Qi technologies

APPLICATION NOTE





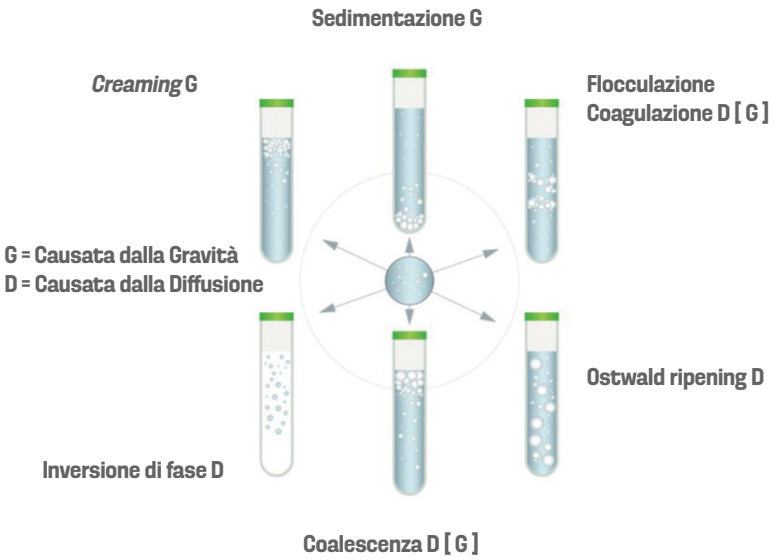


Come rilevare velocemente la cinetica di separazione delle sospensioni, grazie all'ausilio delle centrifughe analitiche LUMiFuge® e LUMiSizer®.

INTRODUZIONE

Numerosissimi prodotti presenti sia nel mercato consumer che industriale sono emulsioni, creme o dispersioni. Le migliori prestazioni si ottengono quando essi sono omogenei e non separati e le aziende lavorano duramente per renderli stabili nel tempo. Possiamo trovare esempi nei settori della chimica, cosmetica, farmaceutica, ceramica, inchiostri, vernici, edilizia, petrolifero, alimentare, polimeri, dentale, lubrificanti, lavorazione dei metalli, carta e nuovi materiali, solo per citarne alcuni.

Esistono due macro famiglie di cause di instabilità: quella fisica e quella chimica. La prima può essere causata da molteplici fattori, che vedremo in questo articolo, mentre la seconda è dovuta a reazioni chimiche tra i vari componenti delle dispersioni.



Cause di instabilità fisica delle sospensioni.

I metodi che normalmente si utilizzano per verificare la stabilità sono:

- la centrifugazione
- la conservazione di un uno o più campioni con osservazione visiva cadenzata
- i cicli termici in stufa o cella climatica.

Ognuno di essi ha il pregio di essere semplice ma ha alcuni problemi intrinseci.

Le centrifughe normalmente utilizzate applicano la forza centrifuga in più di una direzione (vedi Figura 2) e, inoltre, non è data sapere la cinetica del fenomeno di separazione: possiamo osservare solo la situazione al termine della centrifugazione. Inoltre, se il rotore non è ad angolo fisso, si aggiunge un'ulteriore variabile a complicare le cose.



Direzioni della forza centrifuga in una centrifuga standard.

I campioni conservati su uno scaffale sono sottoposti a variazioni di temperatura durante tutto l'arco della giornata e, a seconda della viscosità del prodotto, si possono innescare fenomeni di mescolamento causati da convezione. La stufa e la cella climatica, infine, accelerano i fenomeni chimici mentre quelli fisici sono in corso e non è possibile separare le due cause di instabilità.

STEP-Technology®

In questo *mare magnum* di difficoltà esiste una tecnica che ci possa venire in aiuto?

La risposta è sì. LUM, azienda tedesca fondata dal dr. Lerche, produce strumenti che utilizzano la tecnica STEP (Space and Time resolved Extintion Profiles).

