

应用报告

应用报告编号:	AR293	 Force Tensiometer – K100
行业:	制药业, 食品业	
作者:	Raymond Sanedrin, Frederick Fiddler, Caitlin Heilferty	
日期:	March 2020	
方法:		
关键词:	吸附作用, 接触角, 分散性, 填料, 微晶纤维素, 制药, 粉末润湿, 药片, Washburn, 润湿性	

利用 Washburn Direct 法和均质样品制备工具提升测量粉末接触角的可靠性

基于微晶纤维素粉末润湿性测量的重复性结果的研究

在许多产业中，都会涉及到粉末和液体之间的均质混合物，即所谓的分散剂。例如，在即食食品中，香料粉被大规模地拌入食品中；在涂料配方中，颜料粉是最重要的成分；而在服用药品冲剂时，患者通常将药品粉末与水混合。这些工艺流程是否成功或粉末是否形成块状完全取决于粉末的润湿性。

长期以来，Washburn 吸附法一直被用来测量粉末的接触角，反映其润湿性。而本应用报告以纤维素微晶粉末作为测样，采用最新的 Washburn Direct 法进行分析。为了确保样品特别重要的均质性，使用了特殊的制备套件。结果表明，该方法测定的水滴接触角具有较高的重复性，这是传统的 Washburn 方法和常规制备方法难以实现的。



背景

关于 Washburn 方法

Washburn 方法[1,2]是分析多孔固体（包括粉末、机织织物，无纺布以及复合纤维）润湿行为的一种首选方法。通常，随着时间的推移，液体通过毛细管作用侵入多孔固体的过程是符合 Washburn 方程：

$$\cos \theta = \frac{m^2}{t} \frac{\eta}{\rho^2 \sigma c}$$

σ , η 和 ρ 分别是液体的表面张力 (SFT) , 粘度和密度。这些都是液体物质的基本属性。为了测量接触角 θ , 必须首先确定第二未知数, 即毛细常数 c 。 c 是特定粉末填充的

材料常数，可以使用低表面张力的液体（例如己烷或庚烷）确定。这些液体预计可以完全润湿样品，因而使接触角为零。由此测得的 c 值可以用于测量其他液体的接触角。

如图 1 所示，ADVANCE 软件中显示的典型的 Washburn Direct 测量结果图。正确制备样品后，也就是堆积密度不随高度变化时， $\cos\theta$ 会达到平稳状态。通过移动滑块，可以选择所需的平稳区域，即用于确定的误差最小的区域。

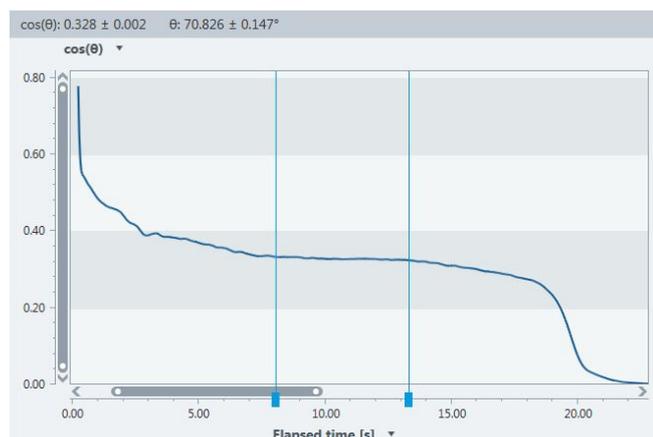


图 1: Washburn Direct 法线的示例图

如何获得均质且可复性的粉末填料

诸如粉末类的多孔固体在测量时的结果常常变化性比较大，这取决于粉末被压缩的均匀程度。尽管可以使用振荡和离心仪器来填充这些多孔固体，但是当处理颗粒大小不同的粉末时，小颗粒粉末更容易会迁移和聚集。这意味着当使用这些方法中的任何一种进行填料时，粒径分离都很明显。这将导致我们无法在 Washburn Direct 图中获得所需的平稳区域。

本文中，我们演示了最新开发的 Washburn 预制套件（图 2）如何通过 Washburn Direct 法进行精确且可重复的接触角测量。该套件使用质量精确的砝码进行均匀的样品压缩。



