

# 利用超声波衰减纳米颗粒粒度分布测量仪

## 对纳米固体颗粒湿研磨工艺的优化

### 介绍

在许多工业领域，例如制药、农药、材料和美容产品等，固体颗粒的纳米研磨都是一个重要的操作。例如在制药工业中，药物的溶解度在纳米尺度下会显著增加从而改善药物传输和减少浪费。为了获得最佳的结果，精确制造具有良好颗粒粒度分布的纳米颗粒是很重要的。

有多种方法可用于纳米材料的生产，包括湿法研磨和干法研磨。湿法研磨是许多工业行业的首选，因为它较之干法研磨有好几个优点，例如成本优势。湿磨通过将产品离散于液体中，而后使用研磨介质（珠或球）粉碎颗粒，直到获得预期颗粒粒度分布的纳米颗粒。图 1 所示为在循环模式下操作的湿法研磨过程的实验装置。



图1 在循环模式下操作的湿法研磨过程的实验装置

为了实现许多工业行业所要求的具有一致性和精确性的颗粒粒度分布，为湿法研磨装置配备一个快速和在线的颗粒粒径测量系统是非常重要的。

如果知道在研磨过程中某一个时刻的颗粒粒度分布，研磨过程可以很快适配于生产出理想质量的产品，同时也能够确定何时该终止这一过程。

一个好的在线和实时的颗粒粒度分布测量系统应该具备以下条件：

- 非接触式：不会改变微粒系统的特征性能

- 快速：测量结果应迅速可用，以便必要时能够采取正确的修正措施
- 广泛适用：应能够适用于范围很广的粒径、浓度和乳液。
- 无需取样：采样是接触式的，意味着要获取代表性样品会异常困难

目前没有商业化的设备能满足上述所有特殊要求。标准的做法是采样，然后使用离线设备如马尔文或激光粒度仪进行分析。但是，使用上述方法获得颗粒粒度分布可能需要几分钟的时间。在这一测量完成时，颗粒系统的颗粒粒度分布可能已经发生了显著地变化。这意味着测量结果不能用于实时控制，从而无法优化产品质量。另外，包含采样和稀释的离线方法是接触式的，这也意味着测量的悬浮液与研磨中的悬浮液可能不相同。

### 纳米超声颗粒粒度分布测量设备

Nanosonic 颗粒粒度分析仪是一款设计用于进行快速、准确和可靠的颗粒粒度在线分布测量仪。Nanosonic 分析仪基于声光谱，且能满足之前所列对良好在线和实时粒度分布测量仪的所有要求。比较所有其他商业粒度分布仪，本仪器（图 2）实现了小型化。它包含如图所示的两个配件：设计用于在固定系统和容器中使用，而不需将悬浮液/乳剂从容器中取出。

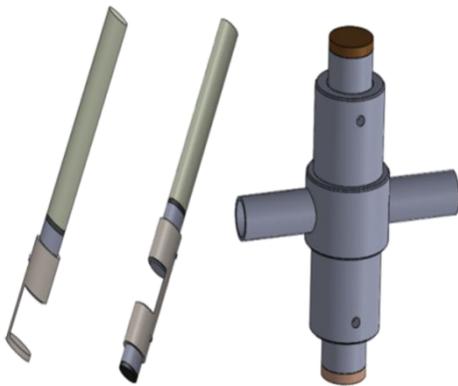
- 流动单元槽：为了连接测量流动样品而设计的装置，其结构如图所示。



(a) NanoSonic



(c) 探头和流动单元槽装置



(b) 探头和流动单元槽

- 图 2 中的每个配件都可设计不同的尺寸，以满足不同实验装置的需要。

Nanosonic 配置了易于操作的图形用户界面软件（GUI），如图 3 所示。该软件配有一流的图表和强大的算法。绝大多数商业仪器仅包括一种算法来确定颗粒粒度的分布，而 Nanosonic 包含十个目前最通用的超声颗粒粒径算法。

