



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104568622 A

(43) 申请公布日 2015. 04. 29

(21) 申请号 201410714200. 3

(22) 申请日 2014. 12. 02

(66) 本国优先权数据

201410401120. 2 2014. 08. 15 CN

(71) 申请人 南京汉旗新材料科技有限公司

地址 211507 江苏省南京市六合区龙池街道
雄州南路 399 号恒盛园区 402 幢 2 单元
301 室

(72) 发明人 孟庆华 朱虹 李建红 李忠
程道远

(74) 专利代理机构 南京天华专利代理有限责任
公司 32218

代理人 徐冬涛 吕鹏涛

(51) Int. Cl.

G01N 3/40(2006. 01)

G01N 1/44(2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种粉体硬度的测量方法

(57) 摘要

本发明公开了一种粉体硬度的测量方法:将粉体物质放入加热容器中,置于热源上加热至该粉体物质熔点之上,完全熔融后,冷却至室温成薄膜,取出后用硬度仪测量其硬度。与现有技术相比,本发明的方法,具有可操作性强、测定结果准确、重现性高、在一般常规实验室即可进行测量的优点,为粉体的精确测定提供了可靠参考依据。另外,本发明为粉体产品开发、生产以及质量控制提供了有效的保证。

1. 一种粉体硬度的测量方法,其特征在于将粉体物质放入加热容器中,置于热源上加热至该粉体物质熔点之上,完全熔融后,冷却至室温成薄膜,取出后用硬度仪测量其硬度。

2. 根据权利要求 1 所述的粉体硬度的测量方法,其特征在于所述粉体物质为有机材料、无机材料中的一种或几种混合。

3. 根据权利要求 2 所述的粉体硬度的测量方法,其特征在于所述有机材料选自聚乙烯、聚氯乙烯、聚丙烯、聚甲基丙烯酸甲酯、聚对苯二甲酸二乙二醇酯、聚对苯二甲酸二丁二醇酯、尼龙、聚碳酸酯、橡胶、纤维素醋酸酯、富马酸、苯甲酸、己二酸、硬脂酸、淀粉中的一种或几种混合。

4. 根据权利要求 2 所述的粉体硬度的测量方法,其特征在于所述无机材料选自硼酸、氧化锌、氧化镁、二氧化钛、碳酸钙、氧化铝、二氧化硅、活性炭、滑石粉、凹凸棒土中的一种或几种混合。

5. 根据权利要求 1 所述的粉体硬度的测量方法,其特征在于所述粉体物质的粒径为 10 ~ 2000 微米。

6. 根据权利要求 1 所述的粉体硬度的测量方法,其特征在于所述加热容器的材质选自铁、铜、铝、锌、钛、铅、锡、不锈钢、不锈铁、陶、瓷、金、银、铂中的一种或几种混合。

7. 根据权利要求 1 所述的粉体硬度的测量方法,其特征在于所述热源选自电热器、微波加热器、电磁加热器、燃烧热、相变热中的一种或几种组合。

8. 根据权利要求 1 所述的粉体硬度的测量方法,其特征在于所述硬度仪选自邵氏硬度仪、划痕硬度仪、布氏硬度仪、维氏硬度仪、里氏硬度仪、巴氏硬度仪、努氏硬度仪、显微硬度仪、纳米压入硬度仪中的一种或几种组合。

一种粉体硬度的测量方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种粉体硬度的测量方法,属于材料科学领域。

背景技术

[0002] 材料局部抵抗硬物压入其表面的能力称为硬度。固体对外界物体入侵的局部抵抗能力,是比较各种材料软硬的指标。由于规定了不同的测试方法,所以有不同的硬度标准。各种硬度标准的力学含义不同,相互不能直接换算,但可通过试验加以对比。

[0003] 硬度分类为:

(1) 划痕硬度。

[0004] 主要用于比较不同矿物的软硬程度。早在 1822 年,早在 1822 年,Friedrich mohs 提出一种划痕硬度的表示方法,即:用 10 种矿物来衡量世界上最硬的和最软的物体,这是所谓的摩氏硬度计。该硬度试验是机械性能试验中最简单易行的一种试验方法。按照该方法,软硬程度分为十级:1)滑石,2)石膏,3)方解石,4)萤石,5)磷灰石,6)正长石,7)石英,8)黄玉,9)刚玉,10)金刚石。

[0005] (2) 压入硬度。

[0006] 主要用于金属材料,方法是用一定的载荷将规定的压头压入被测材料,以材料表面局部塑性变形的大小比较被测材料的软硬。由于压头、载荷以及载荷持续时间的不同,压入硬度有多种,主要是布氏硬度、洛氏硬度、维氏硬度和显微硬度等几种。

