

# 激光粒度仪测试 TiO<sub>2</sub> 粒度分布的影响因素探讨

吴燕俊 王玲 (镇江泛华检测科技有限公司, 江苏镇江 212000)

**摘要:** 本文通过对 TiO<sub>2</sub> 粒度分布的测试, 探讨采用 Bettersize3000 激光粒度仪粒度测试时, 对钛白粉粒度分布的影响因素, 从湿法分散时待测样品的加入量, 超声分散时分散剂的加入量, 循环池中分散剂的加入量, 搅拌速度等方面进行了试验, 目的提高粒度测试的准确性和稳定性, 更好为企业做好品质管控及产品研发提供技术支持。

**关键词:** Bettersize3000 激光粒度仪, TiO<sub>2</sub> 粒度分布, 测试, 影响因素

## Study on testing conditions of particle size distribution of TiO<sub>2</sub> by laser particle size analyzer

Wu Yanjun wangling (Zhenjiang INTER-CHINA Testing & Technology Co., Ltd., Zhenjiang 212000, Jiangsu, China)

**Abstract:** In this paper, the influence factors of the particle size distribution of titanium dioxide are discussed by testing the particle size distribution of titanium dioxide with Bettersize 3000 laser particle size analyzer, including the amount of sample added in wet dispersion, the amount of dispersant added in ultrasonic dispersion, the amount of dispersant added in circulating pool, and the stirring speed. The purpose of the test is to improve the accuracy and stability of granularity test, and to provide technical support for quality control and product development.

**Key words:** Bettersize 3000 laser diffraction particle size analyzer, particle size distribution of TiO<sub>2</sub>, testing, influencing factors

### 0 引言

钛白粉, 化学名称二氧化钛, 分子式是 TiO<sub>2</sub>, 分子量 79.9; 钛白粉是一种无可替代的性能优异的白色颜料, 广泛应用在涂料, 塑料, 化妆品, 食品, 油墨, 橡胶和建材等行业中。但在各种行业的应用中, 钛白粉最基本的要求是优良的白度, 消色力, 遮盖力和分散性, 这也是制造厂家最难控制的关键特性。

如果是规则的球形颗粒, 那么可以用“直径”来描述球体的大小, 但在实际的生产中, 钛白粉并非规则的球形颗粒, 反而是不规则的颗粒, 因此引进了粒径的概念, 以粒度的大小衡量钛白粉颗粒的大小。钛白粉的粒径是一个综合性的指标, 粒径会影响颜料性能和产品的性能, 遮盖力、光泽度和分散性的好坏都跟粒度分布有关。目前工厂中粒度的检测常用方法是使用激光粒度仪检测, 但很难做到很好的重复性和再现性, 本文对粒度检测中的影响因素做出分析, 缩小粒度检测过程中的变差, 提高粒度检测准确性和稳定性。

### 1 激光粒度仪粒度测试的原理

激光粒度仪的检测原理是依据颗粒能使激光产生散射的现象检测粒径分布, 激光具有很强的单色

性和方向性, 在无障的情况下, 不会发生散射, 并且可以传播的很远; 米氏散射理论表明, 光束传播过程中遇到颗粒, 颗粒的大小和光散射的角度会成反比, 颗粒越小, 散射角越大, 基于米氏散射理论, 激光传播遇到不同大小的颗粒, 会产生不同的散射角, 激光粒度仪就是通过检测不同角度光的强弱来实现待测样品的粒度分布。

### 2 实验所用的仪器和设备

试验所用水均指达到 GB/T 6682 中三级水要求, 所用试剂均为分析纯。

马尔文 2000SH 激光粒度仪、 Bettersize3000 激光粒度仪、 KC-20A 洁康超声波清洗机、50mL 烧杯、蒸馏水洗瓶、500mL 容量瓶、焦磷酸钠(分析纯)、500mL 细口瓶、分析天平、500mL 烧杯、玻璃棒, 钛白粉(R251 & ATR-311)。

### 3 影响因素条件的确定

钛白粉的折射率实部为 2.74, 虚部为 0.0001, 溶剂水的折射率为 1.33, 使用 Bettersize3000 激光粒度仪确定影响因素的条件。

#### 3.1 湿法分散时待测样品加入量的影响

分别称取 0.05g, 0.1g, 0.15g, 0.2g 的 TiO<sub>2</sub> (R-251), 加入到四个 50mL 烧杯中, 相同的测试

条件下测试粒度；加入 0.05g, 0.1g, 0.15g TiO<sub>2</sub> 的三个样品 D10, D50, D90 测试结果稳定性和重复性特别差，加入 0.2g TiO<sub>2</sub>，粒度测试结果波动非常小，测试结果最稳定，因此选择 0.2g 的样品进行粒度测试，粒度测试数据见下表 1：

