


应用报告

应用报告编号: AR288
应用领域: 化妆品、化学、石油、制药
作者: Ming Jin, Maria Mihhailova,
Stefan Benn, Patrick Swolana,
Daniel Frese
日期: 12/2018
方法: 
关键词: 界面张力, 增溶物, 乳化, 助溶剂



旋转滴界面张力仪 – SDT

从不相容的水油体系到微乳液的超低界面张力

使用旋转滴界面张力仪可检测小数点后 6 个数量级范围的界面张力

在工业应用中, 如提高石油采收率(EOR)、药剂学或化妆品中, 往往需要在水介质中调动和运输疏水物质。理想的方法是形成微乳液, 如热力学稳定的分散体系。当试图合成这种混合物时, 水与疏水相之间的界面张力(IFT)值范围可从原料的 50 mN/m 到成功制备微乳液低至 10^{-5} mN/m。为了寻找正确的成分, 使用一种涵盖较宽范围 IFT 数值的测量仪器是有帮助的。

在这篇应用报告中, 我们首先展示使用旋转滴界面张力仪-SDT 来测量一个令人印象深刻的宽范围 IFT 值, 从一个简单的体系开始, 该体系由水相、油相(环己烷)和增溶物(叔丁醇)组成。从 50 mN/m 到 0.1 mN/m 范围内的测试值与用力学法表面张力仪 K20 公布的数据吻合, 且显示出好的重现性。测试延伸到超低界面张力值的组成体系, 我们的仪器一样能给出令人信服的数据到小数点后 6 个数量级, 比如降低到 2.7×10^{-5} mN/m。



背景

使用旋转滴界面张力仪-SDT 测量界面张力

旋转滴界面张力仪 SDT 是通过一滴轻相在重相环绕中的光学图像分析得到的液-液界面张力值。由于离心力, 液滴相在填充的、旋转的毛细管中被拉长, 而界面张力使液滴保持圆形, 离心力和界面张力相互抵消。因此, 界面张力值可基于 Young-Laplace 方程的液滴形状曲率或通过计算 Vonnegut 方程的液滴直径分析得到。

作为一种先进的仪器, SDT 具有一些独特的优点, 诸如: 它的专利毛细管填充方式、液滴相自动发射功能、

ADVANCE 软件带来的高度自动化、具有标准尺寸的锥形精确图像效准、以及用于精确液滴轮廓检测的闪光灯照明等。

增溶物对水油界面张力值的影响

增溶物是一种两性小分子，通过增加疏水物质在水中的溶解度，来起到助溶剂的作用。增溶物倾向于降低水和油相之间的界面张力，但与表面活性剂不同，它们在水中不会形成稳定的胶束，是因为它们分子中的疏水部分太小。它们通常用于增加微乳液的稳定性。一个典型的例子是叔丁醇。

实验部分

我们以一个由双蒸馏水为重相，环己烷为轻相，不同比例叔丁醇组成的简单体系为研究对象。所有化学品均未进一步纯化直接使用。根据文献制备样品混合物，各相之间先预先进行了饱和。用力学法表面张力仪-K20 得到的密度和界面张力数据源于同一文献，并可作为支撑信息的一部分。样品组成和文献数据见表 1。

界面张力测试使用旋转滴界面张力仪-SDT。温度由与仪器相连的循环水浴控制，设定在 20 °C。

表 1: 参考文献[1, 4]中的样品混合物组成和密度。

样品名	摩尔分数 TBA/water (eq.) [%]	轻相密度 [g/cm ³]	重相密度 [g/cm ³]
1	0.00	0.776	0.998
2	0.11	0.778	0.998
3	0.88	0.776	0.992
4	3.77	0.776	0.976
5	5.54	0.783	0.971
6	6.52	0.802	0.966
7	7.91	0.835	0.953

