

文章编号: 1004-0609(2004)05-0746-06

3 种二组元粉体的混合特征^①

欧阳鸿武, 何世文, 廖奇音, 韦 嘉
(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘 要: 为了探明粉末物性差异对混合过程效果的影响, 将形状不规则的 Ti 粉、近球形的 Al_2O_3 粉和 Al 粉分别与 Fe 粉按相同比例构成 3 种二元粉末体系, 并通过实验测定了这 3 种粉末体系在圆筒型混合器中混合过程均匀度的变化, 并对混合过程进行了理论分析。结果表明: 粉末物性的差别对混合过程产生明显的影响, 在相同填充率和转速下, 经过 50 s 的混合, 流动性较好的 Al_2O_3 粉、Al 粉与 Fe 粉的混合均匀度分别达到 0.048 和 0.025, 扩散系数分别为 0.293 和 0.375; 而流动性较差的 Ti 粉与 Fe 粉却未得到有效的混合, 混合均匀度只达到 0.275, 扩散系数为 0.064。

关键词: 圆筒型混合器; 混合; 颗粒; 粉体

中图分类号: TF 121

文献标识码: A

Mixing characteristics of three kinds of two-component powders in rotating drum blender

OUYANG Hong-wu, HE Shi-wen, LIAO Qi-yin, WEI Jia

(State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: In order to explore the effect of mixing features between different powders, the experimental and theoretic research of mixing of three groups two-component powder, irregular Ti powder, spherical Al_2O_3 powder with rough surface and spherical Al powder with smooth surface to mix with nodular Fe respectively on same mass percentage, were carried out with a rotating drum blender. The results show that the characteristics of powder have great influence on efficiency of mixing and diffusion process, the more similar the physical characteristics of the mixing powder, the better the mixing performance. The Fe- Al_2O_3 and Fe-Al are mixed well in 50 s, but Fe-Ti is not, the standard deviation of Fe- Al_2O_3 , Fe-Al and Fe-Ti are 0.048, 0.025 and 0.275, the diffusion efficient 0.293, 0.375 and 0.064, respectively.

Key words: rotating drum blender; mixing; granular; powder

粉末的物性因其形状、粒径、粒度分布、密度、表面形貌和化学物理性质等参数的不同而发生显著的变化。在基于粉体的生产过程中, 粉体的混合是一个至关重要的工艺环节, 混合的均匀性直接影响产品的性能和质量。

粉体混合的机理主要为剪切、对流和扩散^[1], 但由于受诸多因素的综合影响, 实际混合过程非常复杂, 往往某一因素的变化(如粉末物性的变化),

就可能引起混合机制的改变。目前, 在生产过程中, 人们仍只能依赖实验方法来预测和评价混合过程及其效果^[2]。圆筒型混合器由于其结构简单、操作方便、应用广泛、便于观察和测量, 已成为研究粉体混合运动的重要对象。文献[3]对圆筒型混合器在不同填充率、转速下的混合过程进行了定量研究, 分别建立了混合度随转速、填充率、颗粒粒径的变化模型。文献[4]在大量研究的基础上, 得出

① 基金项目: 国家“八六三”计划资助项目(2001AA332010)

收稿日期: 2003-07-16; 修订日期: 2004-01-08

作者简介: 欧阳鸿武(1964-), 男, 教授, 博士。

通讯作者: 欧阳鸿武, 教授; 电话: 0731-8836264; E-mail: oyhw1816@sina.com

了混合均匀度随混合圈数变化的经验公式。文献[5-8]通过建立圆筒型混合过程中颗粒运动的数学模型,数值模拟了颗粒的混合过程。文献[9-12]证明旋转混合器中存在混沌对流混合过程,混合均匀度呈指数关系下降。由于上述研究都以粒径为 1~5 mm 的球形颗粒作为研究对象,而生产实践中,粉体的粒径通常小于 1 mm,因此,对实际粉体在圆筒型混合器中的混合过程及其特征有待于进一步深入研究。

