|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 点击此处添加ICS号 |
| CCS  |

|  |
| --- |
| D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png   |

点击此处添加CCS号 |

 团体标准

T/CSEA XXXX—XXXX

膜/涂层用陶瓷基复合粉体性能测试技术要求

Standard for properties testing of ceramic matrix composite powders used for film/coatings deposition

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中国表面工程协会  发布

目次

[前言 II](#_Toc197506906)

[1 范围 1](#_Toc197506907)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc197506908)

[3 术语和定义 1](#_Toc197506909)

[4 一般要求 2](#_Toc197506910)

[5 结果处理 3](#_Toc197506911)

[6 松装密度试验 5](#_Toc197506912)

[7 振实密度试验 6](#_Toc197506913)

[8 比表面积试验 7](#_Toc197506914)

[9 流动性试验 8](#_Toc197506915)

[10 粒径分布试验 8](#_Toc197506916)

[11 球形度/球化率试验 9](#_Toc197506917)

[12 成分占比测试试验 10](#_Toc197506918)

[13 成分均匀性试验 11](#_Toc197506919)

[14 发射率试验 12](#_Toc197506920)

[15 高温相稳定性试验 13](#_Toc197506921)

[16 高温抗烧结性试验 14](#_Toc197506922)

[附录A （资料性） 实验报告格式 17](#_Toc197506923)

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国表面工程协会提出。

本文件由中国表面工程协会归口。

本文件起草单位：北京理工大学、航天材料及工艺研究所、中航航发北京航空材料研究院、北京机电工程总体设计部、航天特种材料及工艺技术研究所、北京航空航天大学、北京金轮坤天特种机械有限公司、河南省科学院碳基复合材料研究院、北京星航机电装备有限公司、北京动力机械研究所、中国建筑材料科学研究总院有限公司、中国航发成都发动机有限公司、中国航发航空科技股份有限公司、安泰科技股份有限公司、北京工业大学、北京理工大学重庆创新中心、北京理工大学唐山研究院。

本文件主要起草人：柳彦博、刘玲、马壮、郭洪波、焦健、何箐、卢林、吴朝军、孙现凯、张世超、李春、谷平、黎红英、杨茗佳、孙世杰、吴旭、张蕾、刘鹏辉、房师阁、蔺晓超、曹淑波、杜仲、许宝文、熊宁、付艳芹、李涛、陈东、董健、委思豪。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体性能测试技术要求

* 1. 范围

本文件规定了膜/涂层用陶瓷及复合粉体试验方法和要求，包括试验仪器/装置、试验步骤及结果处理。

本文件适用于金属、陶瓷、有机物及复合材料膜/涂层复合粉体的性能可参照执行。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 5314-2011 粉末冶金用粉末 取样方法

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规范

GB/T 8979-2008 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 10067.44-2014 电热装置基本技术条件第 44 部分:箱式电阻炉

GB/T 24582-2023 多晶硅表面金属杂质含量测定酸浸取-电感耦合等离子体质谱法

JJF 1914-2021 金相显微镜校准规范

JJF 1916-2021 扫描电子显微镜校准规范

JJG 629-2014 多晶X射线衍射仪检定规程

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体松装密度 Apparent density of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体在自由流动状态下，通过自然堆积或轻微振动后，所达到的单位体积内的质量。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体振实密度 Tap density of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

指在规定条件下振动，膜/涂层用陶瓷基复合粉末体积不再减小，测得单位体积的质量大小。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体比表面积 Specific surface area of ceramic matrix composite powder for film/coating deposition

单位质量或单位体积的膜/涂层用陶瓷基粉体材料所拥有的表面积。它通常用于衡量粉体的颗粒细度及其表面活性，对材料的反应性、吸附性和热传导性能等具有重要影响。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体流动性 Flow ability of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体的流动性通常是指在给定条件下，粉体能够流动、滑动或填充空隙的能力。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体粒径分布 Paticle size distribution of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体中各个粒子的粒径及其相对数量（或质量）的分布情况，反映粉体在不同粒径范围内的颗粒数量、质量或体积的比例。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体球形度 Sphericity of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

