

# 产品稳定性或保质期与流变学的联系

德国卡尔斯鲁厄市赛默飞世尔科技材料表征部 Klaus Oldörp

每逢使用诸如乳液、悬浮液或泡沫等两相系统时，最为重要的一点是它们的长期稳定性对于产品的保质期而言至关重要。根据两相的密度和化学性质差异，需采用特殊的制备步骤和 / 或添加剂，以保证产品的稳定性。一个物相转移通过另一个物相（例如由于重力或浮力作用）时会发生相分离。两相的流动特性对于了解该过程是必要的。改变其中至少一相流动特性的方法可减少或抑制相分离。

为避免诸如沉积等情况的发生，须在低剪切速率时达到高粘度，从而减缓沉积过程。需要完全防止相分离时，可选择合适的组分或使用适当的添加剂将屈服应力引入产品之中。流变学是在配制新产品或测试现有产品时确保其长期稳定性的最重要方法之一。

## 低剪切粘度

由于在低剪切速率下平衡时间较长，测量低剪切速率下的粘度可能较为耗时。为尽量减少记录粘度曲线所必需的时间，应使用一台能够快速达到理想转速并在最低速度时保持转速恒定的流变仪。

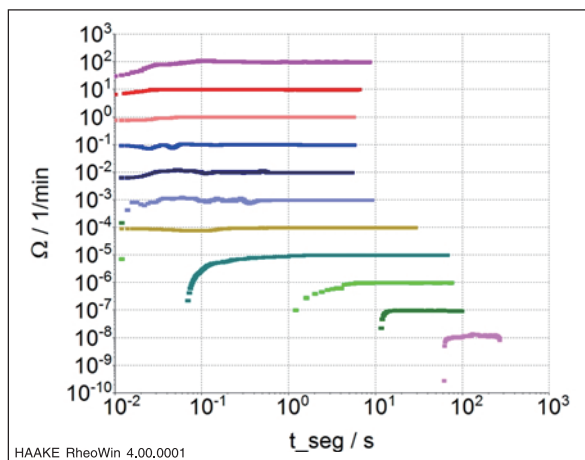


图 1: 现代化的控制回路设计使 HAAKE MARS 即使在 10-8 rpm 的超低速率时也能快速达到恒定的转速。

1 NPF/NAB-AK 21.1 第 143 号 DIN 技术报告“流变学”，现代流变学测试方法 - 第 1 部分：屈服点的确定 - 基本原理和比较测试

赛默飞 HAAKE MARS 结合快速精确的速度控制（图 1）和优异的转矩灵敏度，能够记录大范围剪切速率下的粘度曲线。图 2 示出起始于  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  剪切速率的粘度曲线实例。虽然剪切速率的跨度为 10 个数量级，但使用单个测量几何结构在单次运行中便记录下了粘度曲线。

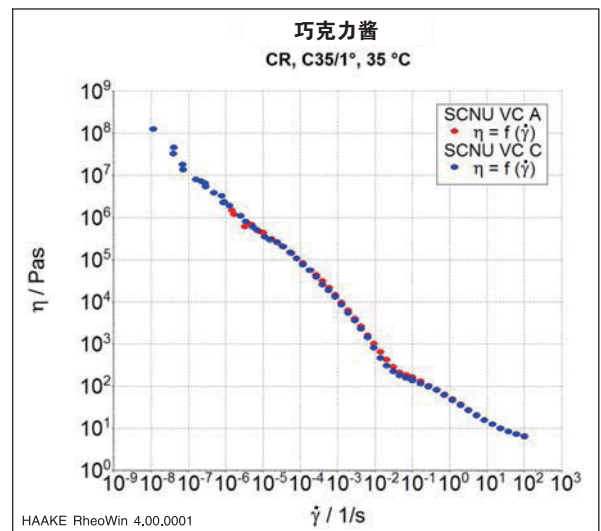


图 2: 35°C 时巧克力酱在 10 个剪切速率数量级上的粘度曲线。测试期间粘度下降超过 7 个数量级。

## 屈服应力

屈服应力  $\tau_0$  是材料不再表现弹性并开始流动时的应力。低剪切率下的高粘度只能减缓相分离，而足够高的屈服应力可完全防止沉淀。建议采用连续增加应力 1 的方法测试屈服应力。此法优势在于应力在样品上持续增加，采集到的是高于或者低于屈服应力的数据，无需外推。这一灵敏的方法也适用于测试较小的屈服应力。

