



FT4 粉体流变仪™

融合动态测试专利技术
全面表征粉体流动特性

freemant**technology**
英国富瑞曼科技

符合ASTM D7891标准

多功能粉体测试仪

在最初设计 FT4 粉体流变仪™ 时，主要是针对粉体的流变，或者粉体流动性质的表征。至今这仍然是 FT4 的主要测试手段之一。但是，经过对仪器本身，附件以及测试方法持续地完善，FT4 现在已经发展成为一台多功能粉体性质测试仪器。

除了拥有专利的动态测试 (Dynamic Methodology) 这一测量粉体移动时对流动的阻力的方法之外，FT4 还拥有测试粉体剪切强度的剪切盒 (Shear Cell)，量化粉体在加工设备器壁上移动难易程度的壁面摩擦 (Wall Friction) 套件，以及测量包括粉体密度、压缩性 (Compressibility) 和透气性 (Permeability) 等粉体整体性质的附件。这一系列的测试能力让 FT4 成为一台真正意义上的多功能粉体测试仪，也是目前国际上用于了解粉体行为的最全面的测试仪器。

动态测试方法

FT4 使用独有的专利技术测量粉体在动态中对流动的阻力。一个精密加工的“叶片”在粉体样品中同时完成旋转和轴向移动，建立起一个精确的流动模式。该流动模式使成千上万颗粒发生相对流动，此时作用在叶片上的阻力则代表这种粉体相对移动的难度，或者整体流动性质。移动叶片越困难，意味着颗粒对移动的阻力越高，使粉体产生流动的难度越大。

采用这种精确可重复的方式移动叶片，测得数据的重现性极佳。FT4 的先进控制系统准确地控制叶片的径向和轴向运动速度，分别以螺旋角和叶尖速度两个参数表示。

粉体导论

粉体通常被认为是颗粒的简单组合，而事实上，却是固相、液相和气相的复相结构。与这些已然研究透澈的组分相比，粉体是更为复杂的材料。它的组成是：以颗粒形式存在的固相；通常以颗粒间隙的空气形式存在的气相；以及于颗粒表面或者结构内部的水分形式存在的液相。这种独特材料的行为特征很难模拟或者通过基本原理预测。

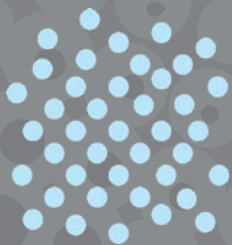
粉体的行为

粉体展现出许多行为特性，它们决定了粉体在加工过程以及最终应用中的表现。粉体的这些性质通常彼此独立，所以，若要全面地表征粉体，就必须了解并测量其中的每一项性质可能产生的影响。

粉体会表现出如下的特性：

- ▶ 流动性-某些粉体在加工过程中流动良好，另外的则会产生桥接，阻塞或者间歇性流动等问题。
 - ▶ 压缩性-某些很坚固，其他的在固结时则发生明显的密度变化。
 - ▶ 一些粉体可能会黏附在加工设备上，另外的却很容易滑动。
 - ▶ 透气性-空气从颗粒之间通过的难易程度，会对加工过程和最终产品应用产生重要影响。
 - ▶ 静电-一些粉体在加工处理过程中会产生静电，引起行为发生变化。
 - ▶ 湿度敏感性-当湿度和水含量发生变化时，多数粉体的行为都会随之改变，但是程度不同。
 - ▶ 颗粒破碎-如果颗粒脆弱，在机械应力作用下会发生颗粒尺寸或者形状的改变，以至于粉体行为跟着发生变化。
- ▶ 流动速率-粉体在不同流动 (或者剪切) 速率下的行为是不一样的，这会对混合以及混料等加工过程产生影响。
 - ▶ 溢流-某些粉体会发生流态化以及包含空气，导致其行为接近液体，在加工过程中常常难以控制。