表征膜/涂层用陶瓷基复合粉体形状接近球形程度的一个指标。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体球化率 spheroidization rate of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体颗粒的球形化程度，通常用于评估粉体的形态变化和颗粒的流动性、填充性等特性。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体成分占比 Component proportion of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体中各个组分或材料的质量比占总复合粉体的比例。它通常用于描述复合粉体中不同成分的相对含量。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体成分均匀性 Compositional homogeneity of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体成分均匀性指的是不同材料或成分在复合粉体中的空间分布的一致性，衡量的是各组分在复合粉体中的混合程度。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体发射率 Emissivity of ceramic matrix composite powder used for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体表面在一定温度下辐射热能的能力，通常用于描述材料表面热辐射特性的一个物理量。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体高温相稳定性 High-temperature phase stability of ceramic matrix composite powders for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体材料在高温环境下，能够维持其物理、化学性质和结构的稳定性，不发生显著相变的能力。

膜/涂层用陶瓷基复合粉体高温抗烧结性 High-temperature sintering resistance of ceramic matrix composite powders for film/coating deposition

膜/涂层用陶瓷基复合粉体材料高温抗烧结性是指粉体在高温条件下抵抗颗粒之间发生烧结的能力，即在高温环境下保持粉体颗粒不发生过度团聚、长大或致密化的特性。

* 1. 一般要求
		1. 通用试验仪器应按有关计量标准检定

箱式电阻炉检验规范按GB/T 10067.44-2014的规定执行。

金相显微镜的校准规范按JJF 1914-2021的规定执行。

扫描电子显微镜校准规范按JJF 1916-2021的规定执行。

X射线衍射仪检验规范按JJG 629-2014的规定执行。

* + 1. 实验水要求

测试使用水按GB/T 6682-2008 分析实验室用水规范的规定执行。

* + 1. 气体要求

氩气纯度按GB/T 4842-2017的规定执行。

* 1. 结果处理

复合粉体松装密度按公式（1）计算:

$$\begin{array}{c}ρ=\frac{m\_{2}-m\_{1}}{v}\#\left（1\right）\end{array}$$

式中：

$ρ$—复合粉体松装密度，$g/cm^{3}$；

$m\_{1}$—量筒的质量，$g$；

$m\_{2}$—量筒和复合粉体的总质量，$g$；

*v*—量筒的体积，$cm^{3}$。

复合粉体振实密度按公式（2）计算：

$$\begin{array}{c}ρ\_{t}=\frac{m\_{2}-m\_{1}}{v}\#\left（2\right）\end{array}$$

式中：

$ρ\_{t}$—复合粉体的振实密度，$g/cm^{3}$；

$m\_{1}$—复合粉体的质量，$g$；

$m\_{2}$—量筒和复合粉体的总质量，$g$。

*v*—量杯的体积，$cm^{3}$。

复合粉体表面积按公式（3）计算：

$$\begin{array}{c}S\_{w}=\frac{4.35V\_{m}}{m}\#\left（3\right）\end{array}$$

式中：

$S\_{w}$—复合粉体比表面积，$m^{2}/g$；

$V\_{m}$—单分子层吸附体积，$m^{3}$；

$m$—复合粉体的质量，$g$。

复合粉体流动性按公式（4）计算：

$$\begin{array}{c}f=\frac{t}{50g}\#\left（4\right）\end{array}$$

式中：

$f$—流动性，$s/50g$；

$t$—时间，$s$。

复合粉体球形度按公式（6）（7）计算：

单个复合粉体球形度：

$$\begin{array}{c}Q=\frac{4πS}{L^{2}}\#\left（5\right）\end{array}$$

式中：

*Q*—复合粉体的的球形度；

*S*—单个复合粉体平面图像的面积，$μm^{2}$；

*L*—单个复合粉体平面图像的周长，$μm$。

复合粉体平均球形度：

$$\begin{array}{c}\overset{¯}{x}=\frac{\sum\_{i=1}^{n} x\_{i}}{n}\#\left（6\right）\end{array}$$