使用连续增加应力来确定屈服应力。根据样品性质选择时间，应选择开始在 2-3 分钟后达到屈服应力。

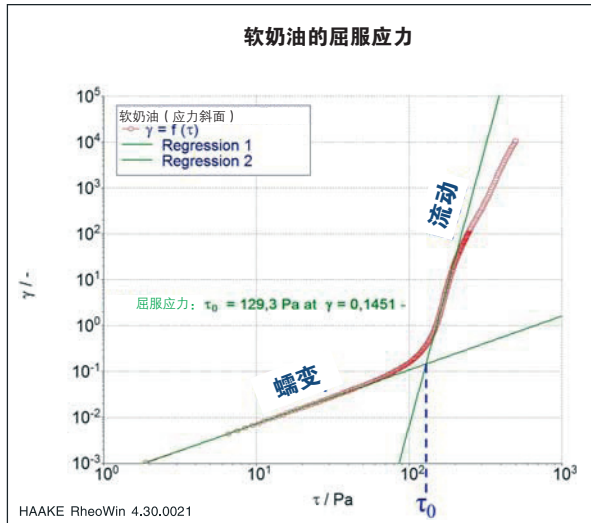


图 3: 形变是软奶油线性应力增加期间应力的函数。蠕变态中曲线的切线和流态中曲线的切线的相交点为屈服应力  $\tau_0$ 。

随着屈服应力增加，物质能够承受悬浮颗粒重力等更强的力量而不屈服。由于屈服应力增加，物质的灵活性也随之变差。重要的一点是找到最优值，以此取得良好的稳定性，同时不失去化妆品乳液、润滑剂或特定食品等应用所需的平滑度。图 3 示出化妆品乳液的屈服应力测试结果。赛默飞 HAAKE RheoWin 测量和评估软件将 2 条切线分别与曲线的蠕变态和流态进行拟合，并取其交叉点为屈服应力。

取得的数值可关联至颗粒在流体上施加的诸如沉淀应力  $\tau_s$  等可能使物料不稳定的应力（图 4 所示），从而计算沉淀是否将会发生。

由于在选择最佳参数和进行数据评估时需要一定的经验，一些用户会避免使用此测试法并寻找替代方法。有一种方法因其简便性而获得关注，它对样品进行振荡幅度扫描，并将线性粘弹性范围（LVR）的极限作为屈服应力的关联数据（见图 5）。

由于 LVR 的极限通常较容易接近且结果显示出良好的再现性，此方法具有一定的吸引力。然而，用户须牢记 LVR 的长度取决于所使用的振荡频率，因此它只是一个相对数。而且该测试在样品上施加的不是稳定增加的应

$$\tau_s = \frac{r \cdot g (d - \rho)}{3}$$

引力常数  
颗粒半径  
颗粒密度  
液体密度

$\tau_s > \tau_0 \Rightarrow$  沉积  
 $\tau_s < \tau_0 \Rightarrow$  无沉积

图 4: 颗粒对其下液体施加的沉积应力  $\tau_s$  取决于其尺寸以及颗粒与液体密度的差异。

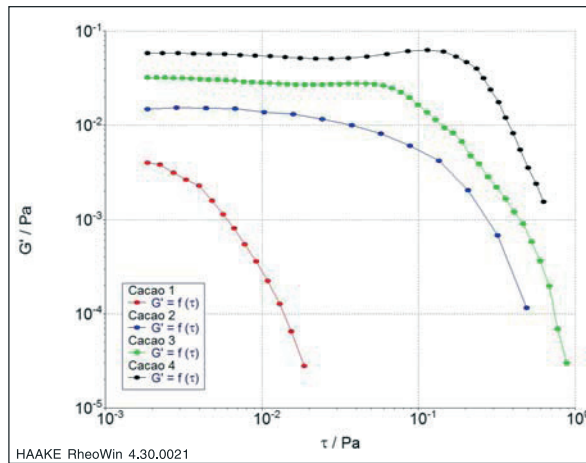


图 5: 不同可可牛奶的线性粘弹性范围样品 4（黑色曲线）是抗沉积的最为稳定的样品。

力。在进行振荡测试时，持续变化的应力被作用于每个数据点上，这是一种完全不同的对样品施加应力的方法。振荡测试测定的数据不同于使用连续增加应力测定的屈服应力。因此，在比较屈服应力值前商定使用同样的方法是至关重要的。

## 小结

流变学是测试液体或膏状产品长期稳定性的必要工具。用户可使用低剪切速率下的粘性和屈服应力来减少或防止沉淀。HAAKE MARS 拥有扭矩灵敏性和精确的速度控制，是以高精度、高时效性进行参数测定的最佳选择。

[thermoscientific.com/mc](http://thermoscientific.com/mc)

©2013/05 赛默飞世尔科技。所有仪器照片的版权归赛默飞世尔科技所有。本产品规格书仅供参考。规格、条款和定价或按情况改变。并非所有产品在所有国家销售。欲知详情，请咨询您当地的销售代表。

### 材料表征

#### 比荷卢经济联盟

电话: +31 (0) 76 579 55 55  
info.mc.nl@thermofisher.com

#### 中国

电话: +86 (21) 68 65 45 88  
info.mc.china@thermofisher.com

#### 法国

电话: +33 (0) 1 60 92 48 00  
info.mc.fr@thermofisher.com

#### 印度

电话: +91 (20) 6626 7000  
info.mc.in@thermofisher.com

#### 日本

电话: +81 (45) 453-9167  
info.mc.jp@thermofisher.com

#### 英国

电话: +44 (0) 1606 548 100  
info.mc.uk@thermofisher.com

#### 美国

电话: +1 866-537-0811  
电话: +1 978-513-3720  
info.mc.us@thermofisher.com

#### 国际/德国

Dieselstr. 4  
76227 Karlsruhe  
电话: +49 (0) 721 4 09 44 44  
info.mc.de@thermofisher.com

**Thermo**  
SCIENTIFIC

Part of Thermo Fisher Scientific