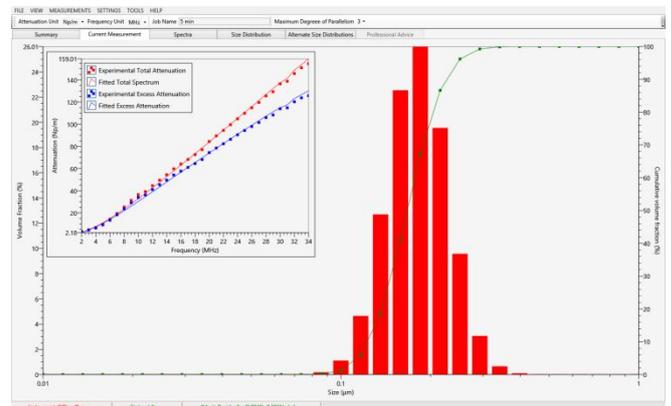


图3 Nanosonic 软件的图形用户界面

该设备的主要优点有：

- 快速、可靠以及良好可重复性的粒度测量

- 浓度范围广 (0.1% - 50%)，尺寸范围广 (10 纳米 - 1000 微米)
- 可离线和在线操作
- 无人监督的、可自动设置为在线操作。亦可设置为在特定时间进行测量。
- 卓越的颗粒尺寸测量表现，是现有商业设备中最小的。
- 内置专家系统的直观图形用户界面软件，可减少用户的工作量。

Nanosonic 仪器的制造标准符合超声测量颗粒的标准。

## 装备 Nanosonic 的 $\alpha$ 晶型氧化铝的

### 纳米研磨设备

该项目的目的是通过湿法研磨 5-20 微米的颗粒而得到尺寸范围介于 150-200 纳米之间的纳米颗粒。如图 4 所示，其装置包括一台工作于循环模式下的研磨机 (WAB Dyno) 并用循环泵使颗粒悬浮液在系统中循环。该设备装有 Nanosonic 流动单元槽来实时监控颗粒粒度分布。

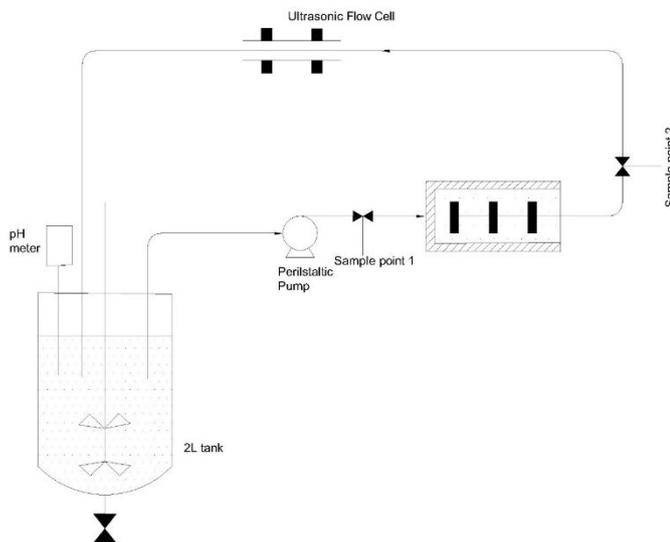


图4 纳米颗粒湿法研磨的实验装置

Nanosonic 能够每分钟报告一次颗粒粒度分布，一旦发现颗粒粒度分布偏移预期值，它就能快速调整过程的操作条件。例如，一旦从颗粒粒度分布中发现颗粒聚集，pH 会被立即调整以减少聚集。

Nanosonic 还提供用于检查系统是否已达到稳定状态时声信号的演变过程。

## 实验结果和讨论

图 5 展示了在不同频率下音频信号随时间的演变。该图表明，在所有频率下，衰减最初都会增加。衰减在高频率时达到稳定值，而在较低的频率时衰减可达到一个峰值，然后开始降低。60 分钟后，衰减趋于稳定，表明该系统的颗粒粒度分布几乎是稳定的。这提供了在无需查看颗粒粒度分布条件下及研磨过程的定性信息。