式中：

$\overset{¯}{x}$—复合粉体的的平均球形度；

$x\_{i}$—第i个复合粉体颗粒的球形度；

*n*—测试样品中捕捉到的复合粉体颗粒的数量，个。

复合粉体球化率按公式（8）计算：

$$\begin{array}{c}γ\_{a}=\frac{q-q\_{a}}{q}×100\#\left(7\right)\end{array}$$

式中：

$γ\_{a}$—单次测定的复合粉体球化率，$\%$；

$q$—单次图像内的复合粉体颗粒总数，个；

$q\_{a}$—单次图像内的非球形复合粉体颗粒总数，个。

备注：单个复合粉体长径/短径≤1.2的可视为球形颗粒。

复合粉体成分占比按公式（8）计算：

$$\begin{array}{c}W=\frac{C\_{0}×V\_{0}×f×10^{6}}{m}×100\%\#\left(8\right)\end{array}$$

式中：

$W$—质量占比，$\%$；

$C\_{0}$—测试溶液元素的浓度，$mg/L$；

$V\_{0}$—样品定容体积，$ml$；

$f$—稀释/浓缩倍数；

$m$—原始样品质量，$g$。

复合粉体均匀性按公式（11）计算：

元素含量平均值：

$$\begin{array}{c}\overbar{C}=\frac{\sum\_{i=1}^{N}C\_{i}}{N}\#\left(9\right)\end{array}$$

式中：

$\overbar{C}$—元素含量平均值；

$C\_{i}$—每个视场单个元素含量；

$N$—视场的个数。

相对偏差：

$$\begin{array}{c}RSD=\frac{S}{\overbar{x}}×100\%\#\left(10\right)\end{array}$$

式中：

*RSD*—各元素质量分数的相对标准偏差；

*S*—样本数据的标准偏差；

$\overbar{x}$—样本数据的平均值。

备注：当RSD≤5%：均匀性优；5%<RSD≤10%：均匀性良；RSD>10%：均匀性差。

复合粉体发射率按公式（11）计算：

$$\begin{array}{c}ε\left(λ，T\right)=\frac{I\_{样品}\left(λ，T\right)}{I\_{黑体}\left(λ，T\right)}\#\left（11\right）\end{array}$$

式中：

$ε\left(λ，T\right)$—材料在特定波长（$λ$）和温度（$T$）下的发射率；

$I\_{样品}\left(λ，T\right)$—样品在中远红外波段$λ$处的辐射强度；

$I\_{黑体}\left(λ，T\right)$—同温度黑体在$λ$处的辐射强度。

显气孔率：

$$\begin{array}{c}π\_{2}=\frac{m\_{3}-m\_{1}}{m\_{3}-m\_{2}}×100\%\#\left（12\right）\end{array}$$

式中：

$π\_{2}$—显气孔率，%；

$m\_{1}$—试样的质量，g；

$m\_{2}$—试样悬浮在浸液中的质量，g；

$m\_{3}$—试样饱和质量(m3)，g。

$$\begin{array}{c}ρ\_{b}=\frac{m\_{1}}{m\_{3}-m\_{2}}×ρ\_{ing}\#\left（13\right）\end{array}$$

式中：

$ρ\_{b}$—体积密度，g/cm3；

$ρ\_{ing}$—试验温度下液体的密度，g/cm3；

$m\_{2}$—试样悬浮在浸液中的质量，g；

$m\_{3}$—试样饱和质量(m3)，g；

真气孔率($π\_{t}$):

$$\begin{array}{c}π\_{t}=\frac{ρ\_{t}-ρ\_{b}}{ρ\_{t}}×100\%\#\left（14\right）\end{array}$$

