer has high accuracy and data reproducibility.

Keywords: laser particle size analyzer; wet method; superfine nickel powder; average particle size; dispersant; ultrasonic time; sampling rounds; accuracy; reproducibility

(学术编辑:李艳辉)