

RHEOTEST Medingen

Реометр RHEOTEST® RN

Область применения: фармацевтика и косметика



Постановка задач в области научных исследований и новых разработок

В фармацевтике и косметике речь идет преимущественно об эмульсиях, как, например, кремы и лосьоны, а также гели и растворы, содержащие поверхностно-активные вещества часто со сложными реологическими свойствами. Поэтому определение, оптимизация, управление и контроль свойств текучести при разработке новых продуктов играет решающую роль. При этом учитывают и оценивают такие наиболее важные реологические показатели:

- ⇒ определение, оптимизация и контроль предела текучести, прежде всего у кремов, во взаимосвязи с условиями во время расфасовки, хранения и использования
- ⇒ оценка, оптимизация и контроль свойств текучести, соответствующих очень различным напряжениям среза во время полного производственного цикла, начиная с производства и переработки (смешивание, осаждение, диспергирование, гомогенизирование, перекачивание) через производство готового изделия (расфасовка, шприцевание, окрашивание), транспортировка и хранение до использования конечным потребителем (выдавливание из тубика, растирание)
- ⇒ оценка, оптимизация и контроль свойств текучести, зависящих от времени (тиксотропия)
- ⇒ оценка, оптимизация и контроль структурных изменений в продукте (вязкоупругие свойства)

Возможные напряжения среза во время полного производственного цикла таковы:

Хранение:			0 с^{-1} ;
Течение, осаждение:	0,001 ...		1 с^{-1} ;
Перекачивание, перемешивание:	1 ...		1000 с^{-1} ;
Диспергирование, шприцевание, нанесение состава роликом, окрашивание:	1000 ...		100.000 с^{-1}
Растирание:	10 000 ...		100.000 с^{-1}
Гомогенизация под высоким давлением:	10 000 ...		$1\ 000\ 000 \text{ с}^{-1}$

При хранении и транспортировке прежде всего следует обращать внимание на устойчивость продукции. Следует предотвращать процессы осаждения и смешения. При этом решающую роль играет оптимально установленный предел текучести и оптимальная вязкость в состоянии покоя.

При использовании продукта (выдавливание и растирание) конечным потребителем предел текучести и вязкость в состоянии покоя также являются важными критериями.

Оценка продукции и контроль качества

Контроль качества служит прежде всего для воспроизводимого и метрологически корректного сбора данных по свойствам текучести. Определяемые с помощью реометра реологические показатели должны иметь хорошую сравнимость в производственной гамме производителя, а также быть метрологически значимыми для поставщиков и органов контроля качества.

Для характеристики свойств текучести фармацевтической и косметической продукции необходимо снимать **кривые текучести в определенном большом диапазоне градиента среза и точно измерять предел текучести конечного продукта**. *Приблизительное определение предела текучести путем измерений деформации или ротационных измерений с последующей экстраполяцией может приводить к большим искажениям и к дефектам качества и может быть рекомендовано только в обоснованных исключительных случаях.* Кроме того, должны определяться **структурная прочность (тиксотропия) и вязкоупругие свойства**.

Важными параметрами для характеристики продукта являются предел текучести, ход изменения вязкости, степень и скорость разрушения и образования структуры, а также продолжительность упругого восстановления и модули. Для обеспечения хорошей воспроизводимости и сравнимости должны найти применения стандартные методы измерений, которые также учитывают тепловую и механическую подготовку пробы (предисторию) и специфические для данного продукта алгоритмы оценки.

Способ измерений для определения вязкости, зависящей от скорости среза

Измерения с регулируемой скоростью среза (Controlled Rate Tests - CR-тесты)

- ⇒ Равновесная кривая текучести в диапазоне скоростей среза от 0,04 ... 20 000 1/с для исследования зависящих от скорости среза свойств текучести
Пример: смотри рисунок 1
- ⇒ Линейные рампы с регулируемой скоростью среза в прямом и обратном направлении для исследования свойств текучести, которые зависят от скорости среза и времени (тиксотропия)
Пример: смотри рисунок 2

Способ измерений для определения кинетики процессов разрушения или образования структуры

Измерения с регулируемой скоростью среза (Controlled Rate Tests - CR-тесты)

- ⇒ Скачкообразные измерения с регулируемой скоростью среза для определения образования или разрушения структуры
Пример: смотри рисунок 3

Измерения с регулируемым напряжением сдвига (Controlled Stress Tests - CS-тесты)

- ⇒ Скачкообразные измерения с регулируемым напряжением сдвига для определения образования или разрушения структуры
Пример: смотри рисунок 4

