

陶瓷分散体的快速稳定性测试方法

By 许媛媛 编辑 [LUM 仪器](#) 5 月 13 日

现代高性能陶瓷，如牙齿或人造骨材料、瓷砖和工业陶瓷通常基于复杂的分散体。分散体的组成和预处理是保持最终产品高质量的必需。分散颗粒沉积行为的评价提供诸如陶瓷的分散性，包括分离稳定性和颗粒相互作用的重要信息。

本文介绍了 **STEP** 技术来评估和量化初始浓度的陶瓷分散体的分散性能。

介绍

德国罗姆分散体分析仪器 (LUMiSizer) 对于任何分层现象，如沉淀、悬浮、固结，可对它们在离心场中速度分布以及粒径分布进行快速表征。通过透光率图谱进行数据化的分析。对比传统的稳定分析试验，常规分析基本都是在恒温恒湿箱中进行几个月的加速试验，或者干脆就静置放几个月乃至一年，这样无法进行判断控制，且肉眼也难以判断微小的变化。

使用 **LUMiSizer** 测试稳定性比用肉眼在自然重力下观察试管的分离过程快 **2300 倍**。只需数分钟或数小时，而不是几个月或几年，就能完成分散体在原始浓度下的快速稳定性排序和货架期预测，获得的结果与正常重力下的结果一致，可以很轻松的检测出不同配方陶瓷分散体的稳定性。

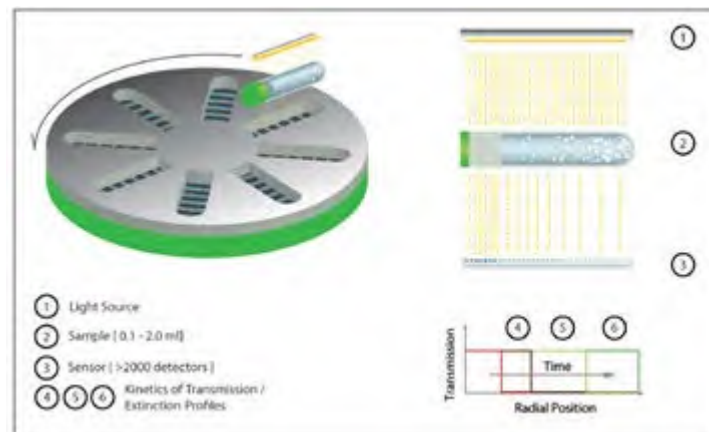


图 1 基于 STEP 技术的 LUMiSizer 稳定性分析仪的测量原理

LUM 仪器的核心是应用尖端的 **STEP 技术(Space-and Time-resolved Extinction Profiles 空间，时间消光图谱)**。它是目前唯一可以对整个样品从上到下同时观测

及分析的技术。您可以对悬浊液，乳浊液等分散体系作全面的稳定性分析及了解而不会遗漏任何信息。离心式“分散体系分析仪” **LUMiSizer** 可使分散体系的分离加速，**LUMiSizer** 可同时离心测试 **12 个** 样品，根据客户需求可调温度范围 **4°C-60°C**，最高浓度可达 **90%**，观察和了解从顶端到底部的整个分离时间内样品的透光率变化过程。



图 2 LUMiSizer 稳定性分析仪

应用案例：高岭土分散体系稳定性分析

高岭土的处理和应用中，通常使用分散剂，所以沉淀行为的评估是非常重要的。

所研究的高岭土的密度为 2.6g/cm^3 。化学成分（质量百分比）：50.3% SiO_2 ，49.0% Al_2O_3 ，0.1% TiO_2 ，0.1% Na_2O ，0.1% CaO ，0.4% MgO 。高岭土粉末用去离子水分散的并静止 90 分钟。然后含 10-50% m/m 高岭土的分散液用双叶螺旋桨搅拌器在 2000 转/分下混合 30 分钟。

43 分钟以上的离心过程，得到了 10% m/m 高岭土分散体的透光率图（图 3），也即从顶端到底部的整个分离时间内样品的透光率变化过程。其中，纵坐标是透光率曲线，横坐标是距旋转中心的距离。曲线从第一条的红色曲线到最后一条的绿色曲线进行过渡。