式中：

$π\_{t}$—真气孔率，%；

$ρ\_{t}$—试样的真密度，g/cm3；

$ρ\_{b}$—体积密度，g/cm3；

* 1. 松装密度试验
		1. 试验装置



1-量筒；2-漏斗；3-固定支架

1. 松装密度试验装置示意图
	* 1. 试验仪器

a) 天平：感量0.01g，量程0～5kg。

b) 漏斗：锥度60°，直径100mm,下端口内径2～3mm。

c) 量筒：容积规格25cm3，精度0.2cm3，内底保证为平面。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

称量量筒的质量m1,精确到0.01g。

称取一定量的粉末倒入上述漏斗中，让粉末直接从小孔流入量杯,直到量杯完全被充满且溢出。

用一个非磁性的直板尺刮平粉末,但不要挤压粉末并且注意不要摇动和震动量杯。

如果粉末不能流过漏斗,允许使用直径为1mm的金属丝从漏斗上面捅一次粉末,但是要注意该金属丝不能捅入量杯中。

刮平粉末后轻敲量杯,使其振实一些,以免在挪动过程中粉末溢出并确保杯子外部不粘有粉末。

测量粉末和量筒总质量为m2，精确到0.01g。

取五次测量的平均值作为复合粉体松装密度。

记录量筒的体积示数V，精确到1cm3。

填写试验报告，具体参考附录A.1。

* 1. 振实密度试验
		1. 试验装置



1-漏斗；2-固定支架；3-振实仪器；4-量筒

1. 振实密度试验装置示意图
	* 1. 试验仪器
2. 天平：感量0.01g，量程0～5kg。
3. 量筒：容积规格100cm3,精度1cm3，内底保证为平面。
4. 漏斗：锥度60°，直径100mm,下端口内径2～3mm。
5. 振实仪器：振动频率100次/min～300次/min。
	* 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

称量量筒的质量m1,精确到0.01g。

启动振实仪器电源。

使粉体试样从漏斗上方往漏斗中心自由流入。

当试样在圆筒顶部形成锥体并开始溢出时，则停止加试样，然后用平直的钢尺沿筒容器的上边缘轻轻地刮去部分多余的试样。

称量量筒和复合粉体质量m2，精确到0.01g。

记录量筒的体积示数V，精确到1cm³。

填写试验报告，具体参考附录A.2。

* 1. 比表面积试验
		1. 试验装置



1-氮气阀门;2-减压阀；3-氦气阀门；4-气体混合装置；5-热导率探测仪；6-氮气气瓶；7-氦气气瓶；8-样品；9-杜瓦瓶

1. 比表面积试验装置示意图
	* 1. 试验仪器

a) 天平：感量0.01g，量程0～5kg。

b) 杜瓦瓶：容积规格为1L。

c) 减压阀：量程0～2.5MPa,精度2.5级。

d) 热导率探测仪：量程0.005～500W/m•K，精度±3%。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

