

激光粒度仪测定近纳米氢氧化铝 粒径的研究

刘亚青, 刘玉敏, 胡永琪

(河北科技大学化学与制药工程学院, 河北 石家庄 050000)

摘要:以六偏磷酸钠和十二烷基苯磺酸钠为分散剂, 利用激光粒度仪对自制近纳米氢氧化铝进行粒径分析。考察了分散体系、氢氧化铝溶液浓度、超声分散时间等因素对近纳米氢氧化铝粒径测定的影响, 并与电镜所测的近纳米氢氧化铝粒径作比较, 确定了近纳米氢氧化铝粒径的最佳测定条件。

关键词:近纳米氢氧化铝; 激光粒度仪; 粒径

中图分类号: TQ133.1

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2015)03-0175-03

Measurement of particle size of near-nano Al(OH)₃ with laser particle size analyzer

LIU Ya-qing, LIU Yu-min, HU Yong-qi

(College of Chemistry and Pharmaceutical Engineering, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang 050018, China)

Abstract: The particle size of near-nano Al(OH)₃ is measured by laser particle size analyser, using sodium hexametaphosphate (Na₆(PO₄)₆) and Sodium dodecylbenzene sulfonate (C₁₈H₂₉NaO₃S) as the dispersants. The influence of type of dispersants, ultrasonic dispersing time and concentration of dispersants on measurement of near-nano Al(OH)₃ particle size are examined. The optimum determination conditions are also determined.

Key words: near-nano Al(OH)₃; laser particle analyzer; particle size

纳米氧化铝由于具有独特的电、磁、光、声等方面的特性而被广泛应用于化学、医药、催化剂、橡胶、塑料、造纸、填充剂、颜料等各个领域。氢氧化铝是生产氧化铝的中间产品, 其粒度大小和分布情况对氧化铝产品性能影响较大, 因此对氢氧化铝粒度的控制和测量十分必要。颗粒粒度的测量方法有筛分法、显微镜法、沉降法、电感应法、光散射法等, 而能够对纳米颗粒进行测量的方法仅有电子显微镜、扫描探针显微镜和动态光散射方法^[1]。其中, 光散射法以其显著的特点在颗粒测量领域占据主要地位。

激光粒度仪是一种利用光散射法对纳米粒子进行快速、准确、非接触测量的仪器。其中散射光的强度和空间分布与被测粒子的大小和浓度有关。因此, 配制合适浓度的溶液, 确保粉体能均匀分散在分散介质中, 并使离子不团聚是准确测定样品粒度的重要前提^[2-3]。王太军等^[4]采用激光粒度仪快速准确地测定了微米级别的氢氧化铝粒径。宋波等利用激光粒度仪对纳米碳酸镁铝粒径进行测量, 通过考察分散剂种类和超声时间等因素, 并对测量结果与

电镜照片进行对比, 得到了较佳的测量条件^[5]。笔者利用马尔文激光粒度仪着重从分散体系、超声时间、样品浓度等方面对氢氧化铝进行粒度分析, 并与电镜分析照片进行比照, 找出最佳测试条件。

1 实验部分

1.1 实验仪器及试剂

仪器:激光粒度分析仪, Zetasizer Nano S90 型, 英国马尔文公司生产; 扫描电子显微镜, S-4800-I 型, 日本 HITACHI 公司生产; 超声波发生器, DL-180A 超声波清洗器, 上海之信仪器有限公司生产。

原料与试剂:氢氧化铝(自制); 无水乙醇, 分析纯, 天津市永大化学试剂有限公司; 六偏磷酸钠, 分析纯, 天津市永大化学试剂开发中心生产; 十二烷基苯磺酸钠, 化学纯, 天津市博迪化工有限公司生产。

1.2 实验方法

在同样条件下用蒸馏水配制成的不同的分散体系于 100 mL 烧杯中, 称取不同质量的氢氧化铝加入分散体系中。将烧杯放入超声分散器中, 超声分散不同时间, 静置不同时间, 吸取上层液体加入样品池

中, 25℃ 测定其粒径分布。

2 结果与讨论

2.1 近纳米氢氧化铝的扫描电镜结果

近纳米氢氧化铝样品扫描电镜图如图 1 所示。

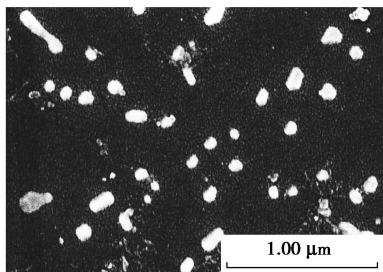


图 1 经分散的近纳米氢氧化铝的 TEM

由图 1 可知, 近纳米氢氧化铝样品平均粒径在 150 nm 左右。

2.2 不做任何分散的近纳米氢氧化铝粒径的测量

将 0.2 g 氢氧化铝样品放入 100 mL 烧杯中, 加蒸馏水稀释, 用激光粒度分析仪测试粒径, 结果 r 为 225 nm, 即平均粒径为 550 nm, 如图 2 所示。