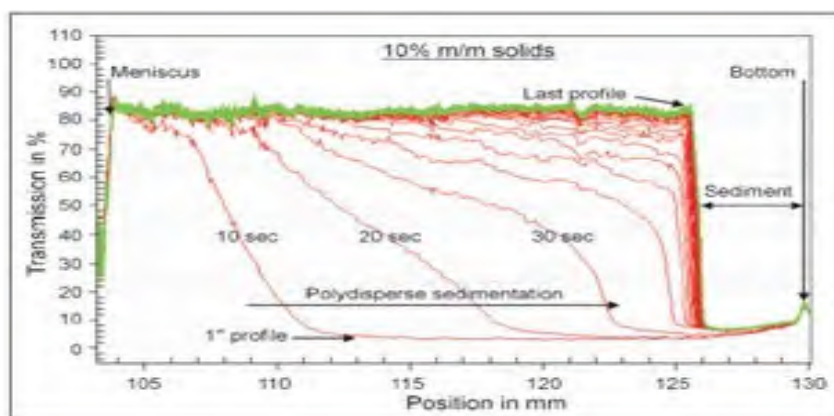


图 3 2300g 下 10% m/m 高岭土分散体的透光率图

（红色:第一条曲线，绿色:最后一条曲线）

由图可知，当固含量为 10% 时，颗粒聚集体有足够的空间单独沉降。在分离开始时，没有观察到明显的沉降峰，这表明所有颗粒都以相同的速度运动。之后，颗粒聚集体根据尺寸的不同以不同的速度移动，即观察到多分散沉降（sol）。当透光率图谱显示界面向底部迁移时，表明快速和完全沉积。离心 10s 后，界面上清液分散相已经移动 5mm。60s 后，大部分固体颗粒已经到达样品管底部，此时底部透过率很低。沉积物形成后，会逐渐压实，这是絮凝颗粒的特征。