使用精密天平称量空样品管的质量(m1)。

将样品管中的试样装到脱气站上，确脱气过程中的密封性。根据试样特性设置脱气温度和时间。

开启真空泵，对样品进行加热和真空脱气处理，以去除样品中的吸附气体和水分。

脱气完成后，关闭加热装置。

使样品在真空或惰性气体保护下冷却至室温。

使用天平测量装有脱气后样品的样品管质量（记为m2）。样品的脱气后质量可通过公式m2−m1计算得出。

将脱气处理的样品管转移到分析站。在分析站中，首先在杜瓦瓶中添加液氮，以提供低温环境以进行吸附测试。

在分析软件中输入样品的实际质量，并设置适当的测试参数，如吸附气体种类、压力范围等，开始进行吸附和脱附测试。

样品处理与样品管清洗：测试完成后，取出样品管中的样品，对其进行适当的后处理，如称重、分析等。随后，彻底清洗并干燥样品管，以备下一次使用。

填写试验报告，具体参考附录A.3。

* 1. 流动性试验
		1. 试验装置



1-容器；2-漏斗；3-固定支架

1. 流动性试验装置示意图

测试仪器

a) 天平：感量0.01g，量程0～5kg。

b) 漏斗：锥度60°，直径100mm,下端口内径2～3mm。

c) 量筒：容积规格100cm3。

d) 秒表：测量精度0.1s。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

称量待测试粉体的质量m1(50g),精确到0.01g。

使试样距离漏斗上方约40mm处往漏斗中心自由流入,使整个装置无振动。

当上述样品完全流完，记录时间。

填写试验报告，具体参考附录A.4。

* 1. 粒径分布试验
		1. 试验装置



1-数据处理仪；2-激光粒度分析仪；3-湿法分散系统；4-配电箱；5-液体分散介质；

1. 粒径分布试验装置示意图
	* 1. 试验仪器

a) 天平：感量0.01g，量程0～5kg。

b) 激光粒度仪：粉体检测粒径范围为0.01～3500μm，精度±0.5%。

c) 烧杯：容积规格500ml或1000ml。

d) 湿法分散系统：转速0～3500r/min,超声频率0～40W。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

10.4.1 预热30min，选择二氧化硅/聚苯乙烯微球标样，确保粒径范围覆盖仪器量程。

10.4.2 基于粉体固有特性，选择合适的熔剂、分散剂等。

10.4.3 输入粉体折射率，吸光度数值。

10.4.4 设置适宜的遮光度。

10.4.5 将含有待测粉体的悬浮液加入分散装置中。

10.4.6 完成激光对光以及背景扣除后测试，重复测试5次，单次采样时间≥30s。

10.4.7 测试结束后，清洗系统。

10.4.8 填写并提交试验报告，具体参考附录A.5。

* 1. 球形度/球化率试验
		1. 试验装置



1-试样平台；2-物镜；3-目镜；4-数据分析仪

1. 球形度试验装置示意图
	* 1. 试验仪器

a) 天平：感量0.01g，量程0～5kg。

b) 金相显微镜：放大倍数5～2000倍，精度0.2μm。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

根据观察试样所需的放大倍数要求，正确选配物镜和目镜，分别安装在物镜座上和目镜筒内。

使用前，需按JJF 1914-2021的规定对金相显微镜进行校准。

取适量样品均匀分散在载玻片中心处，使颗粒均匀分散。

调节载物台中心与物镜中心对齐。

采用金相显微镜对样品进行观察，调整焦距至视场最清晰。

选取视场中颗粒分散良好的区域，分别取样记录五个视场，每个视场区间颗粒数应在100颗左右，并在计算机上记录该区域图像。

利用图像处理软件分析所记录的图像，分別测定每个颗粒的投影面积和周边长度。

测试结果显示所测颗粒的平均球形度、球化率分布。

填写试验报告，具体参考附录A.6、附录A.7。

* 1. 成分占比测试试验
		1. 试验装置



1-接受探头；2-质谱仪；3-光栅；4-等离子体源；5-进料器；6-射频电源；7-数据分析仪；8-真空泵

1. 成分占比试验装置示意图
	* 1. 测试仪器

a) 天平：感量0.01g，量程0～5kg。

b) 电感耦合等离子体光谱仪：光谱范围165nm～800nm，分辨率为0.01nm～0.1nm。

c) 容量瓶：聚四氟乙烯材质，容量50ml，精度0.1ml。

d) 进料器：0.1～2mL/min，精度±1%。

e) 真空泵：真空度≤10⁻⁶Pa。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

仪器预热稳定30分钟，用ICP光谱仪检定用溶液标准物质对仪器进行标定。

称取适量陶瓷基复合粉体，置于消解罐中，用超纯水润湿表面。

按GB/T 24582-2023的规定对复合粉体酸消溶解，过滤膜去除未溶颗粒。

打开冷却水及真空泵，开启ICP光谱仪，设置试验参数。

通过进料器加载样品，设置5次重复测量。

用2%稀硝酸冲洗进料系统10分钟，再用去离子水冲洗5分钟。

分别记录数据并进行分析。

关闭等离子电源，排空雾室废液后，关闭光谱仪。

填写试验报告，具体参考附录A.8。

* 1. 成分均匀性试验
		1. 试验装置



1-氩气瓶组；2-减压阀；3-流量表；4-压力表；5-调节阀；6-真空系统；7-电子扫描显微镜；8-配电箱；9-数据处理仪

1. 成分占比/成分均匀性试验装置示意图
	* 1. 试验仪器

a) 天平：感量0.01g，量程0～5kg。

b) 电子扫描显微镜：空间分辨率1～3nm。

c) 能谱仪：能量探测范围0～10keV，分辨率120～150ev。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