表 1: 不同 TiO<sub>2</sub> 加入量的粒度测试结果

TiO <sub>2</sub> 加入量	D10	D50	D90
	0.182	0.416	0.890
0.05g	0.151	0.388	0.784
	0.137	0.338	0.717
	0.201	0.616	0.990
0.10g	0.172	0.513	0.784
	0.152	0.315	0.687
	0.252	0.816	0.720
0.15g	0.213	0.613	0.684
	0.192	0.515	0.617
	0.152	0.316	0.590
0.20g	0.151	0.313	0.584
	0.152	0.315	0.587

### 3.2 超声分散时分散剂加入量的确定

TiO<sub>2</sub> 颗粒很细，在水溶液中，颗粒很容易形成二次粒子或者形成团聚现象，所以在粒度测试前，必须通过超声，搅拌，加分散剂的方式进行分散处理，使颗粒处于单体的状态。

本文分散剂选择焦磷酸钠，分析天平称 10.00g 焦磷酸钠，加入 500mL 烧杯中，加蒸馏水，玻璃棒搅拌至溶解，将烧杯中的焦磷酸钠水溶液转移到 1L 容量瓶中，加水定容至刻度线，摇匀。

准备 4 个 50mL 烧杯，每个烧杯中称取 0.2g 二氧化钛，分别配成 0.05%，0.1%，0.2%，0.5% 的焦磷酸钠溶液，超声 10min，静置 1h, 2h, 3h 后，4 个烧杯中溶液出现不同程度的“分层”现象，0.5% 焦磷酸钠水溶液中，二氧化钛分散效果最差，二氧化钛明显沉降在烧杯底部，0.1% 焦磷酸钠水溶液中二氧化钛分散效果最好，因此在本文选择 0.1% 焦磷酸钠水溶液分散 TiO<sub>2</sub>。<sup>[2]</sup>

### 3.3 循环池中焦磷酸钠分散剂加入量对粒度测试的影响

由于测试时，Bettersize3000 激光粒度仪循环池中有 500mL 水作为分散的溶剂，需要再加一定体积的 10g/L 焦磷酸钠溶液，提高样品分散的效果，实验表明循环池中加入的分散剂体积对粒度的测试有

