

## Instability Index – ดัชนีความไม่เสถียร

แปลจาก Instability Index โดย T.Detloff, T.Sobisch, D.Lerche – LUM GmbH

### บทคัดย่อ

บทความนี้อธิบายความเป็นมาทางทฤษฎีของดัชนีความไม่เสถียรและการคำนวณ ความไม่เสถียรขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของอนุภาคที่ลดลง (ความคืบหน้าของโปรไฟล์การผ่านของแสง และโปรไฟล์แครีฟเคชั่น) ในสารอิมัลชันและสารแขวนลอย การใช้งานในโปรแกรม SEPView® และการจัดอันดับความเสถียร เหมาะสำหรับการวิเคราะห์สารแขวนลอยเชิงเทคนิค ครีมและโลชั่น ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง รวมถึงอิมัลชันซิลิโคนในน้ำที่อุณหภูมิต่างกัน ดัชนีความไม่เสถียรเป็นเครื่องมือซอฟต์แวร์ที่ทรงพลังและใช้งานง่าย เพื่อการเปรียบเทียบตัวอย่างของการแยกเฟสอย่างมีประสิทธิภาพ และปรากฏการณ์ความเสถียรที่ลดลง การวิเคราะห์โดยเครื่อง LUMiFuge/LUMiSizer เป็นทางเลือกสำหรับการจัดอันดับความเสถียรของผลิตภัณฑ์อย่างรวดเร็ว ตลอดจนการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์ โดยมีการทดสอบตัวอย่างประเภทเดียวกันภายใต้สภาวะที่เหมือนกัน

### คำนิยาม

ดัชนีความไม่เสถียรจะถูกรวัดปริมาณโดยค่าแครีฟเคชั่น ณ เวลาการแยกชั้นที่กำหนด ทหารด้วยค่าแครีฟเคชั่นสูงสุด ค่าแครีฟเคชั่นหาจากปริมาณการเพิ่มขึ้นของการผ่านของแสง (เนื่องจากการลดลงของความเข้มข้นของอนุภาค) จากการแยกเฟสโดยการตกตะกอนหรือการเกิดชั้นครีม/การลอยขึ้นของอนุภาคกระจายสู่พื้นผิวด้านบน

ดัชนีความไม่เสถียรเป็นตัวเลขไม่มีหน่วย มีค่าระหว่าง 0 ถึง 1 “0” หมายถึงไม่มีการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของอนุภาค (เสถียรมาก) และ “1” หมายความว่ามีการกระจายตัวมีการแยกเฟสอย่างสมบูรณ์ (ไม่เสถียรมาก) ค่าสัมบูรณ์ของดัชนีความไม่เสถียร ขึ้นอยู่กับ SOP (Standard Operating Procedure) ที่ตั้งโปรแกรมไว้และเวลาที่เกิดการแยกตัวของอนุภาคระหว่างเฟส

การจัดอันดับตัวอย่าง ทำได้โดยการเปรียบเทียบค่าของดัชนีความไม่เสถียรสำหรับ ROI (Region of Interest) เดียวกัน (บริเวณที่สนใจ - ช่วงของตัวอย่างที่วิเคราะห์), RCA (การเร่งความเร็วแบบแรงเหวี่ยงสัมพันธ์, สำหรับเครื่อง LUMiFuge และ LUMiSizer เท่านั้น) และเวลาของการแยก

### ทฤษฎี

ให้  $T_1(r)$  เป็นค่าการผ่านของแสง สำหรับการวัดครั้งแรก ( $t = 0$ ) โดยเป็นฟังก์ชันของตำแหน่ง  $r$  (รัศมี) จากนั้นตั้งค่า ROI จาก  $r_{min}$  ที่เมนิสคัส (ที่ระดับความสูงของการเติม) ไปที่  $r_{max}$  ที่ด้านล่างของหลอดทดสอบ โปรไฟล์จะถูกเลือกตามเวลาที่ทราบ  $\Delta t$  จนถึง  $t$  เวลาสิ้นสุดการทดสอบ ค่าแครีฟเคชั่น (การลดลงของความเข้มข้นของอนุภาค) คำนวณโดยการลบ  $T_1$  ออกจากแต่ละโปรไฟล์ถัดมา  $T_i - T_1$  ดัชนีความไม่เสถียรคำนวณโดยหาค่าเฉลี่ยของโปรไฟล์การผ่านของแสงสูงสุด ณ ตำแหน่งที่อนุภาคมีการแยกเฟสนอกตำแหน่ง ROI ที่เลือกไว้

