

应用报告

应用报告编号: AR281
行业: 建筑, 塑料, 纸
作者: Jeremy Teuber, Dr. Daniel Frese
日期: 12/2016



Force Tensiometer – K100



关键词: 沉降, 沉淀物, 碳酸钙, 填料, 微粒, Washburn 方法

快速轻松地表征填料的粒径

用张力仪测量碳酸钙粉末的沉降

良好分散的无机填料通常用于优化材料的力学和物理性能。除了可以通过 Washburn 测量来研究此类颗粒的润湿行为外，它们的大小分布在最终产品的质量中也起着重要的作用。在这里所述的情况下，使用 Washburn 测量，我们的一位客户无法确定各种碳酸钙样品之间的细微差异，这可能解释了粉末在生产过程中的不同行为。在我们的应用实验室中，我们对这些批次的粉末在异丙醇中的沉降进行了测量，并观察了它们在沉降行为方面的差异。

基于一个简单的模型，我们已经能够从测得的图中得出与样品中粒径分布有关的结论，并且同时可以区分单分散和多分散样品。因此，沉降测量使颗粒形态得以快速、轻松地进行研究，并且除了使用一台相同的测量仪器，即力学张力仪- K100 进行润湿分析外，还可以进行颗粒形态测量。



背景

填料的质量控制

无机颗粒的大小从纳米到微米不等，用作建筑结构，造纸，粘合剂和涂料中的聚合物和功能材料的填充材料。

它们有助于改善和控制产品的机械和流变性能，并降低材料成本。

关于填料的分散性和最终产品质量，必须特别强调粉末的两个特征：首先，其被本体基质润湿的能力；其次，颗粒的尺寸和形态。品质的缺失导致颗粒的不均匀分布，并因此导致负面的产品性能，例如，降低的抗冲击性[1]。

与填充材料颗粒的表面自由能有关的润湿行为可以通过用于粉末样品的 Washburn 方法来确定[2]。我们的客户使

用此方法对此处讨论的粉末样品进行了初步研究。但是，由于用 Washburn 方法测得的接触角仅取决于粉末的表面自由能，而不取决于其孔隙率，化学上相同的样品的结果与预期相同。因此可以确定，粉末在生产过程中不同行为必定是由于粒度引起的。

精确研究颗粒结构的实验方法，例如电子显微镜通常很费力。相比之下，我们展示了如何通过测量沉降行为为仅需一点点工作就可以区分不同的颗粒样品。一个主要优势是实验设备准备，与 Washburn 测量非常相似。这使得粉末的润湿性和沉降行为可以彼此独立地进行测量，但又可以使用同一台测量仪器进行。

沉降和粒度

影响沉降的各种力作用于悬浮液中的颗粒。重力由浮力和摩擦分量抵消。在这些力之间建立平衡，以使粒子以恒定速度 v 下沉(斯托克斯定律) [3]:

$$v = \frac{m_p}{f} \left(1 - \frac{\rho_l}{\rho_p} \right) g$$

这里， m_p 是沉降颗粒的质量， f 是取决于颗粒尺寸和形状以及本体介质粘度的摩擦系数， ρ_l 是本体液体的密度， ρ_p 是颗粒的有效密度， g 是重力加速度。

对于不同密度，大小和形状的颗粒，沉降速率会有所不同，并且假设浓度恒定，则与检测到的质量随时间的增加成比例:

$$v \sim \frac{dm}{dt}$$

关于引力常数的归一化会得出沉降系数 S [s 或 Svedberg = 10^{-13} s]，这在技术文献中经常用于描述沉降行为[4]:

$$S = \frac{v}{g}$$

通过这种方式，可以容易地将单分散样品，即具有均匀颗粒形状和尺寸的样品与多分散样品区分开。前者对于质量的增加仅具有恒定的上升速度，而后者可以表现出较宽的分布或几种确定的上升速度。

实验部分

研究了各种碳酸钙粉末 (样品 1-3)。该粉末是疏水的，因而是浮在水的表面上。为此选择异丙醇作为沉降测量的液体。使用异丙醇制备每种粉末样品的 1% 悬浮液。所有测量均在室温下使用我们的力学张力仪- K100 进行实验。借助内置磁力搅拌器搅拌几分钟，可确保颗粒的初始分布均匀。搅拌后立即开始测量。紧接着，将沉降盘 (SH0640) 以软件控制的方式浸入悬浮液中 20 mm 的深