为了探明粉末物性差异对混合过程和效果的影响,本文作者以圆筒型混合器中的粉末为研究对象,采用粒度为 50~100 μm 的 4 种粉末:不规则形状的 Ti 粉、近球形的 Al 粉、质量较轻的近球形 Al₂O₃ 粉分别与 Fe 粉进行混合实验,测定了这 3 种二元粉末体系(Fe-Ti 体系、Fe-Al 体系和 Fe-Al₂O₃ 体系)的混合均匀度以及扩散系数的变化情况。

1 实验

实验采用透明的圆筒型混合容器,可以清晰地观察粉末的运动状态和混合情况。通过对混合物取样测定某组元成分,用成分标准差表征混合物均匀性的方法定量地测定了 Ti 粉、Al 粉、Al₂O₃ 粉分别与 Fe 粉混合的 3 种二元粉末体系的混合效果。

1.1 实验设备及材料

圆筒型混合器:该圆筒型混合器为绕其中心轴旋转的圆筒,水平放置,能够实现 0~100 r/min 无级调速,实验用圆筒混合器的直径 15 cm,高 8 cm,体积 1 413 cm³。4 种不同物性的粉末分别为:Fe 粉、Ti 粉、Al 粉和 Al₂O₃ 粉。实验用天平的精度为 1 mg。

1.2 粉末物性的测定

实验所用的 4 种粉体的粒度、松装密度、振实密度和形貌等主要物性测量结果列于表 1。粉末的 SEM 像如图 1 所示。

1.3 采样和混合均匀度的评价方法

目前,混合均匀度的采样方法大致有 3 种^[13]:1)装入粉体,启动混合器,在预定时刻停止混合器进行采样(采样粉末不放回混合器),然后重新启动混合器,到下一预定时间停机采样,如此循环进行^[14];2)装入粉体,启动混合器,到预定时间(*t*₁)停机采样。然后重新装入粉体,启动混合器,在下一时间(*t*₂)停机采样^[15];3)装入粉体,混合,在预定时刻停机,进行分层切片采样(数值图象),或不停机,进行在线采样和分析^[16-18]。

表 1 粉末的几项物性数据

Table 1 Physical parameters of powder

Physical parameter	Al powder	Fe powder	Ti powder	Al ₂ O ₃ powder
Flowability/s	83.6	26	—	190.10
Particle size/μm	< 44	74~ 147	74~ 147	74~ 147
Apparent density/(g•cm ⁻³)	1.40	2.95	1.76	0.86
Vibrated density/(g•cm ³)	1.73	3.77	2.38	1.05
Particle shape	Near spherical with Smooth surface	Nodular	Irregular	Spherical with rough surface