การตั้งค่าเริ่มต้นสำหรับโปรไฟล์ทรานสมิชชันสูงสุดถูกกำหนดไว้ที่ 90 % เพื่อพิจารณาการสะท้อนจากผนังหลอดทดสอบ เนื่องจากประเภทหลอดทดสอบ หรือคุณสมบัติของตัวทำละลายมีผลต่อการคำนวณ อาจตั้งค่าแยกกันโดยใช้ SEPView® เวอร์ชันที่สองของ 6.3 หรือสูงกว่า ค่าอธิบายโดยย่อของขั้นตอนการคำนวณต่างๆ มีดังนี้:

- 1) การคำนวณค่าแคริฟเคชั่น (ความแตกต่างระหว่างโปรไฟล์ทรานสมิชชันเส้นแรกและเส้นถัดไป)  $T_i^{diff}$ :

จากโปรไฟล์ทั้งหมด  $T_i$  โปรไฟล์แรก (เริ่มต้น)  $T_1$  จะถูกลบออก (รูปที่ 1) ดัชนี  $i$  สอดคล้องกับหมายเลขโปรไฟล์การผ่านของแสง (ทรานสมิชชัน) ที่เรียงตามลำดับ

$$T_i^{diff} = T_i - T_1 \text{ for } i \geq 2 \quad (1)$$

- 2) การเปลี่ยนแปลงของค่าแคริฟเคชั่นตามเวลา  $T_i$

ค่าการเปลี่ยนแปลงแคริฟเคชั่นทั้งหมด คำนวณโดยผลรวมของส่วนเพิ่มทั้งหมดสำหรับบริเวณ ROI ที่เลือกจาก  $r_{min}$  เป็น  $r_{max}$

$$\Delta T_i = \sum_{j=r_{min}}^{r_{max}} T_{i,j}^{diff} \quad (2)$$

ROI สามารถปรับเลือกได้โดยการกำหนดตำแหน่ง  $r_{min}$  และ  $r_{max}$  เช่น ตั้งแต่ 105 ถึง 110 มม. ดัชนี  $j$  สอดคล้องกับจำนวนตำแหน่งที่เพิ่มขึ้นตามลำดับ  $\Delta r$  (LUMiSizer / LUMiFuge 14  $\mu\text{m}$ , LUMiReader 7  $\mu\text{m}$ )

- 3) ค่าแคริฟเคชั่นสูงสุดที่เป็นไปได้

ความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยทรานสมิชชันสำหรับหลอดทดสอบที่มีน้ำเท่านั้น และค่าเฉลี่ยทรานสมิชชันของโปรไฟล์แรก (เท่ากับค่าเฉลี่ยเลขคณิตของค่าทรานสมิชชันตาม ROI ที่เลือกของกลุ่มตัวอย่าง) คูณด้วยจำนวนค่าทรานสมิชชัน (ณ ตำแหน่งที่เพิ่มขึ้น)  $j_{r_{max}} - j_{r_{min}}$  ระหว่างค่าสูงสุดและต่ำสุดของช่วงตำแหน่ง

$$\Delta T_{max} = (\bar{T}_{End} - \bar{T}_1) \cdot (j_{r_{max}} - j_{r_{min}}) \quad (3)$$

- 4) ดัชนีความไม่เสถียร

ค่าการเปลี่ยนแปลงแคริฟเคชั่นทั้งหมดหารด้วยค่าแคริฟเคชั่นสูงสุดที่เป็นไปได้

$$\text{Instability Index} = \frac{\Delta T_i}{\Delta T_{max}} = \frac{\sum_{j=r_{min}}^{r_{max}} T_{i,j}^{diff}}{(\bar{T}_{End} - \bar{T}_1) \cdot (j_{r_{max}} - j_{r_{min}})}$$

เนื่องจากดัชนีความไม่เสถียรบอกถึงปริมาณแคริฟเคชั่นตามการแยกอนุภาค ซึ่งควรขึ้นอยู่กับเวลาในการแยกตัวเมื่ออยู่บนสภาวะแรงโน้มถ่วง หรืออยู่ในสนามแรงเหวี่ยง ดังนั้นจึงต้องเลือกเวลาการแยกการ

ทดลองที่เหมาะสม ตามระยะเวลาความเสถียรที่คาดหวัง (อายุการเก็บรักษา) ของผลิตภัณฑ์ ROI และ  
เวลาอาจถูกตั้งค่าสำหรับการวิเคราะห์อัตโนมัติในโปรแกรม SEPView®