[0007] 布氏硬度(HB),是以一定大小的试验载荷,将一定直径的淬硬钢球或硬质合金球压入被测金属表面,保持规定时间,然后卸荷,测量被测表面压痕直径。布氏硬度值是载荷除以压痕球形表面积所得的商。一般为:以一定的载荷将一定大小的淬硬钢球压入材料表面,保持一段时间,去载后,负荷与其压痕面积之比值,即为布氏硬度值(HB),单位以[N(kgf/mm²)]表示。生产中常用布氏硬度法测定经退火、正火和调质的钢件,以及铸铁、有色金属、低合金结构钢等毛坯或半成品的硬度。

[0008] 维氏硬度(HV),英文名 Vickers-hardness 表示材料硬度的一种标准,是英国史密斯(R. L. Smith)和塞德兰德(C. E. Sandland)于 1925 年提出的。英国的维克斯—阿姆斯特朗(Vickers-Armstrong)公司试制了第一台以此方法进行试验的硬度计。以 49.03~980.7N(5kg~10kg)的负荷,将相对面夹角为 136° 的方锥形金刚石压入器压材料表面,保持规定时间后,用测量压痕对角线长度,再按公式来计算硬度的大小。它适用于较大工件和较深表面层的硬度测定。维氏硬度尚有小负荷维氏硬度,试验负荷 1.961~49.03N,它适用于较薄工件、工具表面或镀层的硬度测定;显微维氏硬度,试验负荷 <1.961N,适用于金属箔、极薄表面层的硬度测定。维氏硬度计测量范围宽广,可以测量目前工业上所用到的几乎全部金属材料,从很软的材料(几个维氏硬度单位)到很硬的材料(3000 个维氏硬度单位)都可测量。

[0009] 邵氏硬度,即肖氏硬度(Shore scleroscope hardness),简称 HS。表示材料硬度的一种标准。由英国人肖尔(Albert F. Shore)(也称之为邵尔、邵氏硬度)在 1907 年首先提出。邵氏硬度计用于橡胶类产品邵氏硬度值测量。其原理:具有一定形状的钢制压针,

在试验力作用下垂直压入试样表面，当压足表面与试样表面完全贴合时，压针尖端面相对压足平面有一定的伸出长度 L （即压针扎进被测物的深度），以 L 值的大小来表征邵氏硬度的大小， L 值越大，表示邵尔硬度越低，反之越高。我国在这方面标准采用 HA 和 HD 两种，其中 HA 为较软橡胶类硬度参数（采用 35 度锥角的压针），HD 为较硬的橡胶或塑料硬度参数（采用 30 度锥角的压针）。

[0010] 巴氏硬度，巴柯尔 (Barcol) 硬度（简称巴氏硬度），最早由美国 Barber-Colman 公司提出，是近代国际上广泛采用的一种硬度门类，一定形状的硬钢压针，在标准弹簧试验力作用下，压入试样表面，用压针的压入深度确定材料硬度，定义每压入 0.0076mm 为一个巴氏硬度单位。巴氏硬度单位表示为 HBa。

[0011] 努氏硬度，是作为绝对数值而测得的硬度，主要在加工方面使用该数值。一般来说，金刚石的努氏硬度为 7000~8000 千克 / 平方毫米韦氏硬度，一定形状的硬钢压针，在标准弹簧试验力作用下压入试样表面，用压针的压入深度确定材料硬度，定义 0.01mm 的压入深度为一个韦氏硬度单位。韦氏硬度单位表示为 HW。

[0012] 显微硬度：压痕极小，可以归为无损检测一类；适用于测量诸如钟表较微小的零件，及表面渗碳、氮化等表面硬化层的硬度。除了正四棱锥金刚石压头之外，还有三角形角锥体、双锥形、船底形、双柱形压头，适用于测量特殊材料和形状的硬度。对于薄膜材料，尤其是硬质薄膜，如 TiN, CrN 等，硬度是一个很关键的力学性能指标。但是由于薄膜的厚度通常在几个微米甚至纳米级别，所以薄膜的硬度测试存在不少困难。目前应用较多的是直接测试法，即显微硬度法和纳米压入法。

[0013] 显微硬度法一般采用维氏或努氏压头测量硬度，分别对应维氏硬度 (HV) 和努氏硬度 (HK)。测定硬度时，选用标准规定的合适加载载荷和加载速率，保持一定时间，采用合适的压痕测量装置测试压痕对角线平均值，通过查表或计算得到所测硬度值。

[0014] 纳米压入法是测量材料硬度 (h) 和弹性模量 (E) 等力学参量的理想手段，利用测试载荷 - 位移 ($P-h$) 曲线，通过 Oliver-Pharr 方法，可得到材料的硬度和弹性模量。测量薄膜硬度时，其通过测量压入深度换算压痕面积，从而避免小载荷压入时压痕对角线测量的诸多困难，准确性就可以大大提高。通过测压入深度测量硬度值的技术可以减少基体硬度对薄膜硬度的影响，同时产生的误差较直接测压痕对角线的误差小。但是纳米压入法对试样表面状态要求高。