图 2: 带填充重量的 Washburn 吸附元件和制备套件

我们以微晶纤维素粉作为试样，进行水滴接触角测定。微晶纤维素粉是一种天然的聚合物，在食品生产中作为抗结块剂、脂肪替代物、乳化剂等被广泛应用于各种产品中。在制药工业中，它也被广泛地用作赋形剂，以促进片剂的分解。这种粉末在水和生物介质中的润湿行为非常值得关注。例如，它可以影响药片中有效成分的释放和输送。

实验部分

材料

纤维素微晶粉(Avicel®PH-101)和正己烷(ACS 试剂级)购自 Sigma-Aldrich 公司。对于所有的毛细度常数和接触角的测量，我们分别使用正己烷和蒸馏水。

粉末压缩

使用图 2 所示的 SH0824 Washburn 吸附填料组压缩纤维素微晶粉。将滤纸放在 Washburn 元件的底部，然后将吸附玻璃管插入元件中。将盖子拧在 Washburn 元件的顶部，从而将玻璃管压在底部。然后将 0.75 克的微晶纤维素粉末直接称量到吸附玻璃管中（图 3A）。将元件放置在一个形状合适的金属容器中。将带有附加圆形砝码的柱塞插入吸附玻璃管内，将粉末样品压缩 30 秒。含有压缩后的粉末（图 3B）的元件用于测定毛细管常数或接触角。为了比较重复性，分别用 1000 克和 1500 克的砝码进行了测试。

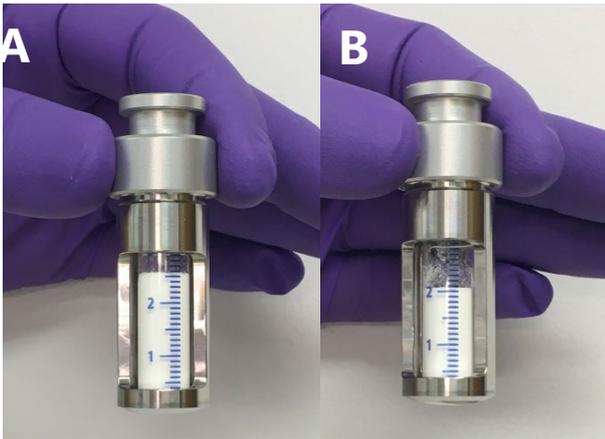


图 3: 压缩前 (A) 和压缩后 (B) 的微晶纤维素粉末。

表面张力、毛细常数和接触角测量

水和正己烷的表面张力最初采用 Wilhelmy 板法测得，使用 K100 表面张力仪。

在分析固体试样时，将含有压缩粉末的 Washburn 元件连接到 K100 表面张力仪的压力传感器上 (图 4)。记录了正己烷 (毛细常数) 和水滴 (接触角) 的液体吸收量，直到没有或几乎没有吸附 (即质量增加) 可以结束检测。所有测量均在 25°C 下进行。



图 4: 含有压缩粉末样品的 Washburn 元件与压力传感器相连

结果

Washburn 评估所需的液体数据

表 1 列出了表面张力测量的结果以及从 ADVANCE 软件数据库获得的粘度和密度数据。

表 1: 根据 Washburn 计算所需的 25°C 液体数据

Liquid	n-hexane	water
Mean SFT (mN/m)	18.28 ± 0.28	72.63 ± 0.43
Viscosity (mPa s)	0.3131	0.9000
Density (g/cm ³)	0.6594	0.9970

毛细常数的测定

使用 1000 g 填装重量的微晶纤维素粉末中正己烷的吸收量已经显示出类似的 Washburn Direct 曲线。计算出的 10 个测定的毛细管常数 (表 2) 的平均值为 4.11 ± 0.38 mm⁵, 对应的相对标准偏差 (RSD) 为 9.3%。然后研究了使用 1500 g 重量的填装方案, 以评估较重的填装重量是否可以提高毛细常数测定中的测量精度。所得曲线显示出良好的一致性 (图 5)。