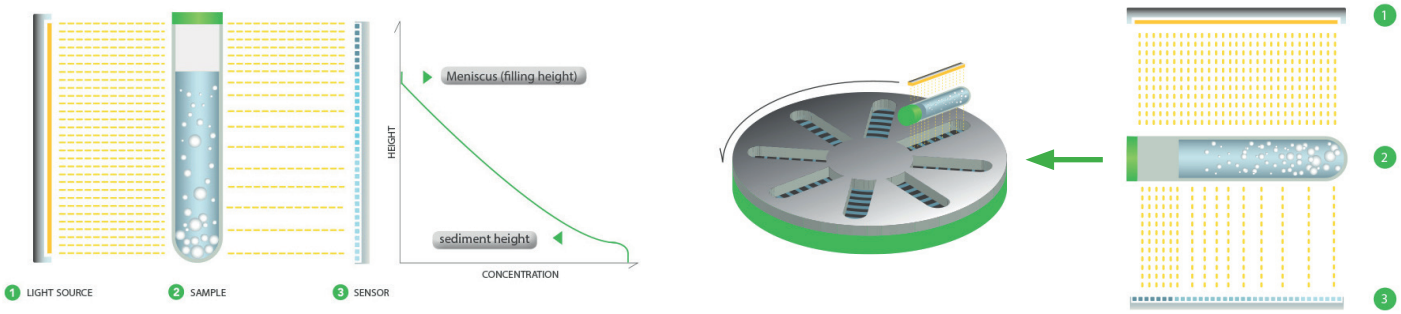
Le centrifughe analitiche della LUM misurano istantaneamente l'estinzione della luce trasmessa su tutta la lunghezza del campione, per tutta la durata della centrifugazione.

I campioni (fino a 12 contemporaneamente) sono sistemati orizzontalmente in modo che la forza centrifuga abbia una sola direttrice.

La luce ha una lunghezza d'onda nel vicino infrarosso, così non è influenzata dal colore dei campioni. Un diode array raccoglie la luce trasmessa lungo tutta la provetta in simultanea, evitando scansioni.

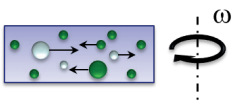
I parametri di analisi sono la velocità di centrifugazione (in RPM o g), la temperatura (massimo 60°C) e il tempo di acquisizione. Alla massima velocità (4.000 RPM) l'accelerazione di gravità è pari 2.300g.

Questo vuol dire che siamo in grado di accelerare l'instabilità sino a 2.300 volte e, inoltre, che è possibile separare i fenomeni fisici da quelli chimici. Infatti, accoppiando questa tecnologia con i cicli termici, si può ottenere una caratterizzazione completa dei campioni sottoposti a verifica.



STEP-Technology®

Le basi su cui si fonda la tecnologia STEP® sono la legge di Stokes e la legge di Lambert-Beer. La prima descrive la migrazione delle particelle mentre la seconda la detenzione ottica delle particelle a seconda della concentrazione.

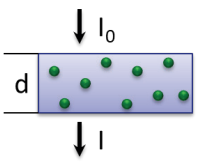


$$v_{Stokes} = \frac{h}{t} = \frac{(\rho_p - \rho_l) \cdot x^2 \cdot g \cdot RCA}{18 \cdot \eta} = K \cdot x^2 \cdot g \cdot RCA$$

$$RCA = a/g \qquad a = (2 \cdot \pi \cdot n)^2 \cdot r = \omega^2 \cdot r$$

ρ_p	Particle density	a	applied local gravity
ρ_l	Medium density	n	frequency of revolution
x	Particle dimension	r	distance from the axis of rotation
η	Viscosity	ω	angular speed
RCA	relative centrifugal acceleration		

Migrazione delle particelle - Legge di Stokes.



$$-ln\frac{I}{I_0} = E = \varepsilon \cdot c \cdot d$$

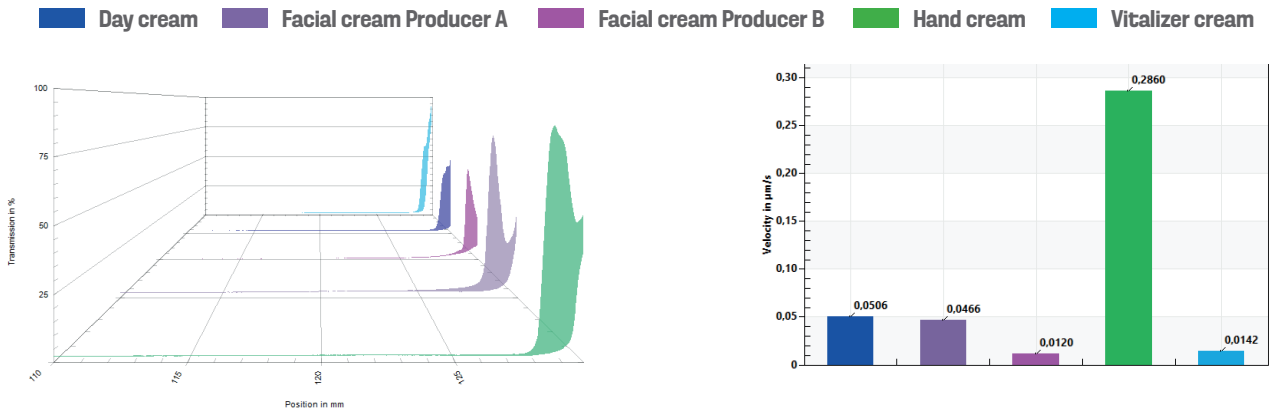
$$\varepsilon = f(x, \lambda, n, \ldots)$$