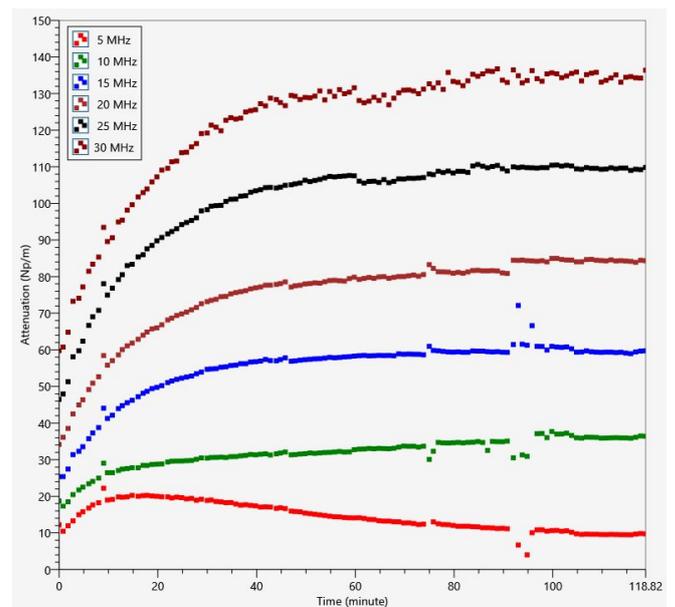


图5 研磨过程中不同频率与时间的演变

图 6 和图 7 展示了在研磨过程中 Nanosonic 测定的颗粒粒度分布的演变。该图显示，在实验开始时，由于研磨产生细粉而引起了一定的聚集。然后，pH 迅速调整以减少凝聚。这导致了从 15 分钟开始颗粒粒度分布逐渐减少，直至 90 分钟时停止改变。

## 结 论

本文向大家呈现了应用超声颗粒粒度测量仪，晶格码（青岛）智能科技的 NanoSonic<sup>®</sup>，对纳米湿法研磨工艺的优化过程。NanoSonic<sup>®</sup> 的最大特点是可进行在线测量，测量速度快，平均每 2-5 秒测一个数据，物料无需稀释。NanoSonic<sup>®</sup> 具有两种硬件结构：探头和流动单元槽，适用于实验室和工业生产，帮助对工艺过程更深入的了解和优化。

