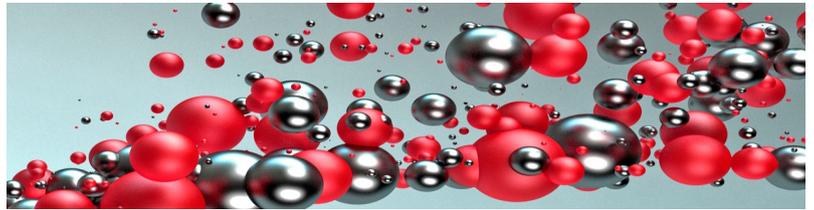


基于Nicomp388的聚氯乙烯乳液分析

Date: 2021.8



摘要：在分析聚合物乳液的粒径分布时，通常采用一种光散射方法。一般来说，光散射的方法分为两类：静态的和动态的。静态光散射，也被称为激光衍射，使用空间阵列探测器，记录散射光的角度为 α 的函数。动态光散射则是测量一段时间内散射光在一个角度的振幅。在这两种技术中，都需要专门的数学算法来进行反演算法的计算用以获得散射光模式或散射光时间的分布，以得到粒度分布(PSDs)。由于这两种光散射方法的集成性质，这项技术具有低分辨率和低灵敏度，这导致它们可能很容易受到伪影和不稳定性的影响。

本文的数据表明，Nicomp380中使用的Nicomp算法可以为分布相对较广的乳液样品提供准确和真实的PSDs。光散射技术，由于它们的整体性质(如果测量的信号来自于许多不同大小的粒子的同时提供)，需要数学算法来进行“反推”以获得原始数据，从而产生对真实存在、潜在粒径分布或PSD的简化估计。因为所有这些算法在某种程度上都是不良状态下获得的，所以相应的测量值必然缺乏分辨率和精度，因此所分析的乳液的PSD就越困难。动态的光散射(DLS)有一个自相关函数曲线。这条光滑、单调递减的曲线通常通过定义良好的粒径分布导出的预定解析函数的最佳拟合分析后所得到的。之后，可以为相关函数转换为粒度分布(例如，使用拉普拉斯变换)选择合理的初始条件。另一方面，粒子计数方法如AccuSizer780与光散射方法相比具有固有的优势，因为它们能够为与乳液密切相关的部分提供更准确的结果，且同时具有安全性和稳定性，即乳液中的尾端大颗粒。

乳液检测是光散射检测技术中一个有趣的问题。一般来说，生产目标是特定的平均粒径和相对稳定的或具有多分散性的乳剂。不幸的是，不能始终依靠制造技术来生产一个恒定的产品。原始所需的特定属性材料可以改变，但需要不断的调整过程参数。这要求在整个生产过程中和之后对乳液检测进行阐述。重要的是，要确定平均粒径在规范范围内，但均质过程充分减少了大颗粒，这将影响以后的稳定性。用光散射的方法可以快速、准确地检测平均粒径，但乳液有大量大颗粒，这个情况除外。

光散射仪器很难处理这种多分散体系。其结果可能是不稳定的或不代表实际粒子大小的假象。大粒子会影响平均粒径，从而产生一个不准确的真实图像分布情况。

更常见的情况是，均质过程将绝大多数颗粒(99%)缩小到规格范围内，但其中的1-2%确实有大于1微米的颗粒。许多研究已经表明，少量存在的这些粒子仍然会导致稳定性问题。然而，尾端大颗粒的数量不足以被光散射技术观察到

我们所需要的是一种具有极强灵敏性的可以检测到少量的大粒子的技术。单颗粒光学传感技术(SPOS)作为一种粒度检测工具可以提供这种能力。AccuSizer 780是能够从0.5微米的粒子开始技术的粒子计数器。AccuSizer 780在亚微米粒径样品的尾端大颗粒检测中产生了相当大的左右。与光散射方法不同，AccuSizer 780不会模拟PSD的分布形状。

请考虑一下图1中的数据。图1a包含在PVD乳液上从Nicomp380获得的体积加权PSD。分析结果是单个高斯峰值，平均直径约为0.68 μm ，宽度为18%。图1b是由AccuSizer 780获得来自同一样本获得的体积加权结果。首先要指出的是，来自380和780的结果基本上是一致的。