I_0	light factor| light intensity
ε	extinction coefficient
d	optical pathlenght (sample cell thickness)
λ	wavelength
n	refractive index
c	concentration

Detenzione ottica delle particelle - Legge di Lambert-Beer

ESEMPIO 1

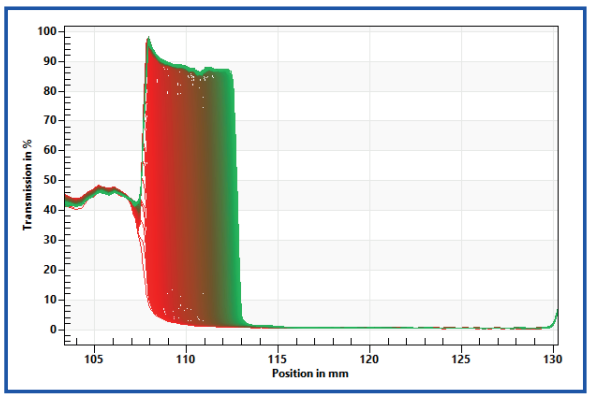
Qui di seguito, un esempio di separazione di campioni di creme cosmetiche a confronto (20°C, 2.300 g).
Dall'elaborazione dei dati, è possibile ricavare numerose informazioni, tra cui la velocità di affioramento (creaming) sul fondo della provetta.

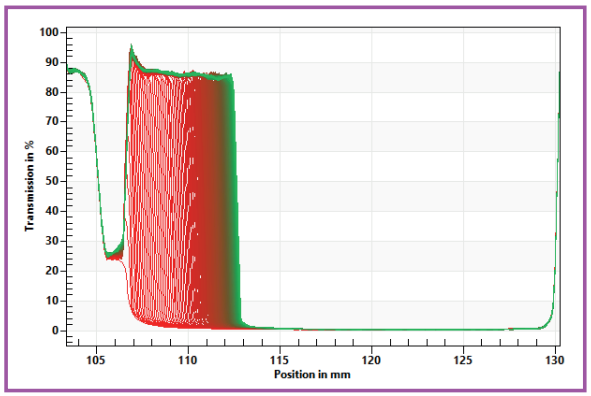


Profili di separazione delle diverse emulsioni testate (sx) e relative velocità di affioramento (dx).

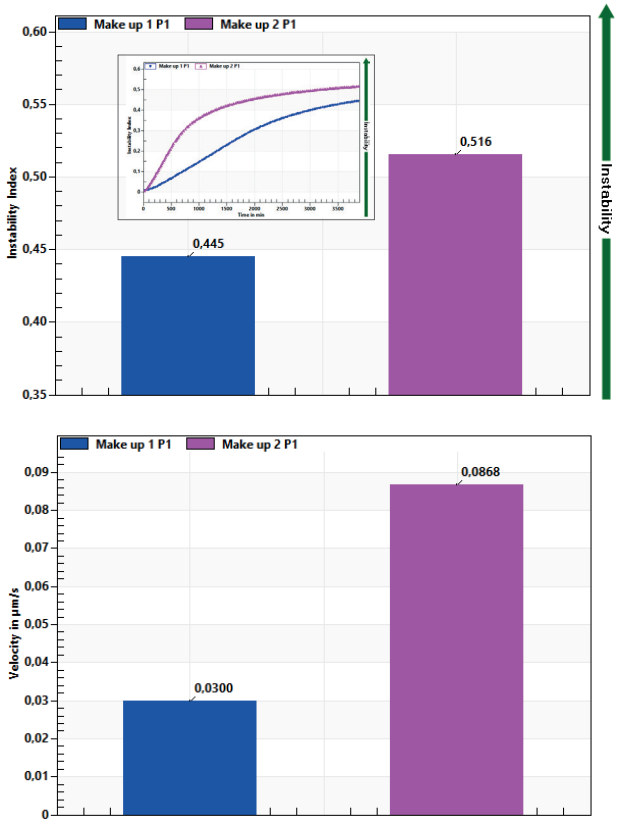
ESEMPIO 2

Il processo di produzione ha un'influenza sulla stabilità dei prodotti: di seguito, i profili di sedimentazione di due campioni di fondotinta sottoposti a processi diversi.
Dai dati raccolti è possibile ricavare la velocità di sedimentazione dei diversi campioni, il loro grado di instabilità (Instability Index) e la sua evoluzione nel tempo.





