

Исследование дисперсных параметров порошковых ультрадисперсных материалов на лазерном анализаторе «Mastersizer»

Студентка гр. 104619 Колодинская Н.С.
Научный руководитель Боровик Д.И.
Белорусский национальный технический университет
г. Минск

Практическое использование нанотехнологий, являющихся технологиями целенаправленного получения и использования частиц материалов нанометрового размера с заданными структурой и свойствами, представляется перспективным и планируется во многих отраслях хозяйственной деятельности – промышленности, сельском хозяйстве, медицине и др. Поскольку многие физические и химические свойства наночастиц, в отличие от объемных материалов, сильно зависят от их размера, в последние годы проявляется значительный интерес к методам измерения размеров наночастиц. Одним из относительно новых методов исследований в области нанотехнологии является применение лазерных анализаторов гранулометрического состава порошковых материалов.

Лазерные дифракционные анализаторы позволяют решать множество фундаментальных и прикладных задач определения размеров частиц в различных отраслях науки и промышленности. Область применения очень широка: контроль технологических процессов и качества продукции в химической, пищевой, фармацевтической, горнодобывающей промышленности, порошковой металлургии; при производстве абразивов, керамики, цемента, мела и других строительных материалов, пигментов, порошковых красок и т.д., а также при проведении исследований в биологии, медицине, экологии и др. областях науки.

Первыми устройствами, с помощью которых стало возможным наблюдать за нанообъектами, стали сканирующие электронные микроскопы. Для исследования образца под микроскопом требуется менее 1 мг вещества. Такая малая проба не всегда может считаться представительной. В соответствии со статистическими данными число измеряемых частиц должно составлять по крайней мере 300 – 500.

Представительность пробы можно повысить, если увеличить число частиц примерно до 3000, что значительно увеличивает длительность анализа. Кроме того, сканирующий электронный микроскоп требует дополнительной пробоподготовки образцов, которая может внести частичную погрешность при определении размеров частиц. Использование лазерных анализаторов позволяет существенно сократить время анализа, увеличить достоверность измерений за счет большого статистического набора частиц и не требует специальной пробоподготовки.

В связи с этим целью данной работы является исследование дисперсных параметров (размеров частиц и функций распределения частиц по размерам) порошковых ультрадисперсных материалов на лазерном анализаторе «Mastersizer».

Лазерные анализаторы размеров частиц предназначены для измерения дисперсных параметров (размеров частиц и функций распределения частиц по размерам) суспензий, эмульсий и порошкообразных материалов.

В качестве материала исследования был взят следующий порошковый ультрадисперсный материал:

- смесь порошков на основе соединений свинца, титана, железа, никеля с маркировкой «исходный»

Исследование дисперсных параметров (размеров частиц и функций распределения частиц по размерам) проводили на лазерном анализаторе «Mastersizer». Измерение проводилось при постоянной циркуляции водной суспензии исследуемого порошка через измерительную ячейку. Количество повторных измерений для каждого образца составляло 5 циклов. Усред-

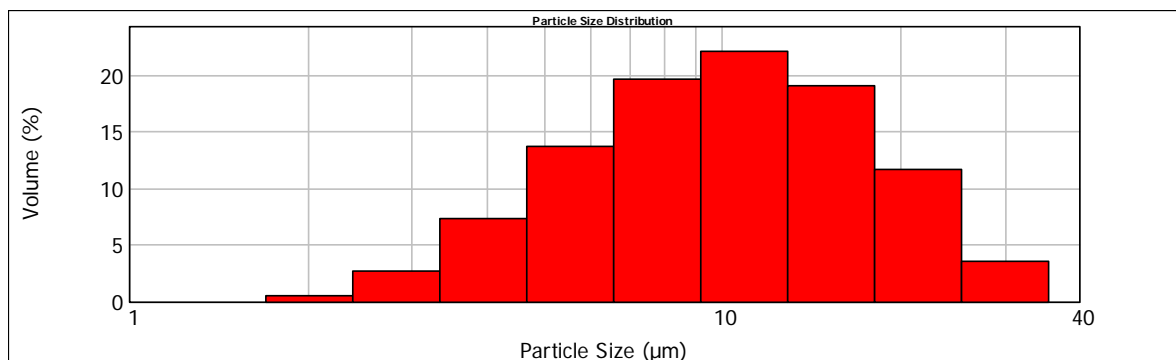
ненные результаты измерений представлялись в виде таблиц и распределения частиц по размерам в виде интегральных кривых (графиков) и дифференциальных гистограмм.

Измерения образцов проводили при различной степени затемнении лазера. Степень затемнения лазера определяется количеством исследуемого образца при анализе (чем выше концентрация, тем больше степень затемнение лазера).

Для контроля получаемых результатов и оценки точности работы лазерного анализатора «Mastersizer» дополнительно проводили съемку образцов на сканирующем (растровом) электронном микроскопе (СЭМ) высокого разрешения «Mira» фирмы «Tescan» (Чехия).

Как следует из полученных данных при измерении частиц порошка на сканирующем (растровом) электронном микроскопе (СЭМ) высокого разрешения «Mira» фирмы «Tescan» (Чехия), размер частиц колеблется от 0,2 до 1,2 мкм. Для получения достоверных результатов о гранулометрическом составе необходимо провести съемку исследуемого образца неоднократно и при большом увеличении. Наиболее точную и объективную информацию получаем при исследовании данного образца на лазерном анализаторе «Mastersizer».

Полученные на лазерном анализаторе данные свидетельствуют о том, что с увеличением концентрации образца (увеличение степени затемнения лазера) размеры частиц, которые составляют 10 % от общего количества частиц, уменьшаются с 4,6 мкм до 3,5 мкм. Аналогично и для частиц, которые составляют 50 % от общего количества частиц: их размеры уменьшаются с 10,1 мкм до 8,6 мкм. В то же время при степени затемнения лазера 5,7 % размеры частиц, количество которых составляет 90 % от общего количества, увеличивается с 20,5 мкм до 26,6 мкм. При исследовании гистограмм (рисунок 1) также видно, что наблюдается большой разброс частиц по размерам. Трудно выделить основную фракцию. Можно только с уверенностью утверждать, что примерно 60 % частиц имеют размер от 6,5 мкм до 18 мкм.



Size (µm)	Volume In %
1.700	0.49
2.384	2.74
3.342	7.27
4.686	

Size (µm)	Volume In %
4.686	13.65
6.570	19.65
9.212	22.07
12.916	

Size (µm)	Volume In %
12.916	18.98
18.109	11.68
25.391	3.47
35.600	

Рисунок 1 – Распределение частиц порошка с маркировкой «исходный» по размерам (степень затемнения лазера 1,1 %)