这些例子仅仅展示了粉体复杂“个性”中的一小部分而已。此外，这些性质经常是彼此独立，互不相关的。两种粉体可以具有相同的压缩性，不同的流动性。另外的一些粉体则可能流动能力相同，但透气性却不同。



粉体



固体



液相

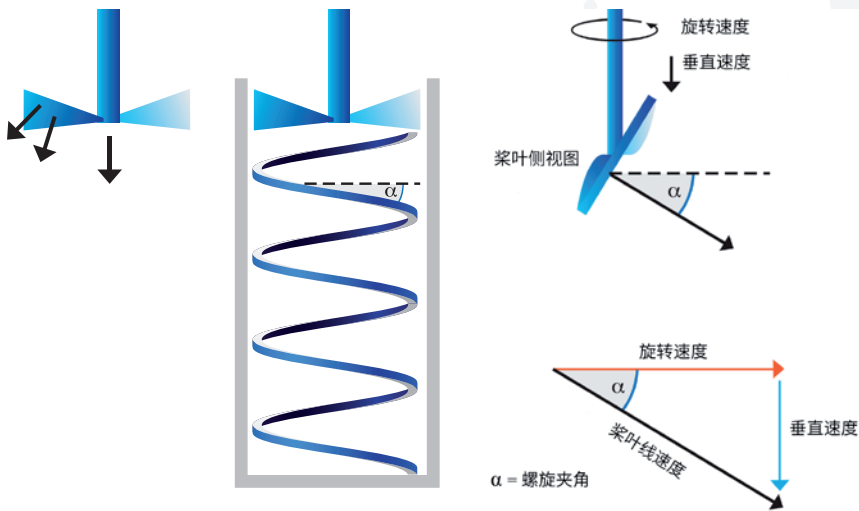


气相

这种三相的交互作用方式决定了粉体的行为特征

它们能：

- ▶ 发生弹性变形，像一个致密固体
- ▶ 在充气或者流态化时像液体一样流动
- ▶ 像气体一样可以被压缩



叶片旋转并轴向垂直移动, 分别以螺旋角和叶尖速度表示

粉体预处理

粉体的行为和流动性会受之前堆积状态的影响, 所以说粉体是具有记忆能力的。如果粉体先前被压实过, 那么在移除压应力后仍然会有一部分应力留存在粉体中。反之, 如果粉体先前有过充气, 那么粉体中就会存有额外的空气。对于这两种情况, 粉体先前堆积状态都会对粉体的流动性质产生明显的影响。

这种应力和充气的变化既来自粉体的加工和处理, 也来自粉体测试之前的样品准备步骤。为消除这种会显著影响测量结果的变量, FT4使用了一种独特的使样品均匀化的预处理 (Conditioning) 步骤。该步骤保证整个样品中应力保持较低水平且均匀分布, 消除了测试前留存于粉体中的残余应力和过量空气。

这个预处理步骤在每项测试前都会自动运行, 是仪器获取高数据重复性的最重要的手段。该步骤减小了操作者之间的人为误差, 确保测试数据能够被不同的操作人员, 以及不同实验室的仪器准确重复。

容易看出为什么不能用一两个参数来描述粉体, 而是需要测量一系列的参数完整地描述。众多性质中的任何一项粉体的性质都会决定粉体在加工过程环境中的行为方式。

例如:

- ▶ 这种粉体是否会混合良好?
- ▶ 它在储存或者振动后是否会固结成块?
- ▶ 它能否容易流出料斗?
- ▶ 当暴露在高湿度环境下时, 它的行为是否会发生改变?
- ▶ 在填料过程中, 能否达到恒定准确的重量?

另外, 粉体性质也会影响最终产品的特性。

例如:

- ▶ 药片性质-粉体性质决定药片的重量、硬度、溶解度和稳定性。
- ▶ 粉体涂料-该粉体是否可以适度流态化, 且均匀地喷涂在金属面板上, 而不会产生颗粒团聚?
- ▶ 化学制备-这种粉状原材料是否粘性太高以至于无法在加工过程中均匀混合?