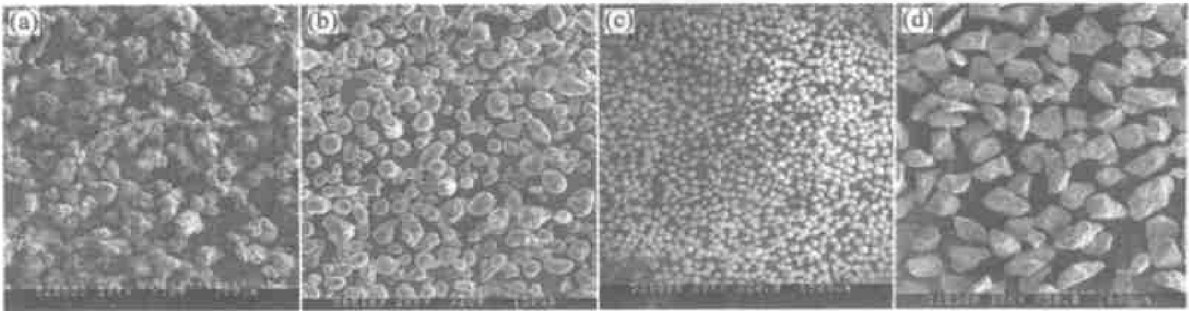


图 1 4 种粉末的 SEM 像

Fig. 1 SEM images of powders

(a) —Fe powder; (b) —Al powder; (c) —Al₂O₃ powder; (d) —Ti powder

第3种方法测量精度高,能较真实地反映混合效果,主要用于大颗粒混合均匀度的测量,难以用于细小粉体混合均匀度的测量。第2种方法与第1种方法相比,可以避免测量过程中混合器一启一停的干扰,但由于消耗粉体多,装入粉体的初始条件不可避免地存在差别,因而也难以达到很高的精度。为此,本实验采样采用第1种方法采样,即装入粉体后,在5 s、10 s、15 s、25 s和50 s时依次停机采样,每次在4个不同位置,用吸管抽取约2g的样品。测量时,用磁铁细心地将铁粉吸出,分别用天平测量吸出铁粉前后样品的重量。

混合均匀度的评价方法多种多样,最常用的评价方法是采样某一组元的成分在混合过程中变化的标准偏差 S 来表示,即 $S = \sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - x_0)^2 / (n-1)}$, 此处 x_0 为某一组元(如Fe粉)在配比时的质量分数(或均匀混合后的质量

分数,本实验为Fe粉50%,另一组元也为50%), x_i 为每次抽样的Fe粉的质量分数, n 为抽样次数。 S 越小,表明混合度越高,成分越均匀。

2 结果与讨论

2.1 粉体混合的不同运动状态

旋转容器混料机中,粉体的运动状况与转速和物性相关。在圆筒型混合器中,随转速的提高,颗粒大致存在 slipping, slumping, rolling, cascading, cataracting 和 centrifuging 6种运动形态,如图2所示。

实验中,在圆筒型混料机中先后装入Fe粉和Ti粉(体积比为50:50),填充率约40%,逐步提高混合器的转速,观察粉体运动状况随转速变化的情况,见图3。圆筒内粉体的运动状况出现了以下4种形态:slipping(坍塌)型、cascading(小瀑布)型、

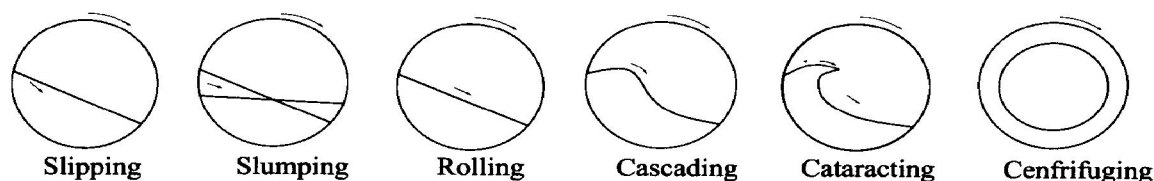


图2 圆筒型混合器中颗粒在不同转速下的6种运动模式

Fig. 2 Six motion models of powder on different rotating speeds in rotating drum blender

