

超细 OAK 木炭及竹炭粉粒度测定方法的研究*

吴 垠 李凤生 白华萍 姜 炜

(南京理工大学国家特种超细粉体工程技术研究中心,南京 210094)

摘要 采用激光粒度分析法测定超细 OAK 木炭及竹炭粉粒度,探讨了分散剂种类、分散时间、搅拌速度、超声时间等因素对超细 OAK 木炭及竹炭粉粒度的影响。结果表明:以六偏磷酸钠为分散剂时分散效果最佳,其用量为 0.06g/(100ml OAK 木炭及竹炭粉乳液);在测定时选择循环搅拌泵速为 2200~2400r/min 较好;超声时间为 200s 左右时,可达到最佳分散效果。

关键词 超细 OAK 木炭及竹炭粉 粒度 激光粒度分析法

中图分类号:TQ637 文献标识码:A

Research on Particle Size Distribution of Superfine Powder of OAK Charkcoal

WU Yin LI Fengsheng BAI Huaping JIANG Wei

(National Special Superfine Powder Engineering Research Center, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing 210094)

Abstract Study on the measurement of the particle-size distribution of superfine powder of oak charkcoal is conducted by using the laser diffraction size analytical method. In the process of the measurement, the factors such as the dispersant category, the dispersant time, the pump-speed and the ultrasonic time which influence the result of the measurement are considered. The experiment results show that the best disperse condition is: sodium hexametaphosphate as dispersant 0.06 g/(100ml solution of powder of oak charkcoal); the pump-speed 2200~2400 r/min; the ultrasonic time 200s.

Key words superfine oak charkcoal, particle size, laser diffraction

0 引言

超细 OAK 木炭及竹炭粉由于其优良的抗菌、防腐特性而在建筑行业、涂料工业和轻工、日化等行业都有广泛用途^[1]。OAK 木炭及竹炭粉的粒度大小对其使用效果有很大影响。OAK 木炭及竹炭粉的粒度较小,则团聚严重,使粒度准确测量十分困难,因此超细 OAK 木炭及竹炭粉的粒度测定显得尤为重要。目前国内外有关粒度测定的仪器设备种类较多,所采用的测定原理、测定范围和误差也较大^[2]。本文采用的超细 OAK 木炭及竹炭粉是由国家特种超细粉体工程技术研究中心加工的,根据超细化后的 OAK 木炭及竹炭粉粒度范围和形貌特征选择激光粒度分析法进行测定。激光粒度分析法测定粒度分布的原理是夫朗和费衍射、米氏散射原理^[3]。激光通过颗粒时发生衍射,其衍射光的角度与颗粒的粒径相关,颗粒越大,衍射光的角度越小。不同粒径的粒子所衍射的光会落在不同的位置,因此,通过衍射光的位置可反映出粒径大小,然后根据米氏理论计算出粒子的粒度分布^[4]。

在超细 OAK 木炭及竹炭粉的粒度测定过程中,颗粒会发生团聚现象,形成的团聚体使得测定结果反映的是颗粒的团聚体粒径大小而不是颗粒的原始粒径大小,因此对超细 OAK 木炭及竹炭粉进行测定时必须进行分散处理^[5]。为保证颗粒能稳定分散,要求考察分散剂、搅拌速度、超声时间等分散方法,缺少

任何一种分散方法都会造成分散体系不稳定或重现性差^[6]。本文采用添加分散剂和超声搅拌的分散处理方法,通过考察分散剂种类、分散剂用量、搅拌速度、超声时间等因素,得出测定 OAK 木炭及竹炭粉粒度的最佳分散条件。

1 实验部分

1.1 试剂及仪器

试剂:六偏磷酸钠(浙江省台州医药站, A. R.);十二烷基苯磺酸钠(上海化学试剂公司, A. R.);吐温 80(上海第十八制药厂, A. R.);OAK 木炭及竹炭粉(上海海诺炭业有限公司, A. R.)。

仪器: MALVERN MASTERSIZER MICROPLUS 激光粒度测试仪(英国 MALVERN 公司);JY92-II 超声波细胞粉碎机(宁波新芝科器研究所);金相显微镜(Nikon 公司)。