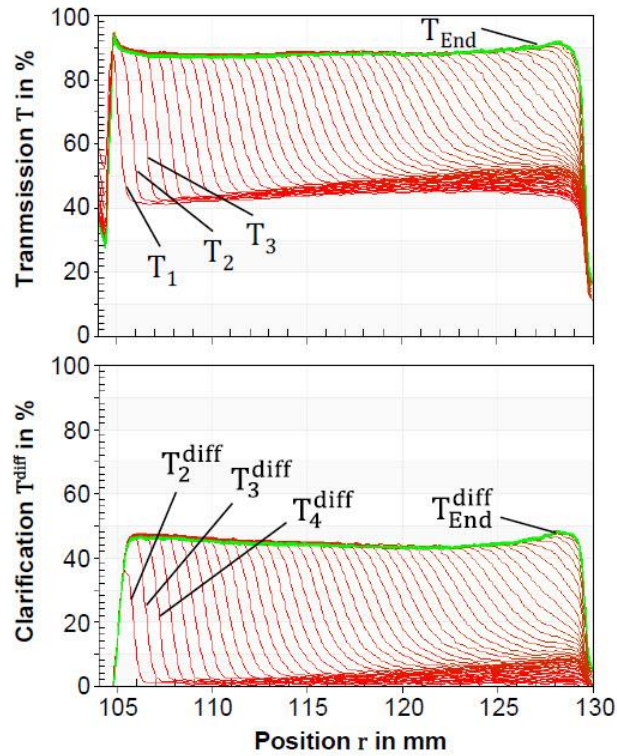


Fig. 1: Fingerprints of 500 nm Silica (Top: Transmission, Bottom: Clarification)

ตัวอย่างที่ 1: วิธีแยกแยะระหว่างผลิตภัณฑ์ที่มีความเสถียรในการตกตะกอนต่างกัน

รูปที่ 2 และ 3 แสดงตัวอย่างสารแขวนลอย โดยแยกแยะระหว่างสารแขวนลอยที่เสถียรและเสถียรน้อยกว่า โดยใช้ดัชนีความไม่เสถียร

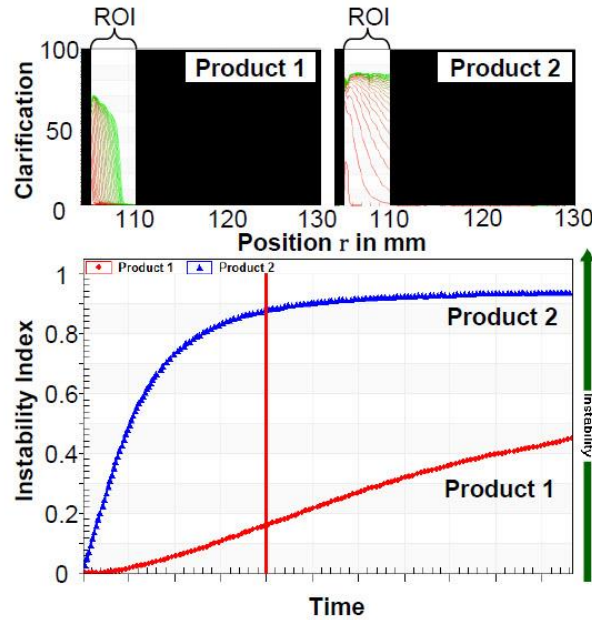


Fig. 2: Top: Fingerprints (Clarification) for two different products; Bottom: Corresponding Instability Index over time, red curve stable dispersion, blue curve less stable dispersion.

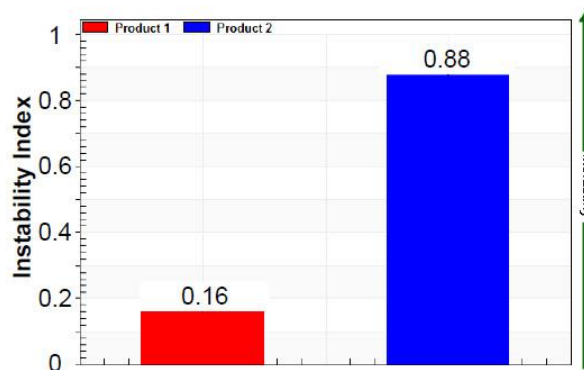


Fig. 3: Comparison of Instability Index as bar chart for the time selected in Figure 2 (red vertical line in chart of separation curves)