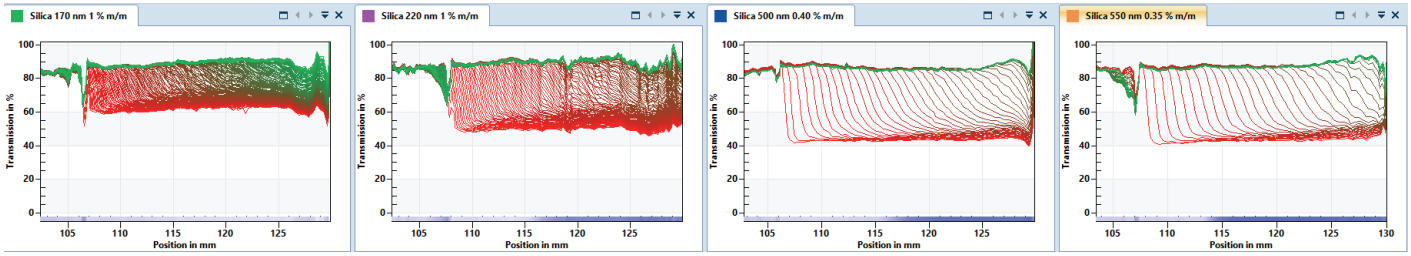
Profili di separazione di due fondotinta con differente processo di produzione.



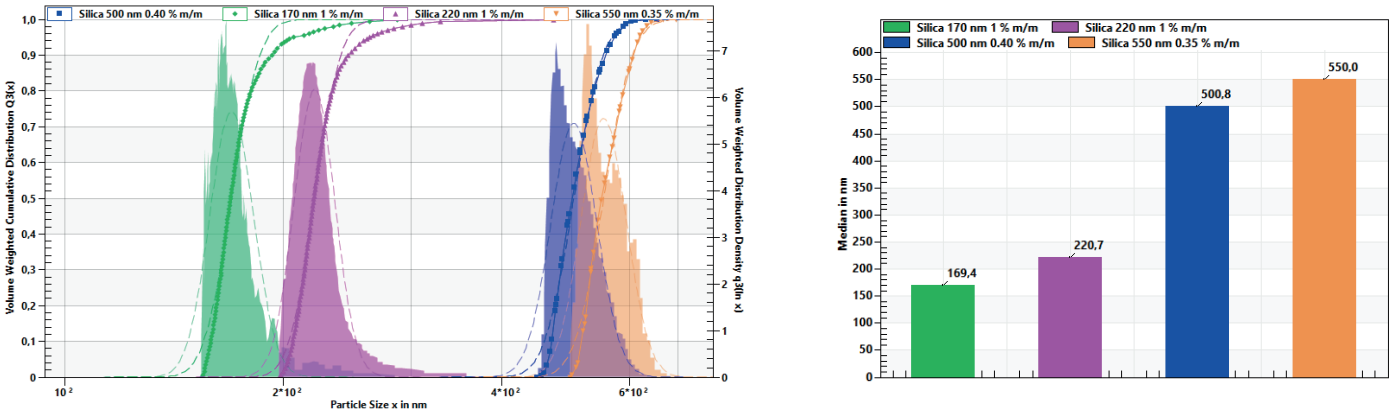
Instability Index, e cinetica di evoluzione (in alto); velocità di sedimentazione (in basso).

ESEMPIO 3

Il LUMiSizer® consente di valutare anche la granulometria delle sospensioni. Di seguito, riportiamo il caso di quattro dispersioni di silice di diverse dimensioni (nominalmente 170, 220, 500 e 550 nm).



Dai dati raccolti è possibile ricavare la Particle Size Distribution (PSD) dei diversi campioni.



Particle Size Distribution (PSD) delle diverse sospensioni, a sx; Median Diameter (D50), a dx.

CONCLUSIONI

È impossibile descrivere tutte le possibilità e la teoria di questi strumenti in un'unica nota applicativa, dato che essi offrono ben più di quanto visto sinora.

Predizione della *shelf-life*, calcolo della densità idrodinamica, interazione tra le particelle, viscosità dinamica apparente della fase continua, compattezza del corpo di fondo, analisi con lunghezza d'onda nel blu (adatto a campioni diluiti e/o nanometrici), parametri di solubilità secondo Hansen, dosaggio di demulsificante.

Speriamo di aver fornito alcuni spunti e scatenato la fantasia in coloro che si trovano ad affrontare queste tematiche ogni giorno, che devono studiare nuove formulazioni per presentare al mercato nuove soluzioni tecnologiche in tempi più brevi per sconfiggere la concorrenza o assicurare la riproducibilità del processo in modo da ridurre gli scarti.

Qi è in grado di supportare le vostre necessità applicative ed analitiche. Contattateci per saperne di più o per una dimostrazione sui vostri campioni.

Qi technologies

Qi srl
Via Monte d'Oro, 2/A
00071 Pomezia - RM
DrQi@qitech.it
www.qitech.it