Способ измерений для определения предела текучести и нулевой вязкости

Измерения с регулируемым напряжением сдвига (Controlled Stress Tests - CS-тесты)

- ⇒ Линейные рампы с регулируемым напряжением сдвига для измерения предела текучести или нулевой вязкости
- Пример: смотри рисунок 5

Способ измерений для определения вязкоупругих свойств

Измерения с регулируемым напряжением сдвига (Controlled Stress Tests - CS-тесты)

- ⇒ Измерения ползучести и измерения ползучести-восстановления с регулируемым напряжением сдвига для определения вязкоупругих свойств материала
- Пример: смотри рисунок 6

Постановка задачи:

Исследование свойств текучести, которые зависят от скорости среза и времени.

Определение влияния компонентов рецептуры, условий производства и старения на изменение вязкости в зависимости от градиента среза (равновесные кривые) и продолжительности нагрузки (тиксотропия).

Равновесные данные кривых текучести или вязкости имеют особое значение при переработке (перекачивание, смешивание). Они коррелируют также с чувствительным восприятием потребителя (вторичное ощущение на коже).

Данные измерений, полученные из линейных рампы с регулируемой скоростью среза в прямом и обратном направлении, представляют особый интерес для характеристики внутренней структуры и стабильности эмульсий и гелей.

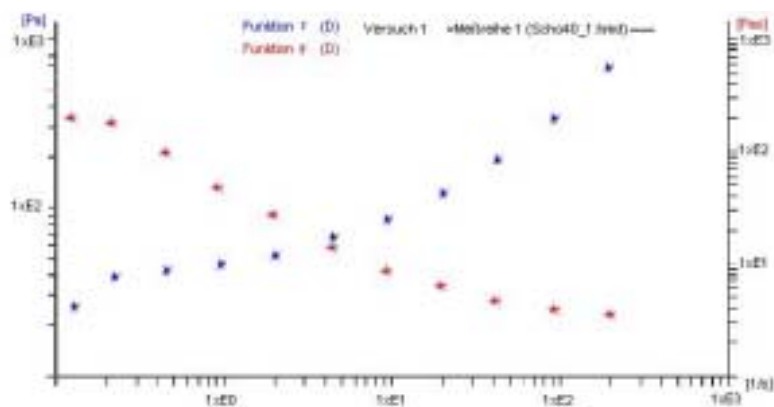


Рис. 1: Равновесные кривые текучести

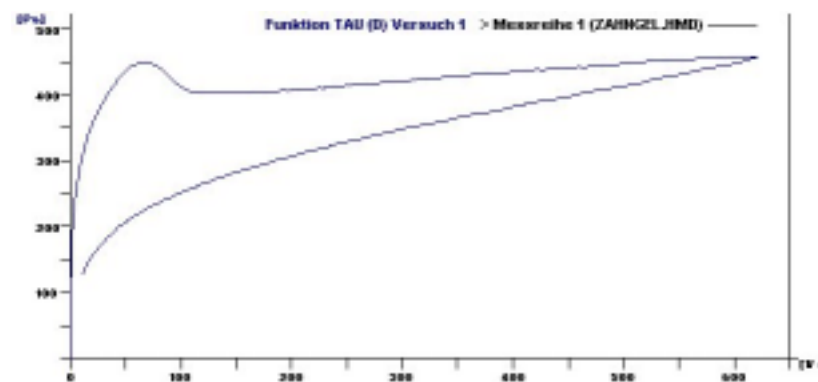


Рис. 2: Линейные рампы с регулируемой скоростью среза в прямом и обратном направлении (область гистерезиса)

Примечания:

Для определения вязкости как функции градиента среза требуется высокое постоянство температуры. Кроме того, решающее значение имеет время измерений. Необходимо установить для каждого градиента скорости равновесие между ним и равнодействующей силой. Это означает для малых градиентов среза более длительное и для больших градиентов более короткое время измерений.

Путем определения кривых гистерезиса заданием рамп градиента среза в прямом и обратном направлении регистрируется время измерений и эффекты, зависящие от градиента среза.

Постановка задачи

Определение влияния компонентов рецептуры, условий производства и старения на разрушение структуры (снижение вязкости) под нагрузкой (нанесение) или образования структуры в состоянии покоя или при малых нагрузках (хранение) с помощью ступенчатых экспериментов с регулируемой скоростью среза CR-тесты и ступенчатых экспериментов с регулируемым напряжением сдвига CS-тесты.