[0015] (3) 回跳硬度。

[0016] 主要用于金属材料，方法是使一特制的小锤从一定高度自由下落冲击被测材料的试样，并以试样在冲击过程中储存（继而释放）应变能的多少（通过小锤的回跳高度测定）确定材料的硬度。应用弹性回跳法将撞销从一定高度落到所试材料的表面上而发生回跳。撞销是一只具有尖端的小锥，尖端上常镶有金刚钻。测试数值为 $1000 \times$ 撞销返回速度 / 撞销初始速度（即为碰撞前后的速度比乘以 1000）。

里氏硬度，是以 HL 表示，里氏硬度测试技术是由瑞士狄尔马，里伯博士发明的，它是用一定质量的装有碳化钨球头的冲击体，在一定力的作用下冲击试件表面，然后反弹。由于材料硬度不同，撞击后的反弹速度也不同。在冲击装置上安装有永磁材料，当冲击体上下运动时，其外围线圈便感应出与速度成正比的电磁信号，再通过电子线路转换成里氏硬度值。

[0017] 由于粉体自身无法直接测量硬度，而且大多数硬度测量仪都是针对平面固体（或

薄膜)的平整表面的测量而设计,虽然显微硬度法和纳米压入法可以测定一部分粉体的硬度,但仪器价格昂贵,日常维护成本高,对粉体材质和表面状态要求也很苛刻,不适应普通用户的日常生产质量监控使用。

发明内容

[0018] 本发明的目的是针对目前对粉末硬度测定方法所存在的不足,提供一种精确定量测定粉末硬度的方法,即:将粉末材料制样为具有平整表面的固体,采用简单易得的现有硬度测量仪器设备对其进行硬度测量。该方法具有可操作性强、测定结果准确、重现性高、在一般常规实验室即可进行测量的优点,并为粉体之间硬度的对比提供了可靠参考依据。

[0019] 本发明的目的可以通过以下措施达到:

一种粉体硬度的测量方法:将粉体物质放入加热容器中,置于热源上加热至该粉体物质熔点之上,完全熔融后,冷却至室温成薄膜,取出后用硬度仪测量其硬度。

[0020] 本发明中的粉体物质为有机材料、无机材料中的一种或几种混合。其中有有机材料可选自聚乙烯、聚氯乙烯、聚丙烯、聚甲基丙烯酸甲酯、聚对苯二甲酸二乙二醇酯、聚对苯二甲酸二丁二醇酯、尼龙、聚碳酸酯、橡胶、纤维素醋酸酯、富马酸、苯甲酸、己二酸、硬脂酸、淀粉中的一种或几种混合。无机材料可选自硼酸、氧化锌、氧化镁、二氧化钛、碳酸钙、氧化铝、二氧化硅、活性炭、滑石粉、凹凸棒土中的一种或几种混合。粉体物质的粒径为 10 ~ 2000 微米。

[0021] 本发明中的加热容器的材质选自铁、铜、铝、锌、钛、铅、锡、不锈钢、不锈铁、陶、瓷、金、银、铂中的一种或几种混合。

[0022] 本发明中的热源选自电热器、微波加热器、电磁加热器、燃烧热、相变热中的一种或几种组合,优选电热器或电热板。

[0023] 本发明中的硬度仪选自邵氏硬度仪、划痕硬度仪、布氏硬度仪、维氏硬度仪、里氏硬度仪、巴氏硬度仪、努氏硬度仪、显微硬度仪、纳米压入硬度仪中的一种或几种组合,优选采用邵氏硬度仪。

[0024] 与现有技术相比,本发明的方法,具有可操作性强、测定结果准确、重现性高、在一般常规实验室即可进行测量的优点,为粉体的精确测定提供了可靠参考依据。另外,本发明为粉体产品开发、生产以及质量控制提供了有效的保证。

具体实施方式

[0025] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0026] 实施例 1

一种聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)粉体硬度的测量方法,包括以下步骤:将 PMMA 粉体(粒径 20 微米)放入瓷坩埚中,置于电热板上加热至该粉体物质熔点(130℃)之上,完全熔融后,冷却至室温成薄膜,取出薄膜,用邵氏硬度仪(D 型)测量其硬度为 82H。

[0027] 实施例 2

一种聚乙烯(PE)粉体硬度的测量方法,包括以下步骤:将PE粉体(粒径1580微米)放入瓷坩埚中,置于电热板上加热至该粉体物质熔点(112℃)之上,完全熔融后,冷却至室温成薄膜,取出薄膜,用邵氏硬度仪(D型)测量其硬度为43H。

[0028] 实施例3

一种硼酸粉体硬度的测量方法,包括以下步骤:将硼酸粉体(粒径300微米)放入不锈钢坩埚中,置于酒精灯上加热至该粉体物质熔点(236℃)之上,完全熔融后,冷却至室温成薄膜,取出薄膜,用划痕硬度仪测量其硬度为2级。

[0029] 以上所述,仅为本发明较佳具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限与此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。