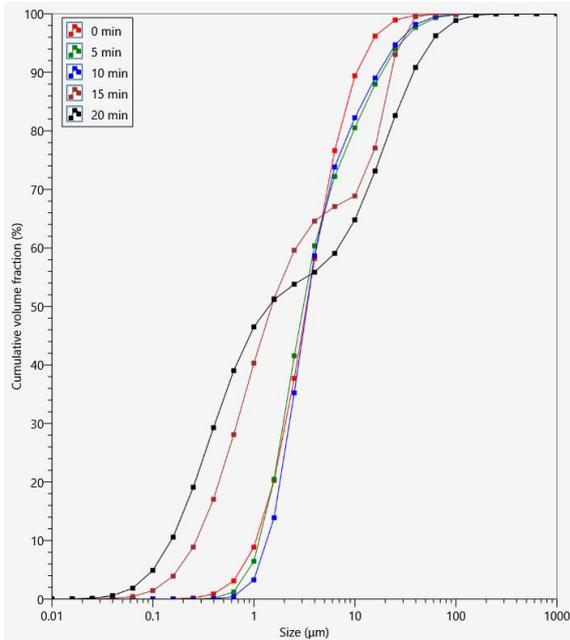


图6 0-20 分钟颗粒粒度分布的演变

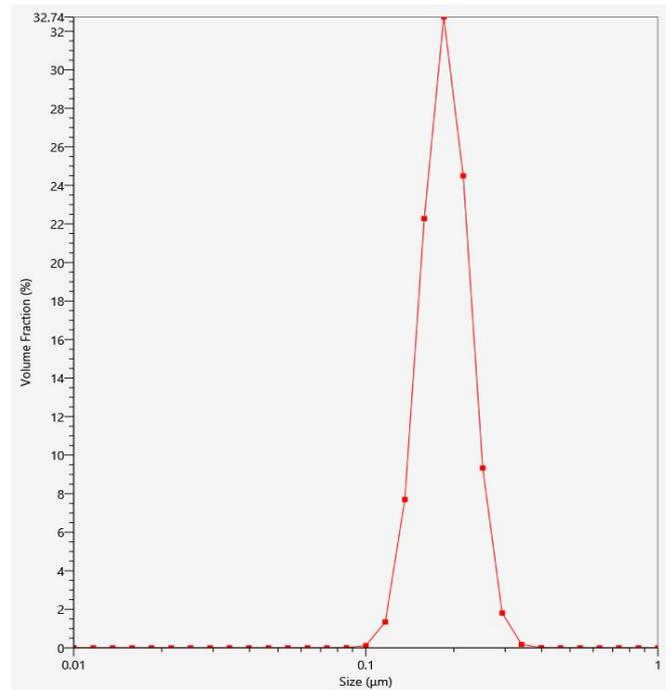


图8 最终产品的颗粒粒度分布

Dr Akinola Falola & Prof Xue Z Wang

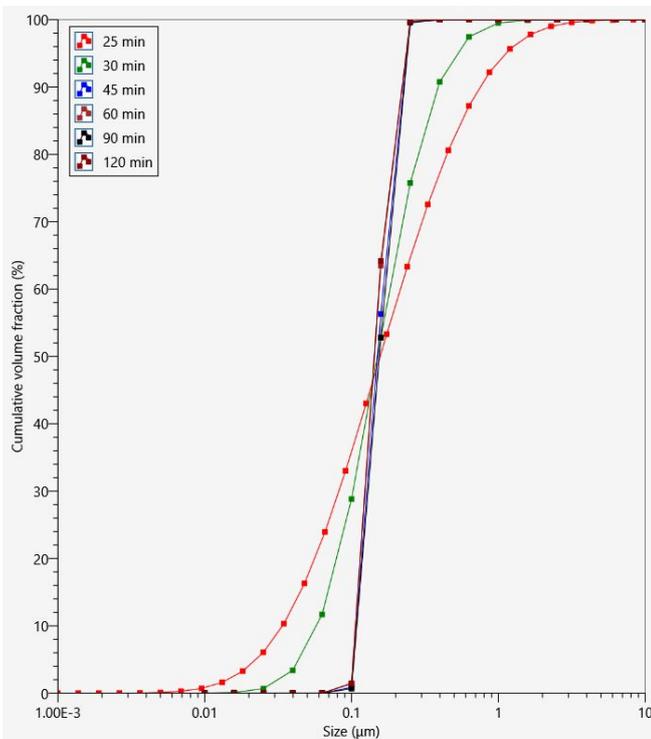


图7 25-120 分钟颗粒粒度分布的演变

图 8 显示了最终研磨产物的颗粒粒度分布。该图表明，该产物的颗粒粒度分布非常窄（ $D_{10}=148\text{nm}$ ,  $D_{50}=187\text{ nm}$  and  $D_{90}=237\text{ nm}$ ）。

该系统展示了湿法研磨过程中对  $\alpha$  晶型氧化铝颗粒粒度分布的实时测量。该数据为进一步理解和优化湿法纳米研磨操作提供了有价值的信息。

因此，该系统对研磨过程非常有价值的，它所包含的颗粒粒度分布的实时知识非常重要。