度，并在 600 s 的时间内记录质量的增加 (Fig.1)。

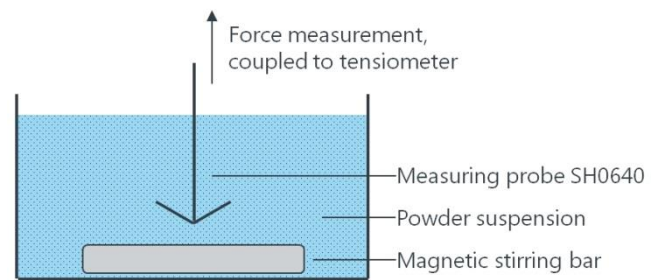


Fig. 1: 使用力学张力仪- K100 进行沉降测量的实验装置示意图

结果

Fig. 2 显示了对每个样品 1-3 进行两次实验时检测到的质量随时间变化的特征。在此可以看出，每个样品的两个图非常相似，即测量沉降行为可以有良好的可重复性。

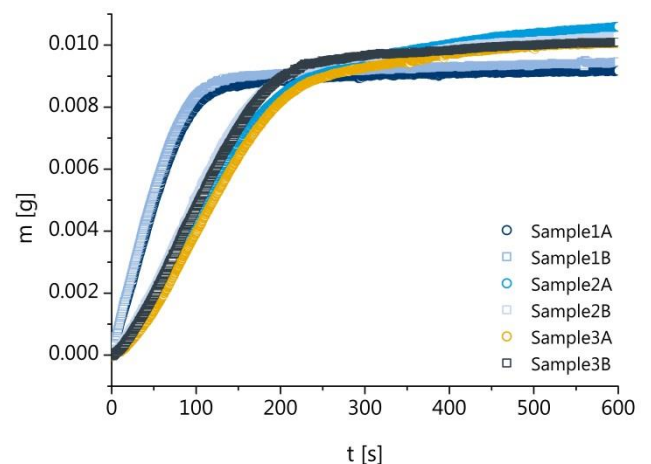


Fig. 2: 对三个样品中的每一个进行两次测量，质量随时间增加的特征

当将这三个样品相互比较时，可以看出样品 1 的质量比样品 2 和样品 3 的质量增加快得多，这由图表显示可得。所有三个样品在 600 s 后的总质量增加几乎没有差异，约为 10 mg。

在三个样品中的每一个样品上进行一次测量时，沉降速率 dm / dt 绘制在 Fig.3 中。图中，样品 1 和其他两个样品之间也可以清楚地看到差异。对于样品 1，在最初的大约 45 s 内有大约 $100 \mu g / s$ 的恒定沉降速率，然后迅速降低到 0 值并完成沉降。因此，该样品中的颗粒是相当小的

尺寸分布紧密的单分散颗粒，其以相同的恒定速率下沉。

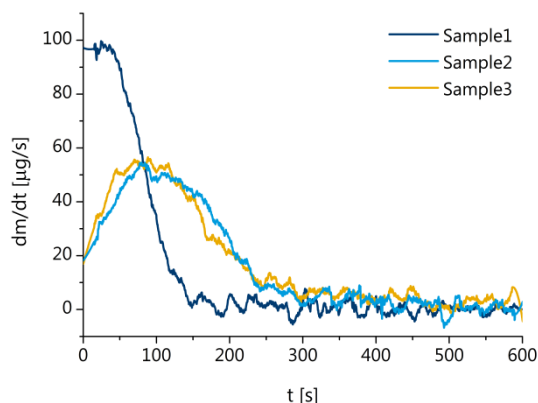


Fig. 3: Fig. 2 中三个 A-样品的沉降速率 dm / dt 与时间的关系曲线

样品 2 和 3 具有不同的特性。图中，在最初的大约 250 s 内可以看到 10 至 60 $\mu\text{g} / \text{s}$ 的沉降速率的广泛分布，这表明具有不同密度，尺寸以及可能形成附聚物的多分散颗粒分布。因此，考虑到填料颗粒在最终产品的基质中的均匀分布，建议使用颗粒样品 1，其中必须确保产品的颗粒足够迅速地发生沉降。

总结

无机微粒和纳米颗粒是油漆，粘合剂，纸张和建筑材料的重要成分。它们作为填充材料的质量在很大程度上取决于此类颗粒的尺寸分布。以碳酸钙粉末为例，并借助力学张力仪- K100 进行沉降测量，我们展示了如何通过很少的实验工作就可以区分大小分布均匀的单分散颗粒和多分散颗粒。对于我们的客户而言，这些测量值是已经进行的 Washburn 测量值的有益补充。因此，结合用于研究此类颗粒润湿行为的 Washburn 方法，K100 提供了广泛的表征可能性。

引用

- [1] W.C.J. Zuiderduin, C. Westzaan, J. Huétink, R.J. Gaymans, Polymer 2003, 44, 261.
- [2] C. Rulison, Krüss Application report AR224, 2001.
- [3] J.C. Berg, An Introduction to Interfaces and Colloids, World Scientific Publishing, Singapore, 2010, p. 387 ff.
- [4] J. Lebowitz, M. S. Lewi s, P. Schuck, Protein Science 2002, 11, 2067.

您可以从以下链接找到更多您感兴趣的应用报告

<https://www.kruss.de/services/education-theory/literature/application-reports/>