1.2 实验步骤

称取多份 3g 超细 OAK 木炭及竹炭粉加入 100ml 蒸馏水中,配成乳液;将六偏磷酸钠、十二烷基苯磺酸钠、吐温 80 分别配成 0.04g/ml 的溶液。分别取不同种类、不同量的分散剂溶液加入到 OAK 木炭及竹炭粉乳液中,超声分散不同时间;超声完毕后,采用马尔文激光粒度分析仪对分散处理后的超细 OAK 木炭及竹炭粉乳液进行粒度分析,测定分析仪中不同搅拌泵速时超细 OAK 木炭及竹炭粉乳液的粒度大小及分布。

* 江苏省自然科学基金资助项目(BK2003421)

吴垠:女,1981年生,硕士研究生 Tel:025-84311248 E-mail:wuyin2003@yahoo.com.cn

2 结果讨论

2.1 分散剂的选择

分散剂的种类对超细粉体在分散体系中的分散性和稳定性都有影响。采用3种不同的表面活性剂作分散剂^[7],在超声时间、分散剂用量、循环搅拌泵速不变的条件下,对同一超细 OAK 木炭及竹炭粉进行粒度测定,测定结果如图 1 和表 1 所示。

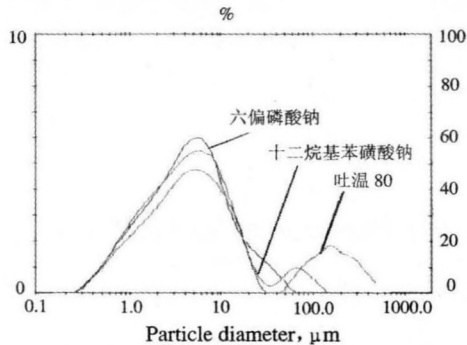


图 1 不同分散剂条件下 OAK 木炭及竹炭粉粒度分布图

从图 1 可见,十二烷基苯磺酸钠和吐温 80 都有双峰,表明这两种分散剂的分散效果不好,都有团聚体存在,粒径大于 50 μm。

表 1 不同分散剂条件下 OAK 木炭及竹炭粉粒度数据结果

分散剂	D ₅₀ , μm	D ₉₀ , μm	D[4,3], μm
六偏磷酸钠	4.41	16.26	7.09
十二烷基苯磺酸钠	4.45	17.08	9.51
吐温 80	5.61	150.33	39.16

注: D₅₀为中位粒径, D[4,3]为体积平均粒径。

从表 1 中可见,分散效果:六偏磷酸钠>十二烷基苯磺酸钠>吐温 80。分析其原因可能是六偏磷酸钠是无机电解质,与超细 OAK 木炭及竹炭粉颗粒结合,使得其颗粒表面电荷增加,并使超细 OAK 木炭及竹炭粉颗粒间静电排斥作用增强,提高了超细 OAK 木炭及竹炭粉颗粒的分散稳定性,从而使 OAK 木炭及竹炭粉以单个颗粒形式均匀地存在于分散体系中^[8]。

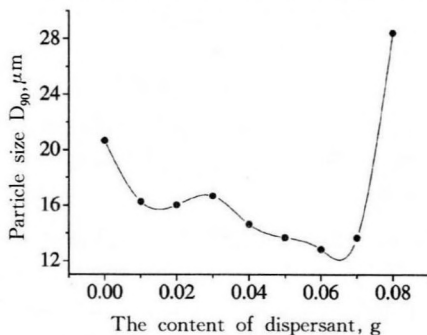


图 2 分散剂用量对 OAK 木炭及竹炭粉粒度的影响

2.2 分散剂的用量

分散剂用量的不同对 OAK 木炭及竹炭粉颗粒的分散程度也有影响,并直接体现在粒度结果的测定中。图 2 是六偏磷酸钠用量与超细 OAK 木炭及竹炭粉 D₉₀之间的关系图。