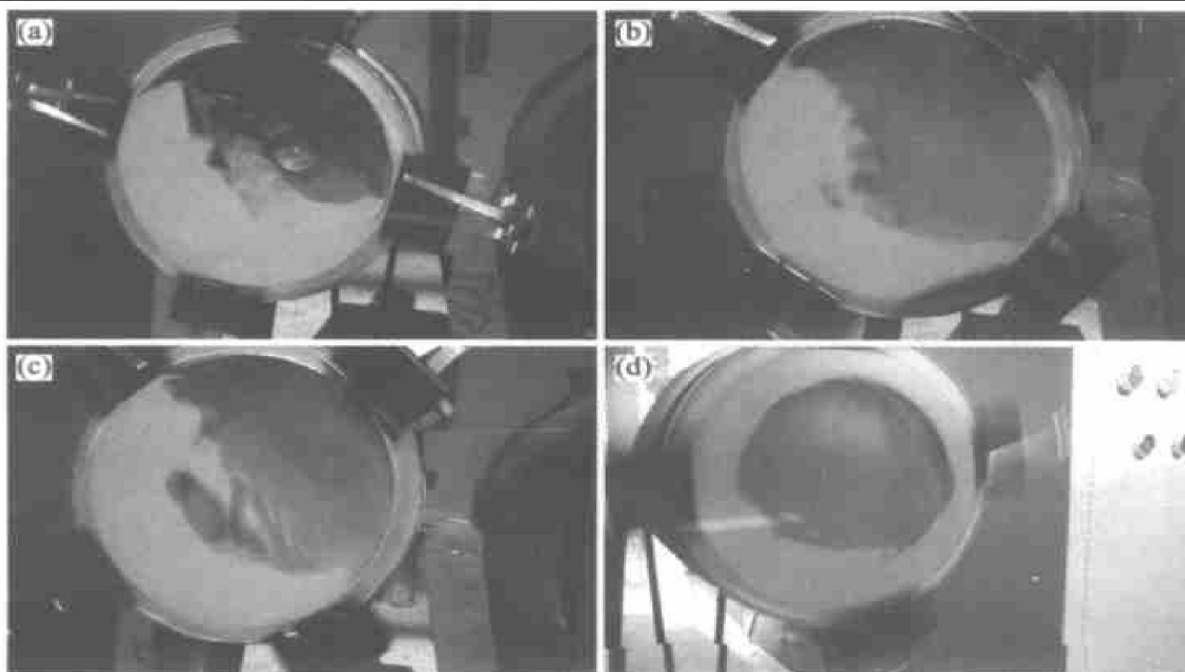


图3 不同转速下粉体的几种不同运动状态

Fig. 3 Motion models of powder on different rotating speeds

(a) —Slipping(10 r/min); (b) —Cascading(60 r/min);
(c) —Cataracting(80 r/min); (d) —Centrifuging(95 r/min)

cataracting(大瀑布)型和 centrifuging(离心)型, 而没有出现 slumping 和 rolling 两种运动形态。而当转速较低(10~20 r/min)时, 粉体在重力和摩擦力的作用下, 自由表面的几层粉末下滑, 表面粉体的运动状况以 slipping 型为主, 混合机理主要为剪切。当转速很低时, 混合的效率很低; 当转速较大时, 表面部分的粉末会发生更大规模的滑落, 此时的混合机理主要为对流, 也存在剪切, 这种情况下的混合效率比低速时要高得多, 混合效果随着转速的提高而提高; 当转速进一步提高时, 表面粉体发生抛落, 形成大瀑布的运动状况, 混合效率进一步提高; 当转速超过临界转速后, 粉体在离心力的作用下紧贴筒壁旋转, 这将导致混合效果的急剧下降。

由于粉体流动性、松装密度以及筒壁摩擦力大小的影响, 在同一转速下, 3 种二元粉末体系的运动状况并不完全相同。基于这一考虑, 在进行 3 种二组元粉体的混合实验时, 选取 Fe-Ti 粉末体系的运动状况大致为 cascading 型, 相应的转速为 60 r/min。在这一转速下, 测定 3 种二元粉末体系的混合标准偏差的变化情况。

在 cascading(含 rolling)运动模式下, 粉体表面形成了连续的滑落运动, 此时的混合运动表现出混沌特征。在某一细小的区域选取几个颗粒, 在经过 3/4 圈时(图 4), 几个颗粒的相邻距离被放大了, 粉体在混合器中的运动对初始条件十分敏感, 粉体的运动为混沌运动^[7]。粉体在混沌运动中进行混合, 混合均匀度和效率将表现出非周期性的波动, 且混合均匀度在混合初期提高很快, 随混合时间的延续, 混合均匀度将逐步下降, 最后稳定在某一均值附近作小幅波动, 混合与分离达到平衡。

混沌, 对应着一个貌似无序的混乱状况, 有利于提高粉体的最终混合均匀度。混沌运动的产生与

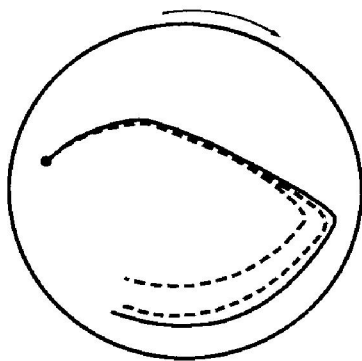


图 4 颗粒混合过程中的混沌运动

Fig. 4 Chaotic motion during mixing of particle

粉体的物性、初始条件和混合工艺参数的选取密切相关。事实上, 粉体的混合过程非常复杂, 目前仍不能实现精细地控制粉体在混合过程的运动状况。

2.2 粉体在同转速和同填充率下的混合过程

实验测得 Fe-Ti、Fe-Al 以及 Fe-Al₂O₃ 这 3 种二组元粉末体系在同转速、同填充率下(填充率为 40%, 转速为 60 r/min)的混合均匀度的变化情况, 如图 5 所示。