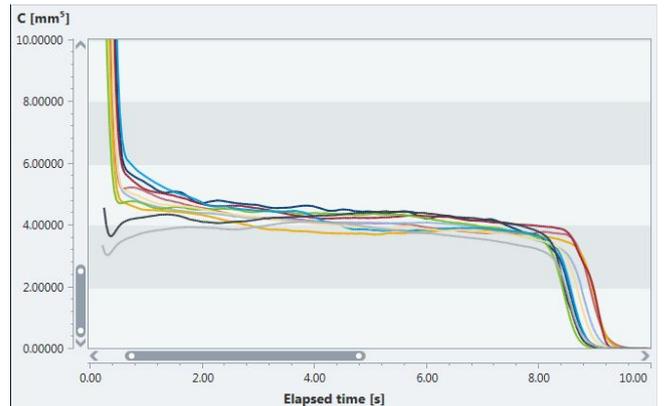


图 5: Washburn Direct 曲线叠加图, 使用正己烷测定填装的微晶纤维素粉末 (1500 克, 持续 30 秒) 的毛细常数

表 2 分别列出了 1000 克和 1500 克样品填装的结果。这些数值证实, 1500 克重量的测得的结果和 1000 克重量的非常相似, 但更精确的毛细率常数。

表 2: 使用正己烷的微晶纤维素粉末的毛细常数

Compression weight (g)	Mean capillarity constant (mm ⁵)	RSD (%)
1000	4.11 ± 0.38	9.3
1500	4.12 ± 0.22	5.3

接触角测量

图 6 显示了 Washburn Direct 曲线, 表明水被 1500 克重的微晶纤维素粉末吸收。

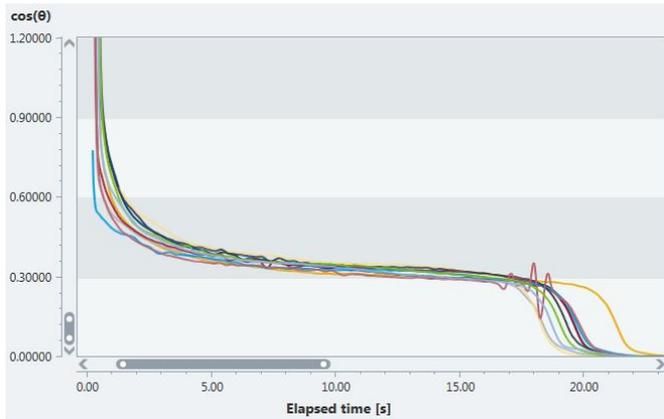


图 6: Washburn 直接曲线叠加法测定填装微晶纤维素粉的水接触角(1500g,30s)。

10 次测定的平均水接触角为 $71.0^{\circ} \pm 0.8^{\circ}$ ，RSD 为 1.1% (表 3)。类似于毛细管常数测定，这表明可以得到具有高度可比性的接触角。

表 3: 水在微晶纤维素粉末上的接触角

Compression weight (g)	Mean contact angle (°)	RSD %
1000	68.1 ± 1.7	2.5
1500	71.0 ± 0.8	1.1

总结

粉末接触角的测量可提供润湿性的信息，这对于生产均质的分散剂很重要。但是，到目前为止，很难获得可重复的结果。该应用报告使用微晶纤维素粉末作为模型物质，使用最新开发的 Washburn Direct 法进行测量，获得更好可比性的接触角结果。为了获得始终具有相同堆积密度的均匀粉末填料，我们还使用新开发的制备套件将样品均匀压缩。

使用正己烷对所需的毛细管常数进行了十次测定，获得了较低的相对标准偏差。在水接触角的十次测定中也取得了同样良好的一致性。在压制这种特殊粉末时，还发现用更重的重量来压缩，即用 1500 克而不是 1000 克来压缩，可以提高重复性。

测量结果表明，采用 Washburn Direct 法的特殊制备方法，可以获得高重复性且精确的粉末接触角结果。

参考文献

[1] Edward W. Washburn: The Dynamics of Capillary Flow. Phys. Rev., 17, 374 (1921).

[2] Wettability studies for porous solids including powders and fibrous materials. KRÜSS Technical Note [TN302](#).

您可以在我们的网站上找到更多有趣的应用报告，请点击以下链接

<https://www.kruss-scientific.com/services/education-theory/literature/application-reports/>