С помощью описанных измерений можно получить представление о состоянии эмульсий и гелей. Таким образом можно осуществить целенаправленное воздействие на прочность структуры и на изменение структуры.

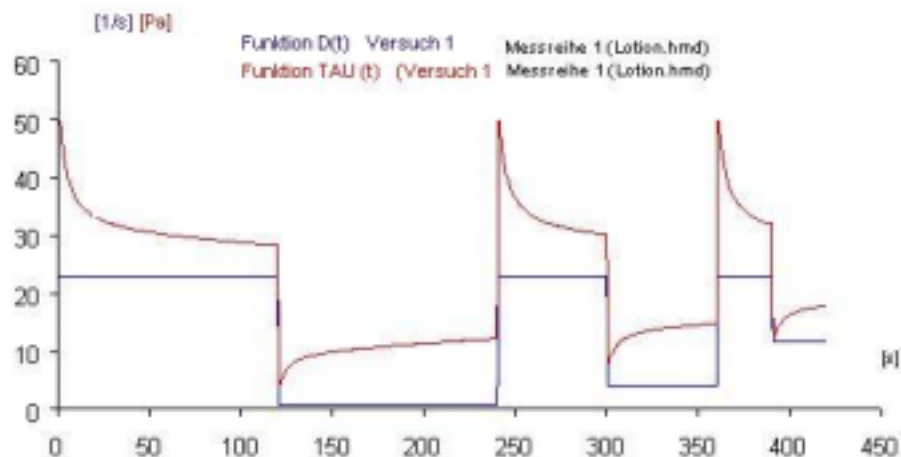


Рис. 3: Ступенчатые тесты с регулируемой скоростью среза (CR-Step-Change Tests)

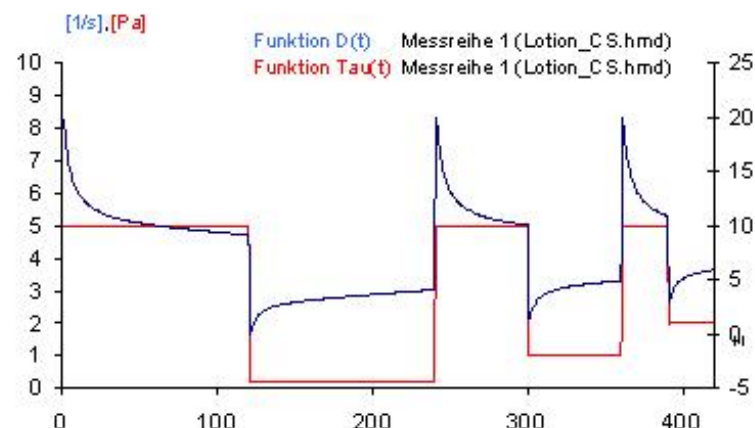


Рис. 4: Ступенчатые тесты с регулируемым напряжением сдвига (CS-Step-Change Tests)

Примечания:

Разрушение структуры при вынужденном срезе (CR) дает сведения о желательном снижении вязкости во время транспортировки, переработки и расфасовки промежуточной и конечной продукции.

Образование структуры в состоянии покоя и при малых градиентах среза характерно для стабильности **при хранении**.

Разрушение структуры под нагрузкой при определенном напряжении сдвига дает сведения о **стабильности продукта во время транспортировки, переработки и расфасовки** промежуточной и конечной продукции. При проведении измерений с регулируемым напряжением сдвига (CS) стабильность продукта, в отличие от проведения измерений с регулируемой скоростью среза, прямо коррелирует с напряжением сдвига. Образование структуры в состоянии покоя и при малых градиентах среза характерно для стабильности при хранении. В отличие от проведения измерений с регулируемой скоростью среза влияние на предел текучести измеряется непосредственно.

Постановка задачи

Определение влияния компонентов рецептуры, условий производства и старения на предел текучести. Для этого в пределах заданного времени непрерывно повышают напряжение сдвига и через дискретные промежутки времени измеряют возникающие в результате градиенты среза. Затем по ним рассчитывается вязкость.