粉体行为不仅影响加工过程中的表现, 也影响最终产品的性能!

理解粉体的行为

粉体行为不仅受到颗粒物理和化学性质的影响, 还受到它们所处加工过程环境的影响 (外部变量)。

颗粒性质

颗粒本身就够复杂, 难以用足够参数准确描述。传统上使用颗粒粒径分布这一参数, 迄今这依然是重要参数之一。事实上, 还有其他很多颗粒性质都会影响到粉体的整体行为, 比如:

- ▶ 颗粒粒径及分布
- ▶ 形状
- ▶ 表面结构
- ▶ 表面面积
- ▶ 密度
- ▶ 粘结性
- ▶ 黏附性

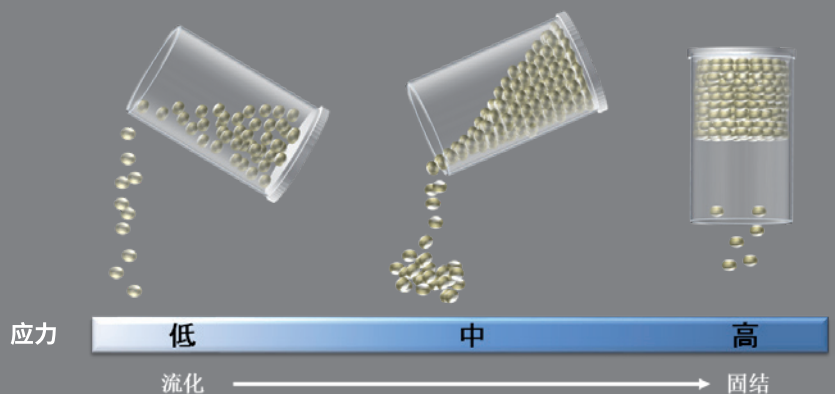
- ▶ 弹性
- ▶ 塑性
- ▶ 孔隙度
- ▶ 产生静电可能性
- ▶ 硬度/脆性
- ▶ 吸湿性
- ▶ 非晶含量

上述这些颗粒性质中有的可以直接测量, 其他的就很难。所有的这些性质都会影响粉体的行为方式。

外部变量

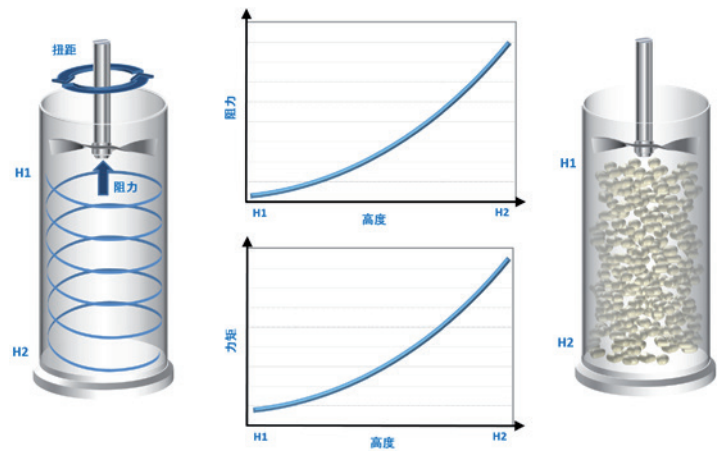
粉体的行为依赖于它所处的环境条件, 这成为一个更加复杂的因素。压实后粉体的性质与散粉或者充气过的粉体性质完全不同。

下图中每个图里面颗粒的物理和化学性质都相同, 但是粉体的流动方式却有极大的差异, 而这仅仅是因为颗粒间的空气含量降低和颗粒间的接触应力改变的结果。



独到的测试参数

在FT4的动态测试中,螺旋叶片同时发生转动和轴向移动,从而它会经受阻止其旋转以及垂直运动的阻力。FT4能够同时测定来自径向和轴向两个方向的阻力,分别以扭矩和力表示。只有这两种信号的综合才能够定量描述粉体对流动的总阻力,所以这两种数据信号必须同时测定。