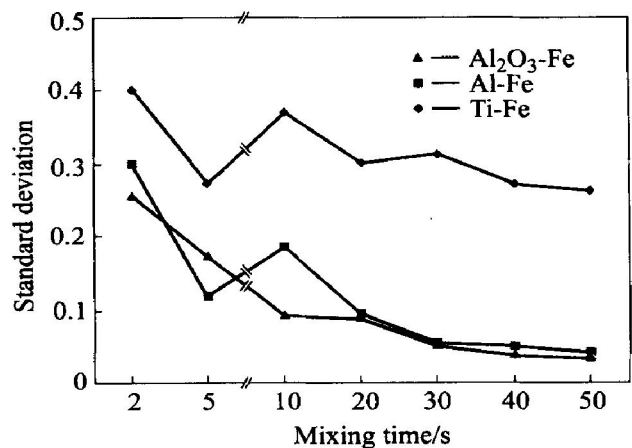


图 5 3 种二组元粉体混合过程均匀度的变化情况

Fig. 5 Curves of standard deviation during mixing of three groups two-component powder

由图 5 可见, Fe-Al 和 Fe-Al₂O₃ 混和体系的混合效果明显比 Fe-Ti 体系要好, 这是由于在相同的转速下, 流动性越好的粉末越容易形成对流和剪切运动, 也更容易产生较强的混沌运动, 使混合效果更好。Al₂O₃ 和 Al 都为近球形粉末, 流动性分别为 190.1 和 83.6, 在与流动性为 26 的 Fe 粉的混合中, 有利于双方的剪切和扩散, 不仅能较快地混合, 也能达到较高的混合均匀度。而 Ti 粉为形状不规则的粉末, 流动性很差, 在测试中, 无法测出流动性, 因此, 产生剪切和对流运动的能力较弱, 与 Fe 粉难以很好地混合, 50 s 时标准差仍为 0.275, 远远高于 Fe-Al 体系的 0.048 和 Fe-Al₂O₃ 体系的 0.025。

Fe-Ti 和 Fe-Al 体系的混合过程比较类似, 均匀度的变化都经历了从高到低, 再由低到高的变化过程。相反, Fe-Al₂O₃ 体系的混合均匀度的变化情况是由低到高, 在 16~20 s 有一小小波动后逐步提高。

混合过程出现这种差别, 主要与粉末的装载方式、采样位置和采样量有关。实验时采用的方式是

先装 Fe 粉, 后在其上装其它粉体, 在经历约 5 圈的混合后, 交界处的粉末已得到较好的混合, 而远离交界面的粉末间还未得到较好的混合。另外, 取样量约 2 g, 只占总质量的 1/1 500~ 1/1 000, 此种采样量能很好地反映粉末的微观混合情况, 对于宏观混合就很敏感。在混合初期, 主要是宏观混合过程, 因此, 实验前 10 s 的数据表现出较大的波动; 在混合后期, 当扩散运动成为主导混合机制后, 取样量将能很好地反映混合的实际情况, 此时, 均匀度的变化或波动在逐步减小。

实验结果表明, 从整体走势分析, 虽然标准差都在逐渐变小, 但不同物性对粉末体系在混合过程中的影响表现出明显的差异。

2.3 混合过程的理论分析

粉体在圆筒型混合器中混合过程的定量描述由某组元成分 $c(x, t)$ 的分布来表征。圆筒型混合器中粉体的轴向混合扩散运动由方程表示

$$\frac{\partial c(x, t)}{\partial t} = D_a \frac{\partial^2 c(x, t)}{\partial x^2} \quad (1)$$