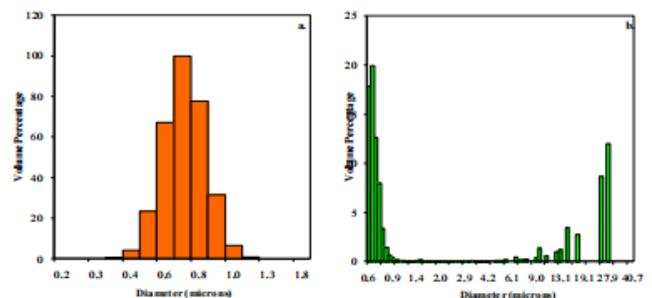
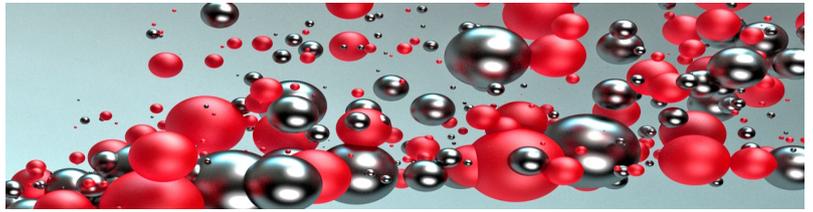


Figure 1: a. Volume-Weighted PSD of PVC Emulsion from Nicomp 380; b. Volume-Weighted PSD of PVC Emulsion from AccuSizer 780.

ALP-AN-162

基于Nicomp388的聚 氯乙烯乳液分析

Date: 2021.8



它们都产生了平均粒径。当然，主峰被380稍微加宽了，这是分辨率较差的结果。另外，值得注意的是，780能够探测到在30微米中那么大的粒子，而380却没有看到这样的粒子。这是由于光散射技术中固有的低灵敏度所造成的。

事实上，根据780的结果，我们确定了大于1微米的粒子只提供了固体体积的0.5%。乳化液产生这些数据的样本是一个例子，应该很容易地通过光散射器件进行分析。分布狭窄的情况下，大颗粒的数量相对较小。另一方面，图2包含了分布广泛的不稳定乳液的结果。

重要的问题是，仅380就能够产生乳液PSD的精确表示，这是大多数光散射装置无法做到的。它能够确定主峰的正确平均直径，并准确地描述尾部状况。

综上所述，Nicomp380使用了获得专利的Nicomp拟合算法，能够精确地调整较窄的或多分散的聚氯乙烯乳液的大小。它能够正确地识别出多分散式乳液中存在的两种模式。但是，只有具有单个粒子计数器的780能够检测到存在的最大粒子，并产生关于它们的定量信息。

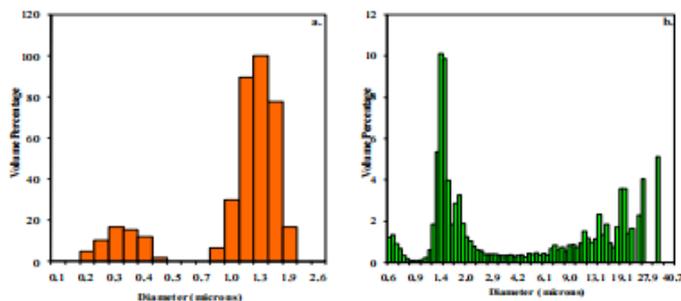


Figure 2: a. Volume-Weighted PSD of Broad PVC Emulsion from Nicomp 380;
b. Volume-Weighted PSD of Broad PVC Emulsion from Accusizer 780.

图2a 包含第二种乳液的380结果。分析产生了两个峰，一个是0.27微米，另一个是1.3微米。第一个峰代表主要乳液峰和第二个是尾部的峰。需要再次指出的是，这种分布会给检测造成问题。较大的粒子往往会掩盖或改变其对主峰的值的数据提供。但是Nicomp算法具有“分离”的能力，较大粒子的提供使主峰稳定到正确的平均直径。

从分析中得到的平均直径与预期值相类似。如图2b所示，它包含从AccuSizer780获得的体积加权PSD，由380观察到的第二个峰实际上代表了一个真实的粒径。这进一步验证Nicomp算法的准确性能够处理相对困难的粒径分布。当然，780在进行粒子观测时观测到的的大粒子（20微米中），380没有观测到，但这也是敏感性的差异造成的。

Particle Sizing Systems

PSS

Building solutions one particle at a time.