当叶片沿螺旋轨迹向下通过粉体时,同时测量扭矩和力

加工过程多样性

在加工中无法避免地会出现不同的条件,以及会在不同的应力状态下处理粉体,这是加工环境的特性。为了能够完整预测一种粉体在加工过程中的表现,就必须对该粉体如何对这些外部变量做出相应的反应进行定量评估。

外部变量	何时何处发生	效应
固结	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 振动 ▶ 直接压力(料斗,中型散装容器,小桶) 	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 颗粒间压力、接触面积以及接触点数目增加 ▶ 颗粒间的空气含量降低(孔隙度降低)
充气	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 重力式卸料 ▶ 混料 ▶ 气动传输 ▶ 雾化给药 	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 颗粒间压力、接触面积以及接触点数目降 ▶ 颗粒间的空气含量增加(孔隙度增加)
流动(剪切)速率	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 粉体内 ▶ 粉体与设备器壁间 ▶ 混料 	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 主要是非牛顿流 ▶ 在低流动速率条件下对流动的阻力增加
湿度	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 存储 ▶ 加工 ▶ 人为引入 - 制粒 	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 增加颗粒间的黏附性 ▶ 降低颗粒刚性 ▶ 增加电导率
静电	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 从料斗中卸料 ▶ 气动传输 ▶ 高剪切混合 	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 增加颗粒间的结合强度 ▶ 粉体黏附设备
储存时间	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 原材料/中间料 	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 固结 ▶ 结块 ▶ 永久性地影响下游表现

准确性

去除扭矩和力这两个信号中的任何一个都会导致数据错误,因为这样的测定结果无法代表粉体对流动的真实阻力。

由于这项测试技术的旋转属性,总阻力中的大约90%都来自于扭矩,而剩下的10%才来自于力的部分。这突出了在测量流变性质时同时测量扭矩和力的重要性。

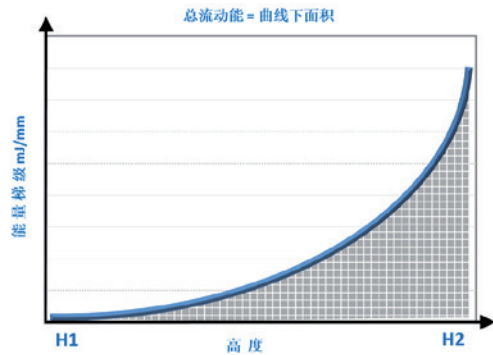
通过对功的计算,就可以用总能量,即叶片从粉体样品顶部移动到底部所需要的能量来表述上述两种阻力。当叶片在粉体样品中移动时,扭矩和力的数值一直持续发生变化,所以需要即时计算叶片每移动微小距离所需要的能量。这其实就是能量梯度的计算,即叶片移动每毫米所需要的能量,以mJ/mm表示。

功 = 能量 = 阻力 × 移动距离

这里的“阻力”是扭矩和力的总和。

能量梯度 = 叶片移动每毫米距离所需的能量

计算能量梯度曲线下的总面积就能获得总流动能量,该数值代表在移动状态下粉体对产流动的阻力。



测量扭矩和力直接计算能量梯度

粉体性质全貌

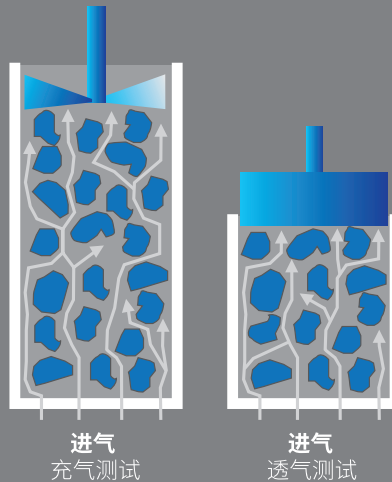
除了采用螺旋状叶片测量流动能量的动态模式之外,FT4还使用其他附件和操作模式完整地表征粉体。