โปรไฟล์แครีฟเคชั่น (Eq.1, แทรกในรูปที่ 2) แสดงการตกตะกอนของอนุภาคและความแตกต่างเชิงคุณภาพที่ชัดเจนระหว่างผลิตภัณฑ์ทั้งสอง ผลิตภัณฑ์ 2 แสดงรูปแบบที่ใหญ่กว่า เช่น การแยก มากกว่า ผลิตภัณฑ์ 1

การวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยการคำนวณความคืบหน้าของการแยกด้วยดัชนีความไม่เสถียร ตามสมการที่ 3 เส้นโค้งสีน้ำเงินของผลิตภัณฑ์ 2 ในรูปที่ 2 แสดงค่าดัชนีความไม่เสถียรที่มากกว่าเส้นโค้งสีแดงของผลิตภัณฑ์ 1 การจัดอันดับความเสถียรของตัวอย่างผลิตภัณฑ์ โดยการเปรียบเทียบดัชนีความไม่เสถียร ในช่วงเวลาที่เหมาะสมที่เลือก (เส้นแนวตั้งสีแดงในแผนภูมิของ รูปที่ 2) แสดงเป็นแผนภูมิแท่ง ดังรูปที่ 3

บทสรุปการวิเคราะห์เชิงคุณภาพจากลายนิ้วมือโปรไฟล์แคริฟิเคชันนั้นแสดงความแตกต่างที่ชัดเจน: ดัชนีความไม่เสถียรของผลิตภัณฑ์ 1 คือ 0.16 และสำหรับผลิตภัณฑ์ 2 คือ 0.88 ภายใต้เงื่อนไขการทดสอบเหมือนกัน กล่าวอีกนัยหนึ่ง ดัชนีความไม่เสถียรของผลิตภัณฑ์ 2 แสดงให้เห็นระดับการแยกเฟสที่สูงกว่าผลิตภัณฑ์ 1 ซึ่งหมายความว่าผลิตภัณฑ์ 1 มีความเสถียรมากกว่าผลิตภัณฑ์ 2

## ตัวอย่างที่ 2: การทดสอบการเร่งอายุที่วิเคราะห์โดยเครื่อง LUMiFuge/LUMiSizer

ตัวอย่างถัดไปแสดงให้เห็นถึงการประยุกต์ใช้ดัชนีความไม่เสถียรเพื่อประเมินความเสถียรของผลิตภัณฑ์ เครื่องสำอางในระยะยาวแบบเร่งรัด รอบของการทำ Freeze/Thaw (แช่แข็ง/การละลาย) สามารถใช้กับอิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำ เพื่อเร่งการเกิดการรวมอนุภาค

ทำการประเมินสำหรับตัวอย่างผลิตภัณฑ์ครีมรองพื้น และครีมที่ขอบนน้ำแบบไม่มีไอออนิก ตลอดจนโลชั่นบำรุงผิวมือ ค่าดัชนีความไม่เสถียรถูกวิเคราะห์ทันทีหลังการผสมใน pilot plant ตามสูตร และหลังการใช้รอบการแช่แข็ง/การละลาย (24 ชั่วโมงที่ -20 °C, 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง) ผลค่าดัชนีความไม่เสถียรแสดง หลังจากการหมุนเหวี่ยงที่เครื่องฯ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่ RCA 2300 และ ตั้งค่าอุณหภูมิ 45 °C ในหลอดทดสอบ PC ขนาด 2 มม.

รูปที่ 4 เปรียบเทียบดัชนีความไม่เสถียรหลังการผสมตามสูตรก่อนการทดสอบอายุ ครีมที่ขอบนน้ำแบบไม่มีไอออนิกมีดัชนีความไม่เสถียรที่ต่ำมาก ซึ่งบ่งชี้ถึงความคงตัวสูงในแง่การเกิดชั้นครีมมิ่ง ครีมรองพื้น และโลชั่นทาผิวมีดัชนีความไม่เสถียรสูงกว่า