由图 2 可见,当六偏磷酸钠用量为 0.06g/(100mlOAK 木炭及竹炭粉乳液)左右时,分散体系的分散性最好。颗粒在分散体系中作布朗运动,相互之间有范德华力的吸引,产生团聚体。当分散剂与颗粒结合产生的静电排斥力大于范德华力时,颗粒不发生团聚;当分散剂用量过少时,静电排斥力小于范德华力,颗粒就会发生团聚^[9]。所以加入适量的分散剂才能达到分散效果。

2.3 搅拌泵速

搅拌泵速的大小决定外力对团聚体的物理分散程度。加入 0.06g/(100mlOAK 木炭及竹炭粉乳液)六偏磷酸钠分散剂,在不同泵速下测定 OAK 木炭及竹炭粉粒度,结果如表 2 所示。

表 2 搅拌泵速对 OAK 木炭及竹炭粉粒度的影响

搅拌泵速, r/min	D ₅₀ , μm	D ₉₀ , μm	D[4,3], μm
1500	8.89	188.56	54.78
2000	4.60	15.74	7.01
2200	4.36	13.27	6.01
2300	4.30	13.85	6.16
2400	4.32	13.65	6.10
2500	4.43	14.40	6.44
2800	4.51	15.00	6.87

从表 2 可以看出,不同的搅拌泵速对 OAK 木炭及竹炭粉颗粒在体系中的分散程度有影响。搅拌泵速为 1500r/min 时,转速过低,机械力过小,不足以打散团聚体,测定结果不能反映 OAK 木炭及竹炭粉的真实粒度;搅拌泵速为 2800r/min 时,转速过高,产生细小气泡,在激光测定时气泡会被误认为是 OAK 木炭及竹炭粉颗粒而影响测定结果。所以选择 2200~2400r/min 为较佳转速。

2.4 超声时间

在测定超细 OAK 木炭及竹炭粉前,需要对其进行预超声分散处理,超声时间对分散程度有一定的影响,测定结果如图 3 所示。从图 3 可以看出,随着超声时间的延长,超细 OAK 木炭及竹炭粉颗粒分散变好,在超声时间为 200s 左右时超声分散效果显著。超声时间过长,则会导致分散体系温度升高,布朗运动剧烈,使超细 OAK 木炭及竹炭粉颗粒团聚机会加大^[10],分散效果变差。

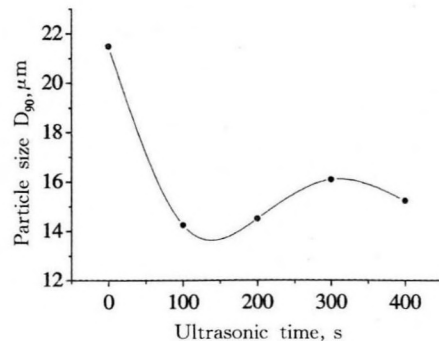


图 3 超声时间对 OAK 木炭及竹炭粉粒度的影响

2.5 显微镜照片

图 4 是放大 500 倍的显微镜照片。由图 4 可见,测定的木

炭粉的粒度分布结果和显微镜观察结果基本相符,粒度范围在 $10\mu\text{m}$ 左右,这也说明采用上述分散方法可以较准确地反映超细木炭粉的真实粒度分布。

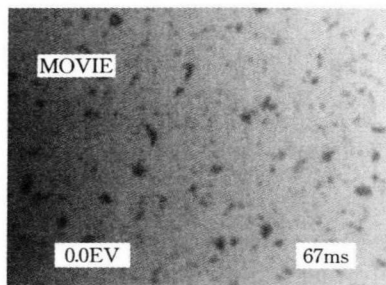


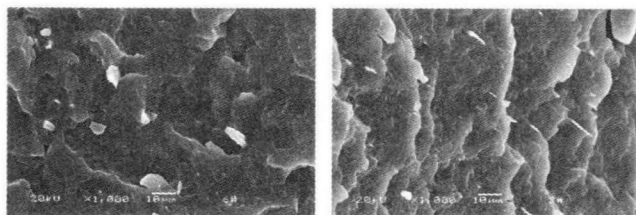
图4 OAK木炭及竹炭粉分散处理后显微镜照片

3 结论

在测定 OAK 木炭及竹炭粉粒度时,六偏磷酸钠用量为 $0.06\text{g}/(100\text{ml OAK 木炭及竹炭粉乳液})$,循环搅拌泵速为 $2200\sim 2400\text{r}/\text{min}$,超声时间为 200s 左右可达到最佳分散效果,得到较好的超细 OAK 木炭及竹炭粉乳液。按以上条件测定 OAK 木炭及竹炭粉粒度,能较准确地反映超细 OAK 木炭及竹炭粉的真实粒度分布。

