

附件：凝胶强度测定法草案公示稿

凝胶强度测定法

本法用于测定供试品的凝胶强度（亦称凝冻强度），以评价其在特定条件下所形成的凝胶的力学性能。

凝胶强度系用探头垂直作用于供试品的力表示，即在特定的测定温度下，将特定面积的探头以一定速率下降至供试品表面下某一固定距离时所需的力，通常转化为重量来表示，单位为 g（明胶行业常用 bloom g，与 g 一致）；也可根据探头面积折算为单位面积（ cm^2 ）上所受的力（通常转化为重量来表达），单位为 g/cm^2 。

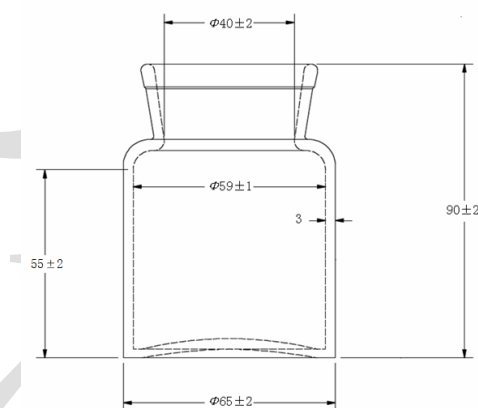
仪器装置

测试台 由底座、升降台、水平调节器、探头固定支架、探头下降位置与速率调节器等组成。

样品瓶 样品瓶 A 为带软塞的透明广口玻璃瓶（如图 1）；样品瓶 B 为经过磨制加工的玻璃杯或塑料杯，带可装卸的加高耐热材料，加高材料的上沿距样品瓶口至少 10mm（如图 2）。

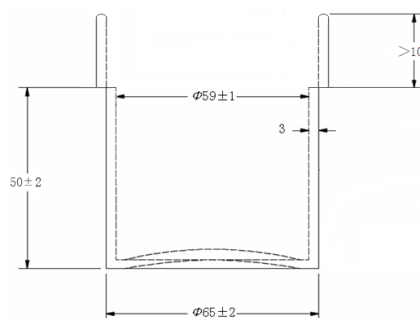
探头 为表面光滑、边缘尖锐、直径为 12.7mm 或其他直径的圆柱型探头（如图 3）。

恒温水浴箱 带制冷功能，可调节水平，温度控制精度为 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。



单位：mm

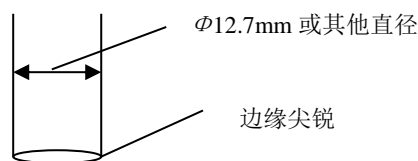
图 1 样品瓶 A 示意图



20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54

单位：mm

图 2 样品瓶 B 示意图



单位：mm

图 3 探头示意图

仪器的校正和检定 定期用校准用砝码对仪器的各量程进行校准,每次测定前确认测试台与恒温水箱保持水平。

凝胶的制备

第一法 选用样品瓶 A (仅适用于制备胶液过程中不易产生气泡,且制成的凝胶表面平整的供试品)

取供试品,按各品种规定的浓度和温度制备胶液,一般情况下,制备胶液的温度不低于环境温度,在制备过程中可能出现溶剂蒸发而减少的情况,可用相同温度的溶剂补充已蒸发的溶剂量。趁热将胶液小心转移至样品瓶 A 中,塞上软塞,放冷至室温(冷却过程中避免振动),置恒温水箱中,按各品种规定的凝冻温度和放置时间静置,使胶液冷却制成凝胶。

第二法 选用样品瓶 B (适用于制备胶液过程中容易产生气泡,或形成的凝胶表面不平整的供试品)

取供试品,按各品种规定的溶液浓度和温度制备胶液,必要时,同第一法用相同温度的溶剂补充已蒸发的溶剂量。趁热将胶液小心转移至已装置加高材料的样品瓶 B 中,胶液加至加高材料的上沿附近但不溢出,放冷至室温,置恒温水箱中,按各品种规定的凝冻温度和放置时间静置,使胶液冷却制成凝胶,取出,小心除去加高材料,并对待测凝胶表面进行平整处理,即得。

测定法

取上述制成的待测凝胶,置测试台上,一般在不超过 25°C 的环境下,立即以 0.5~1.0mm/s 的下行速度,使探头下行压至凝胶表面下凹 4mm 或各品种项下规定的距离时,读取所产生的重量 (g 或 bloom g); 或将所得的重量除以所选探头的面积 (cm²), 即得 (g/cm²)。

结果判定

取供试品,重复制备 3~5 份凝胶,测定,结果以平均值表示,测定结果的相对标准偏差不大于 10%。

【附注】

1. 凝胶制备过程中,避免胶液出现部分焦化或胶液溶解不完全而影响凝胶的均匀性;注意避免并消除气泡的影响,必要时可用抽真空脱气或超声脱气等方式消除气泡。

55 2. 为减少样品瓶内壁和底部对测定结果的影响，探头下压位置处于待测凝胶的中心位
56 置，下降距离控制在探头离样品瓶底部不少于 30mm。

57 3. 测试环境温度一般不超过 25℃，当制备凝胶的凝冻温度低于环境温度时，测定应在
58 5 分钟内完成。

起草单位：广东省药品检验所 联系电话：020-81853846 邮箱：fls@gdidc.org.cn

复核单位：中国药科大学

59 凝胶强度测定法起草说明

60 一、制订的目的意义

61 凝胶强度是高分子材料重要的力学性能，不但反映产品的内部质量和结构特性，也影响
62 产品的功能应用。很多药用辅料如明胶、海藻酸钠、卡拉胶、结冷胶等均将其作为重要的功
63 能相关性指标进行控制。通过调研，了解到市场上凝胶强度测定设备的原理基本一致，但测
64 定的参数和条件没有规范和统一要求，如测量杯的尺寸和探头规格各异，均会对测定结果有
65 直接影响，有必要对影响测定结果的各参数进行考察和规范。

66 二、重点说明的问题

67 1.在凝胶制备过程中，凝胶内部的气泡、残留不溶物以及凝胶表面不水平、不平整等，
68 均会导致受力不均匀而影响测定结果。

69 2.目前市场使用的探头边缘形状有直角和圆角两种规格。经对比考察探头边缘对低凝胶
70 强度的影响相对较大。根据调研情况和国际食品标准，建议统一采用边缘为直角的探头。

71 3.凝胶强度大，探头下降速度的影响相对较小；凝胶强度相同的样品，探头下降速度在
72 0.5~1.0mm/s 时，对测定结果影响较小。

73 4.探头下行距离对测定结果影响大，探头下降距离越大，测定值越大。拟订方法统一规
74 定测定下行 4mm 处的读数，特殊距离可在品种标准中另行规定。

75 5.探头下行距离底部越近，读数越大，当探头下行距离底部大于 30mm 时，可基本消除
76 底部反作用力对测定结果的影响。

77 6.当样品瓶内径小于 59mm，瓶壁的反作用力使测定结果偏大，当内径达 59mm 后，测
78 定结果稳定，瓶壁对测定结果影响较小。

79 7.当制胶温度高于测试环境温度时，放置时间对凝胶强度测定结果有影响，放置时间越
80 长，测定结果下降越大，为消除环境温度对测定结果的影响，测试应在 5 分钟内完成。