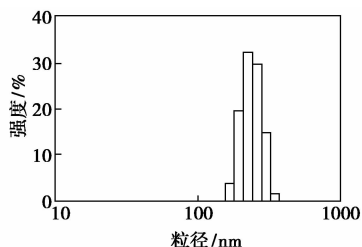


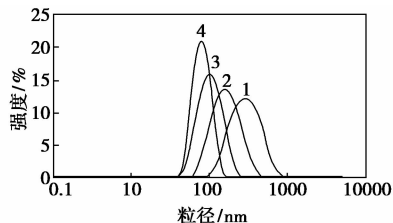
图 2 未经分散的氢氧化铝粒径分析

图 2 与图 1 相比, 未经分散的氢氧化铝经激光粒度仪所测结果偏离真值, 这是由于颗粒未经分散团聚在一起, 所以粒径明显偏大。

2.3 分散体系的选择

氢氧化铝粉体在水中很容易发生团聚, 使得样品分散过程变得较为复杂, 增加了测试难度。加入分散剂的目的是为了破坏溶液的表面张力, 从而减弱颗粒间的相互作用, 所以选取合适的分散剂对测量结果至关重要。六偏磷酸钠是一种常用的粉体分散剂, 杜煜^[6]采用此分散剂得到了测试超细氢氧化铝粒度的合理的分散条件。张天壤等^[7]采用此分散剂考察了 3 种分散条件, 得出在去离子水和乙醇混合溶液中测试条件最佳。梁磊等^[8]对纳米氢氧化铝分散介质进行筛选, 得出较好分散效果的分散剂为十二烷基苯磺酸钠、OP 润湿剂 + 聚电解质 2、阴离子聚电解质及阳离子表面活性剂。

根据以上实验结果, 笔者分别将氢氧化铝粉末 0.02 g 加入六偏磷酸钠 + 水、六偏磷酸钠 + 乙醇 + 水和六偏磷酸钠 + 十二烷基苯磺酸钠 + 水 3 种体系中进行实验。将 0.02 g 氢氧化铝粉末放入 100 mL 烧杯中, 溶于不同体系, 并加入蒸馏水至 50 mL, 超声 12 min, 并与纯水体系结果进行比较, 得到粒径分布曲线, 结果如图 3 所示。



1—水; 2—六偏磷酸钠 + 水; 3—六偏磷酸钠 + 乙醇 + 水;
4—六偏磷酸钠 + 十二烷基苯磺酸钠 + 水

图 3 不同分散介质条件下氢氧化铝的粒径分布

由图 3 可知, 采用六偏磷酸钠 + 十二烷基苯磺酸钠 + 水体系分散所测的粒度分布较窄且平均粒径与电镜结果相近, 所以此体系的分散效果最好。十二烷基苯磺酸钠是阴离子表面活性剂, 其吸附在氢氧化铝固体表面, 使氢氧化铝颗粒带有相同的负电荷, 互相排斥, 从而促进了氢氧化铝颗粒在液体中的分散。六偏磷酸钠对于氢氧化铝粉末润湿性能好、渗透性高、分散速度快、悬浮均匀。六偏磷酸钠和十二烷基苯磺酸钠共同作用完成氢氧化铝分散的 3 个步骤(润湿、分散、稳定)^[7-9]。

2.4 氢氧化铝质量浓度对粒度测量结果的影响

称取不同质量的氢氧化铝加入 100 mL 烧杯中, 加入 0.02 g/mL 的六偏磷酸钠 5 mL 和 0.002 g/mL 的十二烷基苯磺酸钠 1 mL, 并加入蒸馏水至 50 mL, 超声分散 12 min, 取样并利用激光粒度仪进行分析, 结果如图 4 所示。

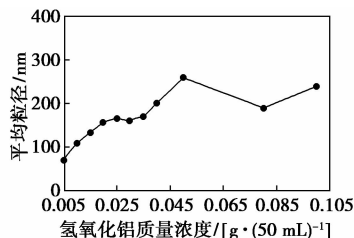


图 4 近纳米氢氧化铝质量浓度对粒度测量结果的影响

由图 4 可知, 所测结果随样品质量浓度的增大而增大。当样品的加入量低于 0.02 g 时, 样品浓度偏低, 颗粒散射光收集不够, 遮光度达不到仪器所要

求的10%~15%范围,所以结果偏小;当样品加入量超过0.03 g时,样品质量浓度过高,使颗粒出现重影而使测量结果不准确;样品加入量在0.02~0.03 g之间时,所测结果趋于平稳;当样品质量浓度选取0.025 g/(50 mL)时,所测的粒径与电镜结果相近。故近纳米氢氧化铝的质量浓度选取为0.025 g/(50 mL)(即0.4 mg/mL)。