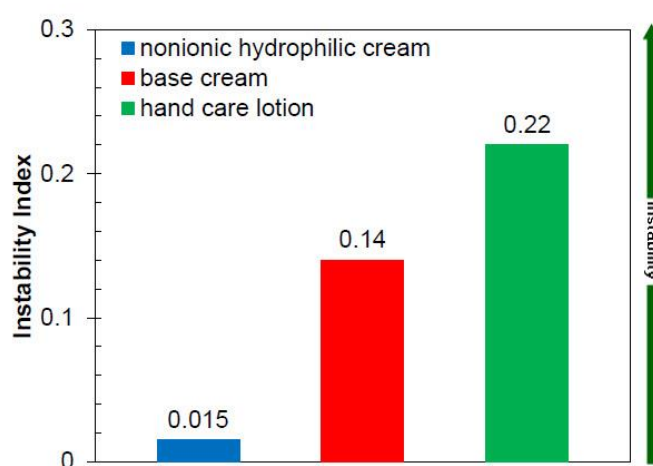


Fig. 4: Stability ranking of different oil-in-water emulsions immediately after formulation by Instability Index.

ที่น่าสนใจคือ ผลิตภัณฑ์สองตัวหลังมีพฤติกรรมที่แตกต่างกันมากเกี่ยวกับการทดสอบความเครียดจากการแช่แข็ง/การละลาย ตามที่รูปที่ 5 บ่งชี้ว่าครีมที่ชอบน้ำแบบไม่มีไอออนิก และครีมรองพื้นไม่เสี่ยงต่อการทดสอบรอบการแช่แข็ง/การละลาย และอาจจะบ่งชี้ว่าเป็นตัวอย่างผลิตภัณฑ์ประเภทที่มีความเสถียรต่อการเกิดการรวมอนุภาค เมื่อเปรียบเทียบกันแล้ว โลชั่นบำรุงผิวมือมีความไม่เสถียรอย่างมาก ซึ่งบ่งชี้ว่ามีความเปราะบางต่อการเกิดการรวมอนุภาค

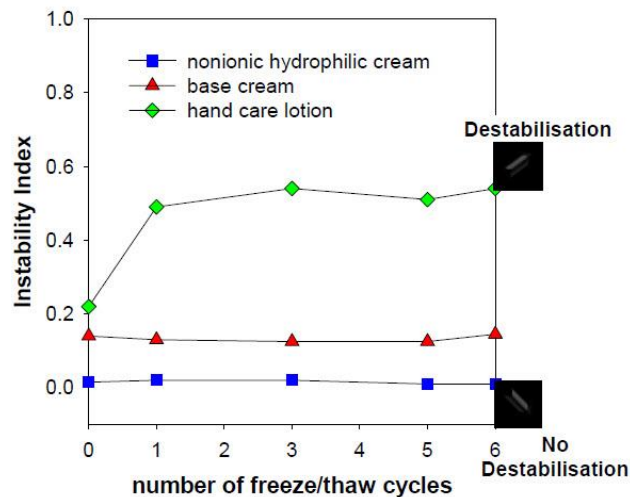


Fig. 5: Instability Index of oil-in-water emulsions plotted as function of the number of freeze/thaw cycles

ตัวอย่างที่ 3: ความคงตัวของอิมัลชันที่วิเคราะห์โดยมีปัจจัยเรื่องอุณหภูมิด้วยเครื่อง LUMiReader

อิมัลชันน้ำมันซิลิโคนในน้ำ ที่มีความเสถียรแบบคอลลอยด์แต่กระจายตัวแบบหลากหลาย (เสถียรต่อการเกิดการเกาะตัวและการรวมตัวกัน) ถูกเจือจางจากอิมัลชัน 10% m/m (น้ำมันซิลิโคน, Wacker AK100, บริษัท Wacker Chemie AG, เยอรมนี) เป็น 0.2% ด้วยน้ำ DI

อิมัลชันสต็อกเริ่มต้น ถูกผสมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ แบบโรเตอร์สเตเตอร์ (Ultra Turrax, IKA Werke GmbH & Co.KG, เยอรมนี) ที่ 24,000 รอบต่อนาที หลังจากเตรียมพรีอิมัลชันด้วยอิมัลซิไฟเออร์ 1% m/m (Lutensol TO 10, BASF AG, เยอรมนี) อิมัลชันสต็อกถูกเตรียมที่สถาบันเทคโนโลยีคาร์ลสรูเออ (KIT) สถาบันวิศวกรรมกระบวนการสาขาวิทยาศาสตร์ชีวภาพ ส่วนที่ 1: วิศวกรรมกระบวนการผลิตอาหาร (LVT)