一定的影响，下图为加入 4mL, 5mL, 6mL, 7mL, 9mL 焦磷酸钠溶液后的粒度分布曲线。

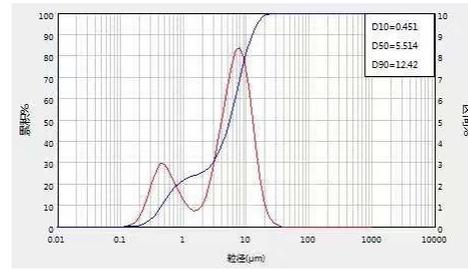


图 1 4mL 分散剂的粒度分布图

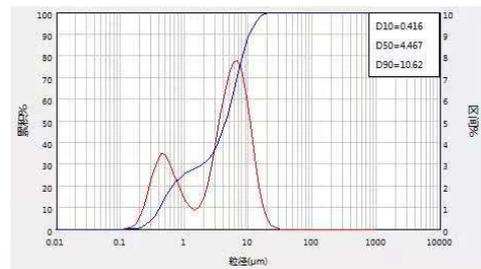


图 2 5mL 分散剂的粒度分布图

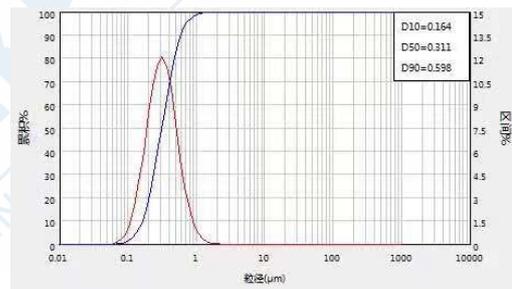


图 3 6mL 焦磷酸钠粒度分布图

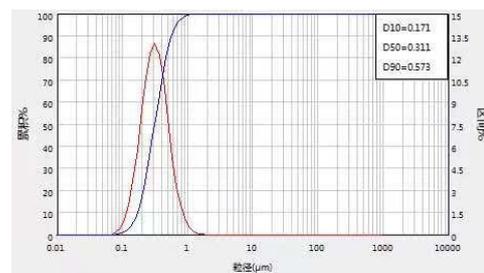


图 4 7mL 焦磷酸钠粒度分布图

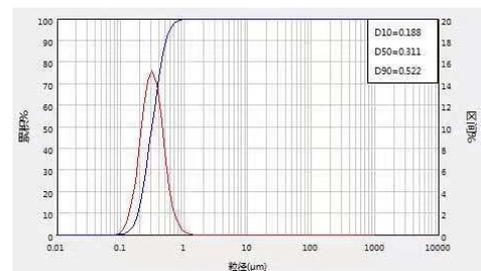


图 5 9mL 焦磷酸钠粒度分布图

将上述 D90 数据汇总见表 2；结合上面的粒度分布图，可以看出循环池中加入分散剂的体积不得

低于 6mL，如果低于 6mL，钛白粉测试粒度时，可能发生“团聚”的现象，出现双峰，由此可见，循环池中分散剂的含量对分散效果有一定的影响，本文中粒度测试时循环池中加入 9mL 分散剂。

表 2 不同体积的分散剂对应的粒度值

分散剂体积	D10	D50	D90
4mL	0.451	5.514	12.42
5mL	0.416	4.467	10.62
6mL	0.164	0.311	0.598
7mL	0.171	0.311	0.573
9mL	0.188	0.311	0.552

### 3.4 不同转速对粒度测试的影响

Bettersize3000 激光粒度仪 SOP 设置中，转速可以调整为 500rpm, 800rpm, 1200rpm, 1600rpm, 2000rpm, 3000rpm, 实验表明，不同转速对钛白粉粒度测试的结果影响并不大，D50 和 D90 的数值波动比较小，不同转速下的粒度结果见下表 3：

表 3 ATR-311 不同转速下的粒度结果

转速/ rpm	D50/ $\mu\text{m}$	D90
500	0.342	0.727
800	0.348	0.730
1200	0.348	0.731
1600	0.342	0.718
2000	0.347	0.728
3000	0.340	0.711

### 3.5 不同型号激光粒度仪的影响

本文对比 Bettersize3000 激光粒度仪和马尔文 2000SH 激光粒度仪，样品在分散剂浓度，分散剂加入量，遮光度等测试条件相同的情况下，对钛白粉 R-251 和 ATR-311 样品数据进行了对比，检测数据见表 4。

表 4 不同激光粒度仪检测数据对比

样品名称	马尔文 2000SH			Bettersize 3000		
	D10	D50	D90	D10	D50	D90
R-251	0.159	0.324	0.598	0.152	0.318	0.588
ATR-311-1#	0.205	0.348	0.740	0.189	0.342	0.732
ATR-311-2#	0.198	0.350	0.742	0.197	0.345	0.739
ATR-311-3#	0.197	0.359	0.749	0.193	0.351	0.743
ATR-311-4#	0.207	0.358	0.744	0.203	0.345	0.740

从上述数据可以看出，不同型号的仪器测试结果存在差异，但粒度分布的整体趋势是一致的。

## 4 小结

本文阐述 Bettersize3000 激光粒度仪测试  $\text{TiO}_2$  过程中的影响因素：湿法分散时待测样品加入量、超声分散时分散剂加入量、循环池中分散剂加入量、测试转速、不同仪器间的测试差异。在测试过程中关注以上影响因素，尽量减少仪器和人为的误差。同时粒度报告中的参数对粒度测试结果的准确性有着重要的参考价值，关注这些参数，在测试结果出现异常时，可以很好的帮助我们分析查找异常原因。不断提升粒度检测的准确性和稳定性，更好为企业做好品质管控及产品研发提供技术支持。

### 参考文献

- [1] 行亚宁, 白秋平. 分散剂浓度、遮光度、超声分散时间对钼粉粒度分布测试结果影响的分析研究[J], 中国铝业, 2014(4):38-40.
- [2] 陈洪云, 金斌, 董英杰, 王晓娜. 激光粒度仪测试钛白粉平均粒径的研究[J], 涂料工业, 2002(6):40-41.