充气测试

充气控制单元是一个能够向装有粉体样品容器的底座充入精确气体流速的设备。该设备通过USB接口与FT4电脑主机相连,提供较宽范围的气流速度。



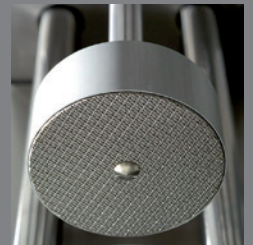
在动态测试模式中从容器底座通入空气,就可以测得充气能量。这项测试表征了粉体的流动性随充气发生的变化。这项性质与粉体的粘结性直接相关。



使用透气的压头固结粉体样品时也可以通入空气。在给定的气流速度和压应力条件下,于粉体样品底部测得的气体压力值表征了样品对空气通过颗粒产生的阻力。粉体样品产生的阻力越大,则所测得的气体压力值越高,透气性越差。

轴向压缩

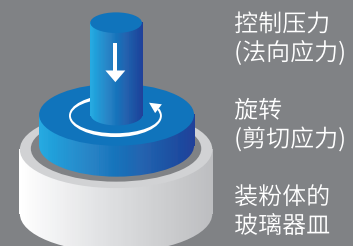
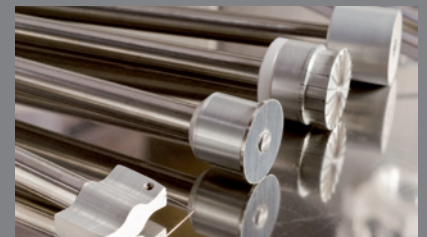
FT4使用一个“透气压头”从粉体样品上方施加压力,并在精确控制的法向应力下使粉体发生压缩固结。



旋转剪切

剪切盒和壁面摩擦测试模块都可以在FT4仪器上使用,测试粉体的剪切强度,和粉体与特定壁材料(通常是不锈钢)之间的壁面摩擦。

施加指定的“法向应力”,然后旋转上述模块引入剪切。阻力值越高,则剪切强度值越高。



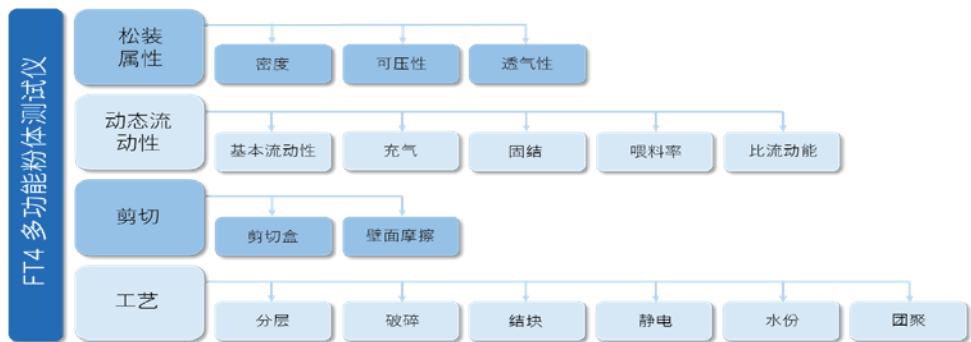
控制压力
(法向应力)

旋转
(剪切应力)

装粉体的
玻璃器皿

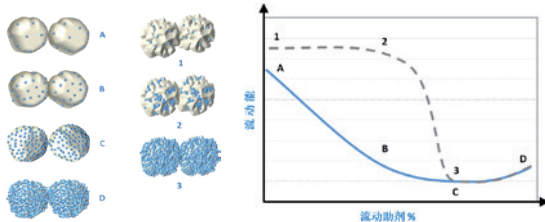
测试方法

FT4 粉体流变仪™是一台整合粉体整体性质、动态流动、剪切和过程四种测试方法的、真正意义上的多功能粉体测试仪



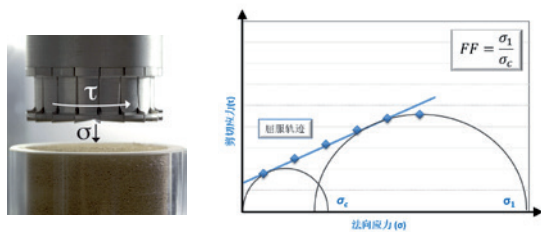
基本流动能 (Basic Flowability) – 测试粉体在预处理条件下的动态流动性。