使用前，需用已知成分的标准样品进行校准测试。

将复合粉体分散在导电胶上，并粘于样品台表面。

将样品台推入检测室，打开真空系统。

设置扫描电镜参数，如加速电压，束流强度，工作距离。

待达到预设真空值后，打开电子枪。

选择合适放大倍数下，随机选择5个颗粒，采集各颗粒的EDS谱图，确定样品的元素组成和分布情况。

测试完成后，关闭电源，取出样品并清洁样品舱，使用无尘布擦拭残留粉末。

填写试验报告，具体参考附录A.9。

* 1. 发射率试验
		1. 试验装置



1-热电偶；2-温度显示仪；3-试样；4-真空泵；5-标准黑体；6-加热台；7-试样；8-数据处理仪

1. 发射率试验装置示意图
	* 1. 试验仪器

a) 热电偶：量程0～1600 ℃，精度1℃。

b) 光谱仪：量程2.5～22μm，精度0.1μm。

c) 真空泵：≤10⁻⁶Pa

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

清洗样品台与样品舱。预热光谱仪30分钟，确保仪器稳定。

将黑体炉温度设置为测试目标温度。

调整光谱仪扫描次数与分辨率等参数并采集黑体辐射光谱作为基准。

称取至少50mg的样品放入研钵进行研磨至粒径均一。

根据需求选择测试波长范围和扫描模式。

将复合粉体置于样品架上，用小刮刀刮平，使得粉体表面平整。

启动测试系统，设定要求设定波长、温度等测试参数。

随机选复合粉体5个不同位置进行扫描，分别采集样品辐射光谱。

试验结束后，关闭仪器电源。

分析光谱数据，填写试验报告，具体参考附录A.10。

* 1. 高温相稳定性试验
		1. 试验装置



1-配电箱；2-X射线衍射仪；3-加热腔室；4-阀门；5-压力表；6-流量计；7-数据分析仪；8-试样平台；9-试样；10-氩气瓶

1. 高温相稳定性试验装置示意图
	* 1. 试验仪器

a) 天平：量程0～5kg，精度0.0001g。

b) X射线衍射仪：$2θ$角度分辨率0.001°～0.01°,精度1%。

c) 加热腔室：量程0～1400°C，精度±1°C。

d) 流量计：量程0.1～10L/min，精度±1%。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

测试前，按JJG 629-2014规定要求对X射线衍射仪校准。

将称取待测粉体均匀铺于加热腔室中，打开气体阀通入惰性气体。

启动加热腔室电源，升温至目标温度。达到目标温度后，保温并记录时间t。

开启X射线衍射仪进行连续XRD扫描。

试验结束后，关闭仪器电源。

通过Jade软件对测得数据进行物相检索分析。

填写试验报告，具体参考附录A.11。

* 1. 高温抗烧结性试验
		1. 试验装置

装置1：高温烧结装置



1-时间控制仪；2-加热体；3-试样；4-试样盒；5-氩气气瓶；6-减压阀；7-压力表；8-流量计；9-加热电源；10-温度显示仪；11-热电偶

1. 高温烧结试验装置示意图

装置2：比重测试装置

 