2.5 超声时间对粒度测量结果的影响

分别将0.02 g氢氧化铝放入100 mL烧杯中,并加入0.02 g/mL的六偏磷酸钠5 mL和0.002 g/mL的十二烷基苯磺酸钠1 mL,并加入蒸馏水至50 mL,超声分散不同时间,利用激光粒度仪测量其粒径及粒径分布,结果如图5所示。

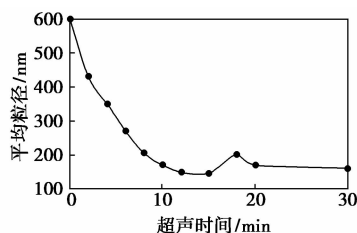


图5 超声分散时间对粒径测量结果的影响

结果表明,在超声分散时间为15 min内,随着超声时间的增长,测得的粒径逐渐减小,在超声12 min后粒径变化不明显,这是由于超声作用将团聚颗粒分散开;当超声时间大于15 min,粒径有增大的趋势,这是由于超声时间过长,导致分散开的颗粒再次碰撞团聚成为大颗粒,所以超声分散时间取12 min。

2.6 静置时间对粒度测量结果的影响

分别将0.02 g氢氧化铝放入100 mL烧杯中,并加入0.02 g/mL的六偏磷酸钠5 mL和0.002 g/mL的十二烷基苯磺酸钠1 mL,并加入蒸馏水至50 mL,超声分散12 min,静置不同时间,利用激光粒度仪测量其粒径及粒径分布,结果如图6所示。

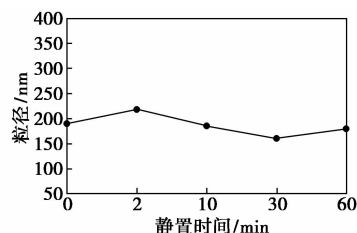


图6 静置时间对粒径测量结果的影响

由图6可知,随静置时间的延长,所测结果差异不大,表明经分散后样品静置时间对所测结果影响较小,所以测试时可以依据方便选取静置时间。

2.7 最佳分散条件下的近纳米氢氧化铝粒径测定结果

在50 mL蒸馏水中加入0.02 g近纳米氢氧化铝,滴加0.02 g/mL的六偏磷酸钠5 mL和0.002 g/mL的十二烷基苯磺酸钠1 mL,超声分散时间为12 min,测得的近纳米氢氧化铝粒径及粒径分布如表1所示。

表1 最佳分散条件下的近纳米氢氧化铝的粒径

粒径/nm	45.64	52.82	61.21	70.89	82.09
强度/%	1.9	7.4	14.4	19.6	20.9
粒径/nm	95.07	110.1	127.5	147.7	
强度/%	17.8	11.8	5.3	1.1	

由表1可知,最佳分散条件下所测得的近纳米氢氧化铝的平均粒径为166 nm(r 为83 nm),粒径分布较窄,并且与图1电镜照片所测的结果相近。

3 结语

分散体系和分散条件对于近纳米氢氧化铝的测量结果有较大的影响,筛选最佳分散体系和分散条件至关重要。测定近纳米氢氧化铝粒径的分散体系为六偏磷酸钠+十二烷基苯磺酸钠+水,最佳分散和测定条件为:50 mL蒸馏水中加入0.02 g近纳米氢氧化铝,滴加0.02 g/mL的六偏磷酸钠5 mL和0.002 g/mL的十二烷基苯磺酸钠1 mL,超声分散12 min。

参考文献

- [1] 王刚. 用于近纳米颗粒粒度测量的模拟探测动态光散射技术研究[D]. 长春:吉林大学,2006.
- [2] 赵青秀,李雅宁. 激光粒度分析仪及其应用刍议[J]. 生命科学仪器,2010,(1):51-53.
- [3] Kippaxp. Appraisal of the laser diffraction particle-sizing technique [J]. Pharmaceutical Technology,2005,29(3):88-96.
- [4] 王太军. 激光粒度仪在测定氢氧化铝粒度分布中的应用[J]. 世界有色金属,2002,11:35-39.
- [5] 宋波,张天壤,李峥,等. 用激光粒度仪测定近纳米碳酸镁铝粉体粒度[J]. 无机盐工业,2012,05:53-54+58.
- [6] 杜煜. 激光衍射法测定超细氢氧化铝粒度中分散条件的控制[J]. 理化检验(物理分册),2013,01:46-49.
- [7] 张天壤,张雪梅,于海斌. 激光粒度仪测定超细氧化铝粉体粒度的研究[J]. 无机盐工业,2009,02:30-32.
- [8] 梁磊,郭奋,曹亚鹏. 纳米氢氧化铝的分散与水悬浮液流变研究[J]. 北京化工大学学报:自然科学版,2006,05:1-5.
- [9] 顾志明,姬广斌,李凤生. 超细无机粉体的水中分散研究综述[J]. 南京理工大学学报,1999,05:470-473. ■