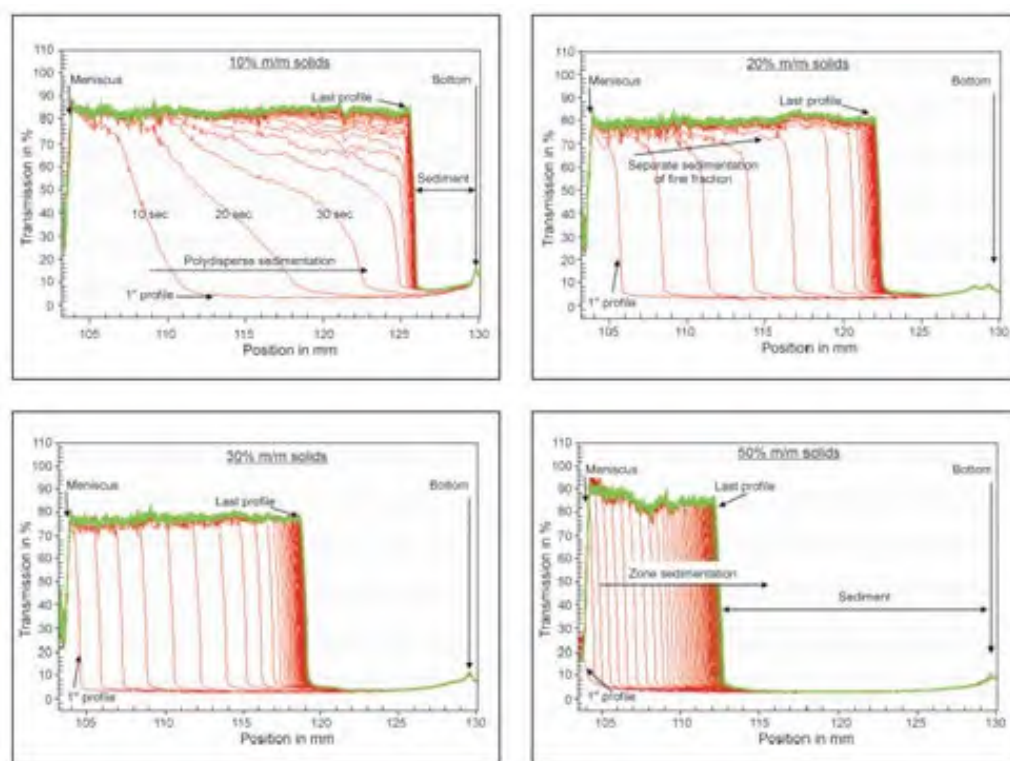


图 4 不同固含量（10-50%）对分离行为的影响（4000rpm 或 2300g）

图 4 比较了不同固含量高岭土的分选过程。当固含量 $\geq 20\%$ 时，分离的特点是沉降颗粒的明显界面，所有颗粒以相同的速度运动（区域沉降），曲线之间的距离变窄，因为分散相（沉降层）的进一步压实阻力越来越大。沉降的絮凝网络（凝胶）内的颗粒浓度也增加。当固含量为 20%时，除了絮凝网络的分离外，还注意到细颗粒的分离沉降（在明显沉降界面后的透光率逐渐增加），也就是说，细颗粒不是与絮凝网络紧密结合。固含量越低，透光率曲线间的距离越大，说明颗粒的沉积速度越大。

使用分析工具“不稳定性指数”，可以很容易地对样品的分离程度和动力学进行比较和量化。图 5 显示在 2300g 下测得的不同固含量的高岭土的不稳定性指数。

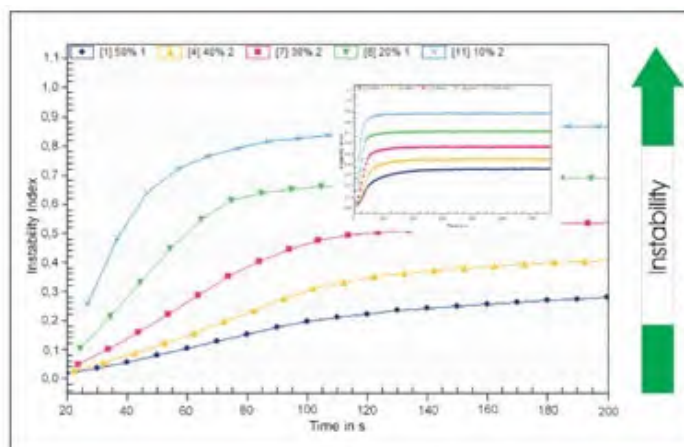


图 5 10-50% m/m 固含量的高岭土分散体的不稳定性指数

表 1 是不同固含量的高岭土的不稳定性指数和测试时间。“界面跟踪”模式用于确定分离速度。沉降界面（在上清液和分散相之间）的迁移被追踪。表 2 比较不同固含量高岭土的初始沉降率和最终绝对沉降高度。

Concentration	10 % m/m	20 % m/m	30 % m/m	40 % m/m	50 % m/m
200 s	0,87	0,69	0,53	0,40	0,28
43 min	0,88	0,71	0,56	0,45	0,35

表 1 不同固含量的高岭土的不稳定性指数和测试时间

Concentration	10 % m/m	20 % m/m	30 % m/m	40 % m/m	50 % m/m
Settling rate [mm/h]	1889 ± 286	899 ± 57	537 ± 11	322 ± 8	183 ± 5
Sediment height [mm]	3,8 ± 0,1	7,3 ± 0,1	10,6 ± 0,1	13,2 ± 0,1	17,0 ± 0,1

表 2 前 100 秒的沉降速率和不同固体的最终沉积高度

结论

LUMiSizer 稳定性分析仪采用 STEP 技术，可用于不同固含量陶瓷分散体的加速分析。仪器可快速有效地研究分散体的分离稳定性、颗粒相互作用和粒径分布。LUMiSizer 能将最多 12 个样品同时置于各种温度和转速之下，设定一个输出实时图像的时间间隔，将所有的图像汇集在一个坐标图中，可以快速直观的分析稳定性数据。符合稳定性测试的多项标准。这将为研发、生产以及质量管控提供了全新的技术。

北京西正元投资管理有限公司
 电话：010-84762885 13910661523 13910562800
 网址：www.bj-xzy.com
 公司地址：北京朝阳区望京园 602 号楼 2607 室