1-试样；2-比重仪；3-液体介质

1. 比重试验装置示意图
	* 1. 试验仪器

a) 电热烘干箱：量程0～300℃，精度0.1℃。

b) 比重计：量程（0～300）g/cm³，精度0.001g/cm³。

c) 高温烧结炉：量程0～1700℃，精度0.1℃。

d) 压片机：量程0～60t，精度0.01t。

* + 1. 试样要求

应按照GB/T 5314-2011的规定进行取样，对于某些吸水粉体需要干燥处理，如果试样易氧化需要在惰性氛围下进行干燥，干燥后留存备用。

* + 1. 试验步骤

测试前，对比重计、高温烧结炉等仪器进行校准。

取适量粉末采用压片机制备无裂纹、表面光洁的胚体试样。

打开气阀，调整气体流量至指定值，保证炉内处在稀有气氛下。

将热电偶测温装置与数据采集器相连。

启动烧结炉，按照试验温度对试样进行烧结。

待加热炉冷却至室温，取出试样，依次关闭电源，气体阀门。

将样品放入烘箱烘干后，测得样品的质量（m1），精确值0.01g。

将样品放入浸液槽置于抽真空装置中，抽至一定真空度（<10-3Pa）并保持一定时间。

打开比重仪电源，并加入水或煤油液体介质。

将试样置于比重仪器中，称量试样在浸液中的质量(m2),精确至0.01g。

从浸液中取出试样，用潮湿亚麻布上擦去试样表面的浸润液体。

称量在空气中的试样饱和质量(m3),精确至0.01g。

计算出试样的开气孔率以及真气孔率。

填写试验报告，具体参考附录A.12。

1.
2. （资料性）
实验报告格式

|  |
| --- |
| 复合粉体松装密度试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准误差 |
| 松装密度，g/cm3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 松装密度试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体振实密度试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准误差 |
| 振实密度，g/cm3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 振实密度试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体比表面积试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准差 |
| 比表面积，m2/g |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 比表面积试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体流动性试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准差 |
| 平均值 |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 流动性试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体粒径分布试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准误差 |
| D10，μm |  |  |  |  |  |  |  |
| D50，μm |  |  |  |  |  |  |  |
| D90，μm |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 粒径分布试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体球形度试验报告 |
| 试验日期 |  | 材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均数 | 标准差 |
| 视场1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 视场2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 视场3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 视场4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 视场5 |  |  |  |  |  |  |  |
| 平均值 |  |  |  |  |  |  |  |
| 标准误差 |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 球形度试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体球化率试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均数 | 标准差 |
| 视场1，% |  |  |  |  |  |  |  |
| 视场2，% |  |  |  |  |  |  |  |
| 视场3，% |  |  |  |  |  |  |  |
| 视场4，% |  |  |  |  |  |  |  |
| 视场5，% |  |  |  |  |  |  |  |
| 平均值 |  |  |  |  |  |  |  |
| 标准偏差 |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |
| 备注：（长径/短径≤1.2的复合粉体颗粒视为球形颗粒） |

* 1. 球化率试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体成分占比试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准差 |
| 元素种类 |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 成分占比试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体成分均匀性试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准差 |
| 颗粒1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 颗粒2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 颗粒3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 颗粒4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 颗粒5 |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |
| 备注：RSD≤5%：均匀性优；5%<RSD≤10%：均匀性良；RSD>10%：均匀性差 |

* 1. 成分均匀性试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体发射率试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准差 |
| 3-5 μm平均值 |  |  |  |  |  |  |  |
| 8-14 μm平均值 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3-14 μm平均值 |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 发射率试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体高温相稳定性试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  |
| 试验次数温度区间 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准差 |
| 200℃ |  |  |  |  |  |  |  |
| 400℃ |  |  |  |  |  |  |  |
| 600℃ |  |  |  |  |  |  |  |
| 800℃ |  |  |  |  |  |  |  |
| 1000℃ |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 高温相稳定性试验报告形式

|  |
| --- |
| 复合粉体高温抗烧结性试验报告 |
| 试验日期 |  | 复合粉体材料 |  | 液体介质 |  |
| 试验次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 平均值 | 标准差 |
| 显气孔率，% |  |  |  |  |  |  |  |
| 体积密度，g/cm3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 真气孔率，% |  |  |  |  |  |  |  |
| 编写 |  | 校对 |  | 批准 |  |

* 1. 高温抗烧结性试验报告形式