结果

图 1 显示了测试样品中最高界面张力值 (A, 样品 1) 和最低界面张力值 (B, 样品 7) 的典型液滴图像。

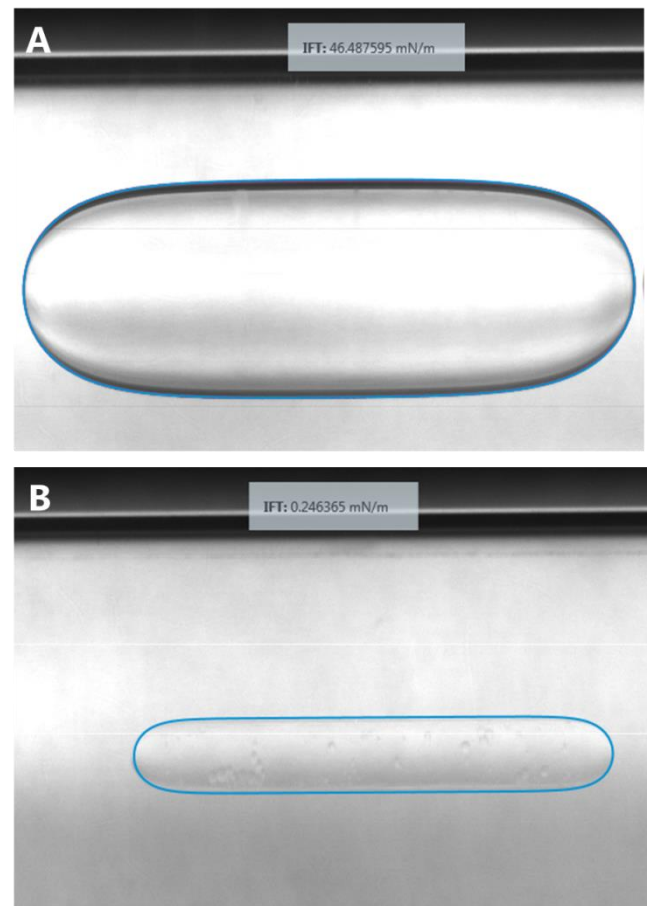


图 1: 样品 1 和样品 7 的典型液滴图像。旋转速度分别是 12000 和 6000 rpm。液滴形状通过 Young-Laplace 方程拟合。

表 2 列出了所有测试样品的界面张力值，以及使用力学法表面张力仪 K20 测量的文献数据。此外，图 2 是标准化的 SDT 和 K20 界面张力值对 TBA 在水中的摩尔比例作图比较。两种方法得到的数据很好地一致，而特别在低界面张力值时，SDT 测量的标准差远低于 K20 测量的标准差。实际上，K20 的 Wilhelmy 板法准确性误差 0.3 mN/m 是测量的界面张力值 3 倍，这就是为什么对于低界面张力值，旋转滴法比力学法更推荐使用。

表 2: 样品混合物通过 SDT (本报告) 得到的界面张力值和标准偏差 (N=3-4) 和 K20 的数据(Wilhelmy 板法, 文献[1])。参考文献[1] 中板法准确性误差是 0.3 mN/m。

样品名	界面张力(SDT) [mN/m]	界面张力(Wilhelmy 板法, K20), [mN/m], [1]
1	46.589 ± 0.096	48.8
2	41.740 ± 0.088	41.0
3	24.192 ± 0.037	24.5
4	7.731 ± 0.058	7.3
5	2.475 ± 0.004	2.3
6	1.026 ± 0.004	1.0
7	0.235 ± 0.009	0.1