(上接第 118 页)

图 5(b) 为经过改性处理、氧化锌晶须分散在 PP-R 树脂中放大 1000 倍后的电镜照片,从中可看出,经偶联剂处理的氧化锌晶须与树脂的界面粘接紧密,分散相粒子尺寸减小及分布性提高,使大量细小的粒子粘附并镶嵌在树脂基体中,晶须在树脂中的镶嵌保证了晶须对 PP-R 树脂的增强增韧作用。



a. unmodified b. modified

图5 添加晶须后 PP-R 材料断面的扫描图片

Fig 5 SEM imagines of fracture surface of PP-R composites

4 结论

(1) 利用 KH560 偶联剂可以改变氧化锌晶须的表面性能,提高其在高分子树脂中的分散性,改性剂的适宜用量为 0.5% 。

(2) 改性后的晶须可极大地提高 PP-R 的各项性能,其热变

参考文献

- 1 李凤生. 超细粉体技术. 北京:国防工业出版社,2000. 132
- 2 彭人勇,陈庆春,王延吉,等. 影响粉体粒度测定准确性研究. 中国粉体技术,2000,10(6):196
- 3 黄惠忠. 纳米材料分析. 北京:化学工业出版社,2003. 156
- 4 田英姿,陈克复,张恒. Malvern 粒度仪的使用和测试分析. 中国造纸,2003,22(12):33
- 5 柯扬船. 聚合物-无机纳米复合材料. 北京:化学工业出版社,2003. 56
- 6 张炳花,唐太平. 马尔文激光粒度分析技术及其在石化行业中的应用优势. 现代科学仪器,2000,2:68
- 7 马尔文仪器有限公司. 激光粒度分析仪操作手册. 北京:马尔文仪器有限公司,1998. 43
- 8 毋伟,陈建峰,卢寿慈. 超细粉体表面修饰. 北京:化学工业出版社,2004. 203
- 9 卢寿慈,翁达. 界面分选原理及应用. 北京:冶金工业出版社,1992. 23
- 10 Chih-hung Yeh, Min-Hsiun. Dispersion and stabilization of aqueous TiC suspension. Ceramics Int, 1995,21:65

(责任编辑 周真真)

形温度可提高 20°C 以上,断裂伸长率提高 1 倍以上,改性晶须的添加量为 $2\%\sim 4\%$ 。

(3) SEM 显示改性后的晶须均匀地嵌布在树脂基体中,从而起到了增强增韧和提高耐热性的目的。

参考文献

- 1 付世亮. 纳米材料改性普通聚丙烯(PP)树脂制作专业给水管的研究[J]. 西南师范大学学报(自然科学版), 2001,26(3):355
- 2 贾巧英,马晓燕,梁国正,等. 晶须及其在材料中的应用[J]. 高分子通报,2002,(6):71
- 3 马传国,容敏智,章明秋. 纳米碳酸钙表面处理及其对等规聚丙烯结晶行为的影响[J]. 高分子学报, 2003,(3):381
- 4 熊传溪,刘起虹,王雁冰,等. 改性纳米 $\text{CaCO}_3/\text{HDPE}$ 复合材料性能的研究[J]. 武汉理工大学学报,2002,24(7):4
- 5 Nakamura, Fukuoka, Iida. Tensile test of CaCO_3 -filled PVC [J]. J Appli Polym Sci,1998,70:311
- 6 Zoltan Demjen, Bela Pukanszky. Effect of surface coverage of silane treated CaCO_3 on the tensile properties of polypropylene composites [J]. Polymer Composites,1997,18(6):741

(责任编辑 张 敏)