- ▶ 流动助剂
- ▶ 湿法制粒终点
- ▶ 含湿度
- ▶ 颗粒破碎/颗粒偏析
- ▶ 物理性质(颗粒粒径、形状、表面结构等)
- ▶ 静电



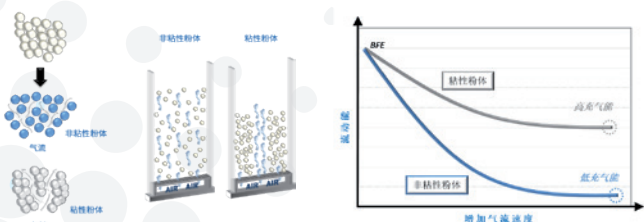
剪切盒 (Shear Cell) – 量化粉体的剪切强度。用于了解粉体料斗行为，以及料斗设计。最小样品量低至1毫升。

- ▶ 无约束屈服强度
- ▶ 流动函数
- ▶ 内聚强度
- ▶ 内摩擦角



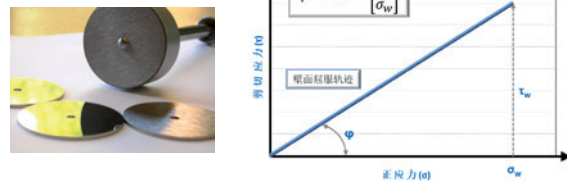
充气测试 (Aeration) – 直接测定粉体的粘结性。

- ▶ 低应力、重力引导流动
- ▶ 定量配料/质量均匀度
- ▶ 雾化给药/干粉吸入剂
- ▶ 流态化行为
- ▶ 混料
- ▶ 颗粒偏析可能性



壁面摩擦 (Wall Friction) – 测量粉末和设备表面间的摩擦。料斗设计中的参数之一。

- ▶ 测量粉末与器壁材料表面间的摩擦
- ▶ 料斗、中型散装容器、冲头、模壁
- ▶ 壁面摩擦角, 用于料斗设计

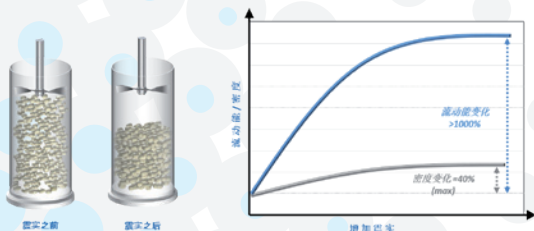


粉末固结 (Consolidation) – 了解直接压缩或者震动产生的固结对粉体流动性质的影响。

- ▶ 直接加压
- ▶ 振实

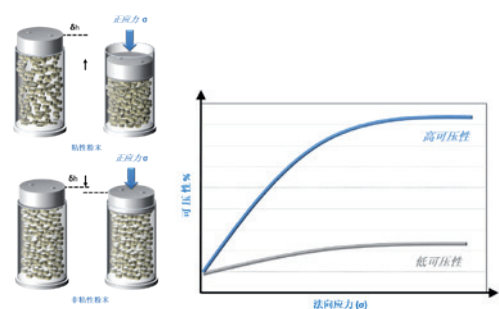
用于理解以下因素的影响：

- ▶ 运输
- ▶ 存储
- ▶ 加工
- ▶ 结块



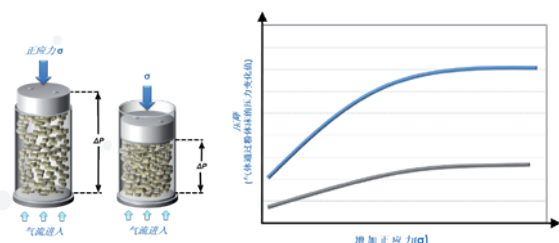
压缩性 (Compressibility) – 确定粉体密度随施加于粉体上的压力的变化。