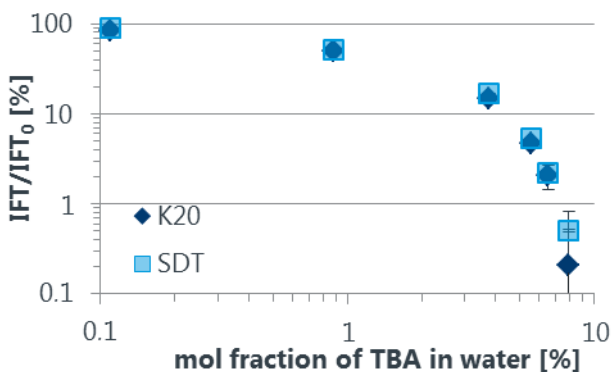


图 2: 界面张力标准差值对 TBA 在水中的摩尔比例作图 (IFT divided by IFT of water vs. CHX without TBA = IFT₀)。旋转滴测试数据 (浅蓝) 和 K20 数据 (深蓝, [1]) 重叠很好, 特别在低界面张力值时, SDT 测量的标准差远低于 K20 测量的标准差。

为了证明该仪器在测定超低界面张力值的潜力, 我们制备了水、氯化钠、正庚烷和表面活性剂 AOT (二辛基磺琥珀酸钠) 的混合物。这种混合物的界面张力值在 10⁻⁵ mN/m 范围。所有化学物质在室温下磁性搅拌 18 小时, 充分混合。混合物装入分液漏斗中。分离成三相大约需要 4 小时。

微乳液的中间相用于液滴相, 使用底层水溶液相作为重相在 25 °C 下进行 SDT 测试。图 3 展示了界面张力值为 2.7 × 10⁻⁵ mN/m 时的典型液滴图像。

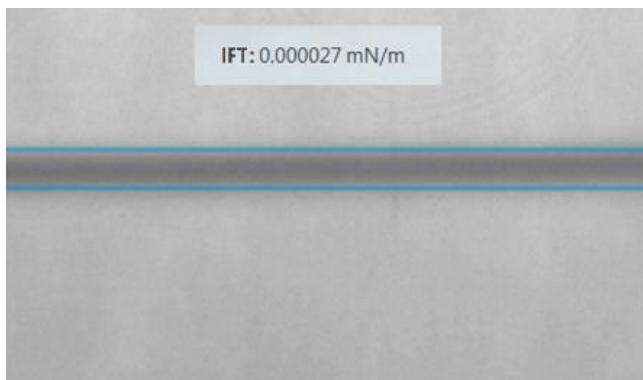


图 3: 微乳液滴在环绕重相 water-NaCl-*n*-heptane-AOT 体系中的典型图像。旋转速度分别是 1400 rpm。液滴形状通过 Vonnegut 方程拟合

概述

液-液界面张力的测量和控制对于工业处理乳化液, 尤其是微乳液有着重要意义。我们使用旋转滴界面张力仪-SDT 记录了一个简单的水相、油相和助溶液体系的界面张力数据。结果与文献数据非常匹配, 同时显示出更小的不确定性。对于另一个微乳液体系, 测量了一个 10⁻⁵ mN/m 范围界面张力值, 强调了 SDT 适用于更宽范围的 IFT 值。这个超广范围的界面张力测试试验的成功, 结合用户友好的操作方式, 以及先进的技术特点来得到精确的结果, 使得旋转滴界面张力仪-SDT 成为测量超低界面张力时的首选仪器。

参考文献

- [1] A. A. Novikov *et al.*, *J Phys Chem C* **2017**, *121*, 16423.
- [2] <https://www.kruss-scientific.com/services/education-theory/glossary/spinning-drop-tensiometer/> (accessed December 3, 2018)
- [3] European Patent EP3 090 802 B1, Method and Device for Measuring an Interfacial Tension, priority date 2015-05-08
- [4] pubs.acs.org/doi/suppl/10.1021/acs.jpcc.7b05156, (accessed December 5, 2018)
- [5] B. P. Binks, *Ultralow Interfacial Tensions and Microemulsion Formation in Oil-Water-Surfactant Systems* **1986**, PhD thesis, University of Hull, UK.

You can find many more interesting Application Reports and Technical Notes on our website under

www.kruss-scientific.com/services/education-theory/literature/application-reports/