式中 c 为某粉末的成分; t 是时间(对应于旋转圈数 N); D_a 是轴向扩散系数; x 为轴向位置。混合器两端没有物质交换, 边界条件为:

$$\begin{aligned} x(x, 0) &= 0, 0 \leq x \leq 0.5 \\ x(x, 0) &= 0, 0.5 \leq x \leq 1 \\ \frac{\partial c(x, t)}{\partial x} &= 0, x = 0, x = 1 \end{aligned} \quad (2)$$

方程(1)的解为:

$$c = c_f + \left[\frac{2}{\pi} \sum_{n=1}^{\infty} \left(\frac{1}{n} \right) \cdot e^{-n^2 \pi^2 D_a N / L} \sin(n \pi c_f) \cos(n \pi x / L) \right] \quad (3)$$

式中 L 为混合器的长度(cm)

相应地, 均方差可表示为:

$$\sigma^2 = 2/\pi^2 \exp(-2\pi^2 D_a N / L^2) \quad (4)$$

分别将 10 s、30 s 和 50 s 实验测得的 σ^2 代入到式(4)中, 计算得到混合过程中相应时刻的轴向扩散系数 D_a 及其变化情况, 如图 6 所示。与标准差的变化过程不同, 混合过程中, 3 种粉末体系扩散系数的变化趋势呈现较大的差别。在实验时间内, Fe-Ti 的扩散系数没有发生大的变化, 说明 Fe-Ti 间的扩散混合比较困难。Fe-Al₂O₃ 在 10 s 时最高, 然后逐步下降, 可见, 流动性较好的颗粒在混合初期的扩散比较快。在 50 s 时, Ti-Fe、Al-Fe 和 Al₂O₃-Fe 3 种粉末体系对应的扩散系数 D_a 分别为 0.064、0.293 和 0.375。这一特征与文献[4]中使用

导流板与否的结果相类似, 可见, 物性的变化对混合过程影响显著。

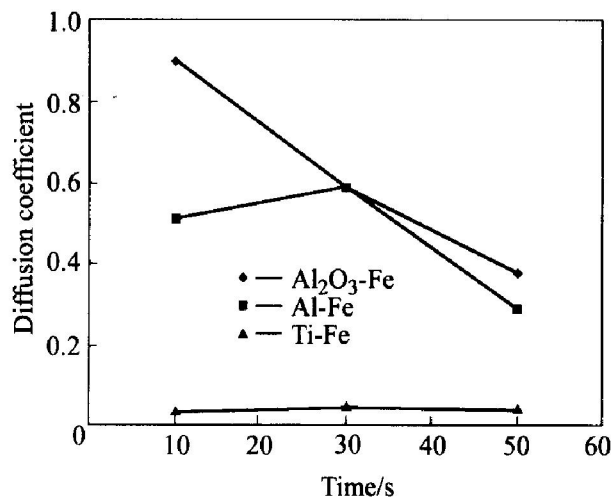


图 6 混合过程中轴向扩散系数 D_a 的变化情况

Fig. 6 Variance of diffusion efficient D_a during mixing

延长混合时间将进一步降低扩散系数, 使混合处于微观混合状况, 扩散系数逐步降低, 成分标准差也随之下落, 混合均匀度有所提高。由于在混合过程中, 混合与分离的趋势都存在, 并在一定条件下达到平衡时, 混合均匀度将在某一均值附近波动, 即扩散系数将稳定在一个范围内做微幅波动, 混合均匀度也不再提高。

3 结论

1) 在相同填充率和转速下, 3 种不同物性的二组元粉末体系的混合过程存在明显的差异, 粉末物性的差别对混合效果产生明显的影响。流动性较好的 Al₂O₃ 粉、Al 粉与 Fe 粉在 50 s 内就得到较好的混合, 而流动性较差的 Ti 粉与 Fe 粉却没有得到有效混合。Fe-Ti 体系、Fe-Al 体系和 Fe-Al₂O₃ 体系的混合均匀度分别为 0.275、0.048 和 0.025。