- ▶ 运输
- ▶ 存储
- ▶ 料斗
- ▶ 小桶
- ▶ 加工过程
- ▶ 压片
- ▶ 辊式造粒
- ▶ 螺杆输送
- ▶ 挤出



透气性 (Permeability) – 测量粉体对空气透过样品产生的阻力。

- ▶ 压片裂片/分层
- ▶ 雾化给药/干粉吸入剂
- ▶ 料斗流动
- ▶ 压缩性
- ▶ 气动传输



应用实例

FT4多功能粉体流动性测试仪在所有的粉体加工处理领域都有获认可的应用,包括制药、精细化工、食品、化妆品、墨粉、金属、陶瓷、塑料、粉末涂料、混凝土和半导体等。

具体应用范围涉及到:

- ▶ 填料
- ▶ 直接压片
- ▶ 料斗流动
- ▶ 湿法制粒终点和放大
- ▶ 流动助剂选择和优化
- ▶ 湿度的影响
- ▶ 静电的影响
- ▶ 混料
- ▶ 给料
- ▶ 颗粒偏析
- ▶ 颗粒破碎
- ▶ 干粉吸入剂
- ▶ 结块
- ▶ 磨粉
- ▶ 输送
- ▶ 壁面摩擦和黏附
- ▶ 料斗设计
- ▶ 粉饼的硬度和耐擦性

此外还有其他测试方法用于研究流动速率敏感度、颗粒偏析可能性、颗粒团聚和减小颗粒粒径/改变颗粒形状产生的作用等。

无论您是为了研发中的配方设计优化、预测加工过程中物料的表现、了解不同物料批次之间的差异,还是确保原材料和中间料的质量,FT4粉体流变仪都会提供有价值的和独到的信息,帮助您解决应用中的难题。

直观的软件和灵活的仪器附件

FT4粉体流变仪预装了符合CFR21 Part11规范的完整软件包。仪器控制软件的设计非常直观,提供向导模式用户界面,便于使用和简化用户操作。数据分析软件包配备了站点许可证,不限用户数量。授权用户在实验室之外也能够离线进行数据分析和处理。FT4的软件还以内置在线支持文档的方式提供了对所有测试方法、数据解读和系统校验的详细介绍,以及其他用户可能用到的帮助。

FT4配置了齐全的系统附件,包含用于测量从160毫升到10毫升样品量的标准容器套件,以及用来分析少量粉体样品的1毫升专用剪切盒附件。其他的系统附件包括压头、剪切头、壁面摩擦套件、充气控制单元和单轴压缩测试组件。按照用户需求可以提供标准粉体准粉体样品。如需详细的附件清单,请同Freeman Technology或者本地代表联系。

英国 Freeman Technology 公司在粉体表征仪器设计和粉体加工应用领域有10余年的专业经验。与Freeman Technology的合作不仅仅限于简单地购置一台仪器。我们有着丰富的实际行业经验以及诀窍,所以能够对全球的 FT4粉体流变仪客户提供广泛深入的、持续的专业咨询,以及应用支持。

freemantechology
a  micromeritics® company



麦克仪器官方微信

麦克默瑞提克(上海)仪器有限公司

地址: 上海市民生路600号船研大厦1505-1509室

邮编: 200135 电话: 021-51085884

全国服务热线电话: 400-630-2202

网址: www.micromeritics.com.cn



“富瑞曼”为Freeman Technology Ltd 的注册商标版权

英国富瑞曼科技有限公司隶属于美国麦克仪器公司

版权 © 2016 富瑞曼科技