สำหรับอิมัลชันที่ถูกเจือจาง วิเคราะห์ค่าดัชนีความไม่เสถียรโดยเครื่อง LUMiReader PSA (หลอดทดสอบ PC ขนาด 2 มม. ไม่มีการเอียง ความยาวคลื่น 870 นาโนเมตร) วิเคราะห์ตัวอย่างที่อุณหภูมิ 25 °C, 30 °C และ 45 °C ได้ค่าดัชนีความไม่เสถียรสำหรับ ROI ตั้งแต่ 37 ถึง 47 มม. (รูปที่ 6)



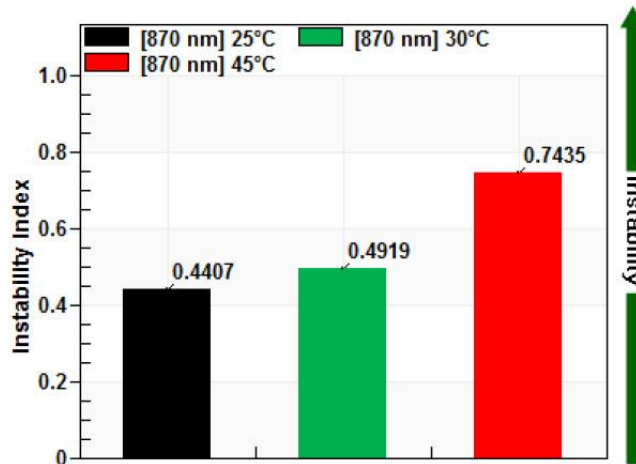


Fig. 6: Acceleration of stability testing by elevated temperatures of silicone oil-in-water emulsions for different measurement temperatures.

เป็นที่ทราบกันดีว่าอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ปรากฏการณ์ความไม่เสถียรเร่งตัวขึ้น ในการทดลองข้างต้น แสดงผลอย่างชัดเจน โดยดูค่าดัชนีความไม่เสถียรของแต่ละตัวอย่างที่อุณหภูมิทดสอบที่แตกต่างกัน (รูปที่ 6)

สามารถอธิบายถึงสาเหตุพื้นฐานสองประการ ประการแรก เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ความหนืดของเฟสต่อเนื่องลดลง และจากกฎของสโตกส์ ทำให้หยดน้ำมันแยก (เกิดเป็นชั้นครีมมิง) เร็วขึ้น ความหนืดของน้ำลดลงจาก 25 °C เป็น 30 °C ที่ 12% และดัชนีความไม่เสถียรเพิ่มขึ้น 14% ที่อุณหภูมิ 45 °C ความหนืดน้ำไม่ได้ถูกพิจารณาเพียงอย่างเดียว เราต้องคำนึงถึงการเกิดการรวมตัวกันที่เพิ่มขึ้น ที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น ซึ่งทั้งสองปัจจัยทำให้ค่าดัชนีความไม่เสถียรเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยยะสำคัญ

เห็นได้จากรูปที่ 6 โดยการเพิ่มขึ้นของ Instability Index 74% ที่ 45 °C เทียบกับค่าที่ 25 °C โดยการเปลี่ยนแปลงความหนืดน้ำจะมีเพียงประมาณ 49% เท่านั้น

การเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคกระจายที่สูงขึ้นเป็นสาเหตุที่สองของการเพิ่มขึ้น 74% นอกจากนี้ ข้อของอิมัลซิไฟเออร์เปลี่ยนเป็นแบบไม่ชอบน้ำมากขึ้นที่อุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งจะลดความสามารถของการสร้างความคงตัวของอิมัลซิไฟเออร์ ส่งผลให้อิมัลชันไม่คงตัวและแสดงค่าดัชนีความไม่เสถียรสูงขึ้นไปมากที่ 45 °C

### บทสรุป

ดัชนีความไม่เสถียรได้รับการยอมรับว่าเป็นเครื่องมือที่ทรงพลัง และใช้งานง่าย สำหรับการเปรียบเทียบตัวอย่างเบื้องต้นที่เกี่ยวกับการแยกเฟส และตัวอย่างที่มีปัจจัยที่ทำให้ความคงตัวลดลง เป็นวิธีการทางเลือกสำหรับการจัดอันดับผลิตภัณฑ์อย่างรวดเร็ว ตลอดจนการควบคุมคุณภาพ โดยการทดสอบตัวอย่างประเภทเดียวกันภายใต้สภาวะที่เหมือนกัน

สอบถามเพิ่มเติม บจก. อีเนจติก ซัน โทร. 095 8562473, 089 5362485

Email: [sales@energeticsun.tech](mailto:sales@energeticsun.tech) Web: <https://energeticsun.tech>