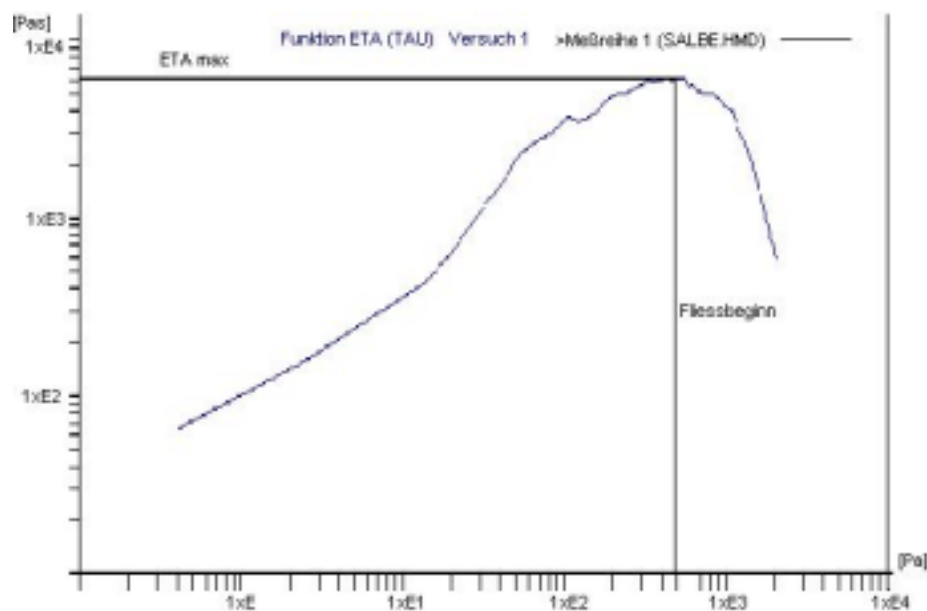


Рис. 5: Контроль предела текучести готовой продукции

Примечания:

В практике оценки результатов оказалось пригодным представление "зависимость вязкости от напряжения сдвига". Соответствующее максимуму вязкости напряжение сдвига обозначается как критическое напряжение сдвига, которое необходимо для того, чтобы вызвать течение системы. Критическое

напряжение сдвига коррелирует с первичным ощущением на коже, которое охватывает чувствительное восприятие при первичном нанесении косметической эмульсии. Кроме того, измеренный предел текучести дает важные свидетельства о стабильности при хранении и склонности к расслоению.

Постановка задачи

Определение вязкой и упругой составляющих общей деформации и критических величин, как, например, время восстановления, которое необходимо выдержать от начала измерений, чтобы получить воспроизводимые результаты. Требуемые для этого измерение ползучести-восстановления описывает на первом этапе свойства деформации при постоянном напряжении сдвига, а на втором этапе - возможную обратную деформацию полностью разгруженной пробы.

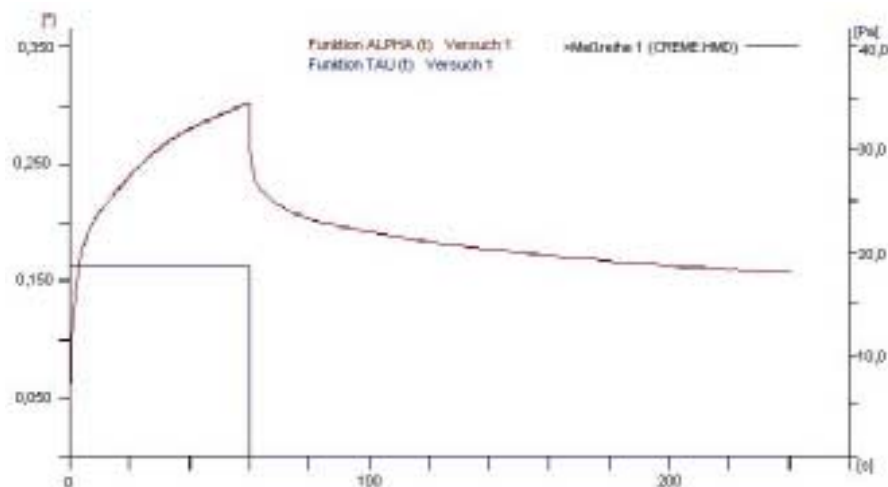


Рис. 6: Измерение ползучести-восстановления

Примечания:

В эмульсиях за счет межмолекулярных взаимодействий образуется надструктура, которая может частично или полностью разрушиться при заполнении сосуда (соответствует предварительному срезу). Это разрушение в случае эмульсий в основном обратимое, поэтому следует учитывать восстановление пробы. Отношение упругой и вязкой деформации и время восстановления отражают важные пользовательские свойства. Выраженные упругие свойства и короткое время восстановления коррелируют, например, с хорошими свойствами при наложении косметики.