2) 对圆筒型混合器前后装粉的混合过程的理论分析结果表明, 3 种二组元粉体混合过程扩散系数的变化规律不尽相同。混合 50 s 时, Fe-Ti、Fe-Al 和 Fe-Al₂O₃ 体系的扩散系数 D_a 分别为 0.064、0.293 和 0.375, 并随着混合时间的延续, 扩散系数不断变小, 混合均匀度趋向稳定。

REFERENCES

- [1] German. Powder Metallurgy Science[M]. New York:

- Chemical Publishing Co. Inc, 1995.
- [2] Brone D, Muzzio F J. Enhanced mixing in double-cone blenders[J]. Powder Technology, 2000, 110(2): 179 - 189.
- [3] Puyvelde D R V, Young B R, Wilson M A. Experimental determination of transverse mixing kinetics in a rolling drum image analysis[J]. Powder Technology, 1999, 106(2): 183 - 191.
- [4] Osama S S, Coffin-Beach D, Muzzio F J. Quantitative characterization of mixing of free-flowing granular material in tote(bin)-blenders[J]. Powder Technology, 2002, 126(2): 191 - 200.
- [5] McCarthy J J, Khakhar D V, Ottino J M. Computational studies of granular mixing[J]. Powder Technology, 2000, 109(1): 72 - 82.
- [6] Tsuji Y. Activities in discrete particle simulation in Japan [J]. Powder Technology, 2000, 113(2): 278 - 286.
- [7] McCarthy J J, Ottino J M. Particle dynamics simulation: a hybrid technique applied to granular mixing[J]. Powder Technology, 1998, 97(1): 91 - 99.
- [8] 孙其诚, 王光谦, 杨 宁. 水平圆筒型混合机中颗粒混合的离散模型[J]. 中国粉体技术, 2002, 8(1): 6 - 9.
- SUN Qi-cheng, WANG Guang-qian, YANG Ning. The discrete model of granular mixing in rotating drum blender[J]. The Chinese Journal of Powder Technology, 2002, 8(1): 6 - 9.
- [9] Shinbrot T, Alexander A, Muzzio F J. Spontaneous chaotic granular mixing[J]. Nature, 1999, 397: 675 - 678.
- [10] Tan B T, Morris P, Thompson M C. Chaotic mixing simulation[J]. Applied Mathematical Modelling, 1998, 22(4): 1047 - 1051.
- [11] Ding Y L, Forster R, Seville J P K, et al. Granular motion in rotating drums: bed turnover time and slumping-rolling transition [J]. Powder Technology, 2002, 124(1): 18 - 27.
- [12] Grasa G, Abanades J C. A calibration procedure to obtain solid concentrations from digital images of bulk powders[J]. Powder Technology, 2001, 114(1): 125 - 128.
- [13] Muzzio F J, Robinson P, Wightman C, et al. Sampling practices in powder blending[J]. International Journal of Pharmaceutics, 1997, 155(2): 153 - 178.
- [14] Moakher M, Shinbrot T, Muzzio J F. Experimentally validated computations of flow, mixing and segregation of non-cohesive grains in 3D tumbling blenders [J]. Powder Technology, 2000, 109(1): 58 - 71.
- [15] Wightman C, Muzzio J F. Mixing of granular material in a drum mixer undergoing rotational and rocking motions[J]. Powder Technology, 1998, 98(1): 113 - 124.
- [16] Ottino J M, Khakhar D V. Fundamental research in heaping, mixing and segregation of granular material: challenges and perspectives [J]. Powder Technology, 2001, 121(1): 117 - 122.
- [17] Berntsson O, Danielsson L G, Johansson M O. Quantitative on-line monitoring of powder blending by near infrared spectrometry [J]. Powder Technology, 2002, 123(2): 185 - 193.
- [18] Broadbent C J, Bridgwater J, Parker D J, et al. A phenomenological study of a batch mixer using a positron camera[J]. Powder Technology, 1993, 76(3): 317 - 329.

(编辑 李艳红)