



动态光散射 vs. 激光衍射测量食用香精乳液的粒径分布

Jeffrey Bodycomb, Ph.D.

工业化生产的乳液类材料的效用往往是由粒径决定的。动态光散射能提供快速、准确、重现性好的纳米颗粒尺寸信息，因此是一种重要的纳米颗粒技术。激光散射同样也能用于表征这些重要的材料。尽管两种方法检测样品的原理和状态不同，但是测量结果的趋势是一致的。



图1: SZ-100 纳米颗粒分析仪

概述

许多香料（食物或饮料）乳液的颗粒分布对它们的性能有着非常重要的影响。粒径分布会影响口感、外观、以及乳液的稳定性（保质期）。因此，粒径分布的检测和控制对于不断提供最佳产品是非常重要的。

表征乳液粒径有两种光学方法——激光散射和动态光散射。这两种方法测量快速，稳定。但是，由于两种技术的原理不同，对于多数实际样品结果都会稍有偏差。这里对这两种方法进行了比较，以帮助读者了解为什么同一样品用不同测试方法结果可能会不同。

激光散射(Laser diffraction,LD) 可以说是当前最常用的粒径测试仪(1)，可以仅在几分钟内测量从十几纳米到几毫米的颗粒尺寸，且结果具有相当好的重复性，样品的状态既可以是干粉也可以分散于各种溶剂中。

动态光散射(Dynamic light scattering,DLS)一般是用于测量亚微米包括纳米级别的颗粒 (2)，测量范围从小于零点几纳米到几微米。与激光散射相同，测量迅速，重现性好，但是动态光散射只能用于测量液体状样品，如悬浮液或乳液。另一方面，测量所需的液体体积最多仅需几毫升。此外，颗粒表面的电荷，即Zeta电位也可以由相应的动态光散射仪器进行测量。



图2: LA-950 粒径分析仪

这里用以上两种方法测试了一系列的食品或饮料用乳液。一般来说，如果样品颗粒为规则球形且分布单一(极窄分布)，不同的测量技术也可以得到相同的结果。见TN156<硅溶胶作为粒径和电荷测量的参考材料(3)>。事实上，这两种粒径测量技术经常使用相同标准进行检查，只是未知形状或分布较宽的实际样品在测量时与激光发生的具体反应就比较模糊，只能作为近似球形处理，因此结果会有差异。

材料和方法

采用同一厂家四种不同的食品专用乳液进行测量。这四种乳液均为水连续相，但组成成分（原料）和加工过程不同。



样品首先由HORIBA LA-950激光散射仪进行测量。液滴的折射率用‘方法专家’(4) 根据散射光数据估算而得，与该材料的测试值非常接近。同一样品测试完以后立刻转移到SZ-100的样品池用动态光散射(DLS)再次进行测量。

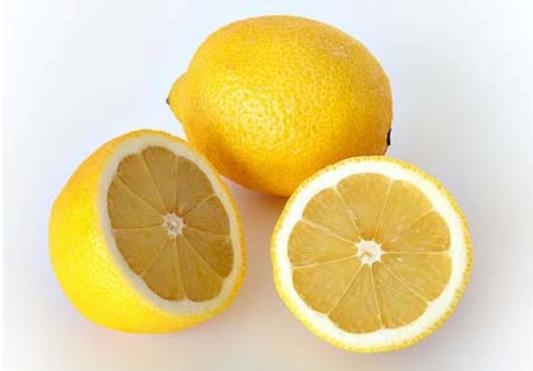


图3: 柠檬为烹饪和其他食物饮料提供了绝佳的风味。图片来源: André Karwath Wikimedia Commons

需要注意的是, 激光散射测量需要几十毫升至几百毫升的分散后样品(含分散介质), 而DLS仅需几滴, 但是这两种方法样品的用量都可以根据选用不同的样品池而改变, 总体来说是DLS法样品用量较小。

结果和讨论

LA-950和SZ-100的测量结果如下表所示。

	D ₅₀ (体积基准, nm)		Z-avg.
	LA-950	SZ-100	SZ-100
E-1	129.8	146.6	118.3
E-2	149.8	170.5	138.7
E-3	110.0	100.2	112.7
E-4	49.4	45.5	32.4

表1: 两种方法, 激光散射和动态光散射, 测量工业食品乳液的结果。Z 平均粒径对动态光来说较中径更稳定。

以上数据很清楚地表示, 激光散射和动态光散射的数据具有很好的一致性, 将两者的数据作图能更加明显地表现它们的相同趋势。

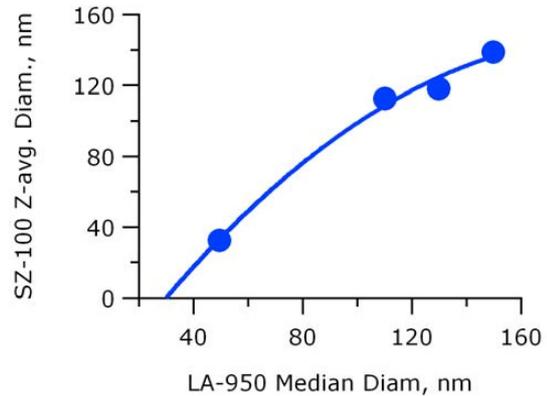


图4: 动态光散射所得的Z 平均粒径与激光散射所得的中径的一致性曲线。

两者粒径稍有偏差是由于两种技术的原理在根本上是不同的, 从而反映在相应的结果上。激光散射利用检测到的散射光强度随着角度的变化, 用 Mie 理论计算出粒径; 而 DLS 则是利用粒子在溶液中的布朗运动, 因此测量的实际上是流体力学粒径。两种方法中, 颗粒都被视为规则球形, 但是这种假设在不同方法中的运算差异会表现为结果的不同。此外, 大颗粒对结果的相对影响相比于小颗粒也完全不同。因此, 随着实际样品颗粒分布与单一窄分布曲线的差异, 所得的粒径分布也不同。

这一类工业材料, 一般无法达到完全规整的球形或单一窄分布, 但是在测量条件下, 样品(乳液)都是作为球形进行计算。此外, 即使形状不影响两种方法所得的结果时, 粒径分布的广度也会影响。但即使如此, 两种方法所得结果的趋势还是一致的。



图5: 冰淇淋是一种诱人的食物, 通常由测试中的乳液制作。图片来源: morguefile.com



结论

以上结果说明，SZ-100 和 LA-950 都可以用于测量亚微米的乳液液滴。而仪器的选择还依赖于其他的因素，比如在本次测量中，首要考虑的是客户的样品大颗粒占多数，而大颗粒的粒径超过了 SZ-100 的测量范围。

因此在选择仪器的过程中，与供应商的沟通是非常重要的，他们能评价多种不同的测量技术来作出最好的选择。

参考文献

- (1) ISO 13320 Particle Size Analysis – Laser Diffraction Methods – Part 1: General Principles
- (2) ISO 22412:2008 Particle Size Analysis – Dynamic Light Scattering
- (3) TN156 Colloidal Silica as a Particle Size and Charge Reference Material,
<http://www.horiba.com/fileadmin/uploads/Scientific/Documents/PSA/TN158.pdf>
- (4) <http://www.horiba.com/scientific/products/particle-characterization/technology/laser-diffraction/simplify-choosing-a-refractive-index-with-the-method-expert/>

Copyright 2012, HORIBA Instruments, Inc.

如需更多资料，请联系：

堀场(中国)贸易有限公司
HORIBA (China) Trading Co.,Ltd
上海市南京西路1468号1701室