



Измерение крахмала на реометрах Anton Paar. Специализированные ячейки для крахмала



1 Введение

Крахмал часто используется в пищевой промышленности не только из-за его пищевой ценности, но и из-за его физических свойств. Способность крахмала к гелеобразованию широко используется для улучшения внешнего вида, стабильности, текстуры и качества продуктов. Мониторинг процесса гелеобразования затруднен из-за образования различных фаз при различных температурах. Поэтому была разработана специальная измерительная геометрия и температурная система с быстрым электрическим нагревом, которые совместно с реометром позволяют изучать процесс гелеобразования. Ячейка для крахмала от Anton Paar совместима с любым реометром серии MCR от Anton Paar.

С химической точки зрения крахмал представляет собой полисахарид, состоящий из связанных линейных или разветвленных компонентов глюкозы. Линейные молекулы называются амилозой, а разветвленные - амилопектином. Природный крахмал содержит амилозу и амилопектин, упакованные в крахмальные гранулы.

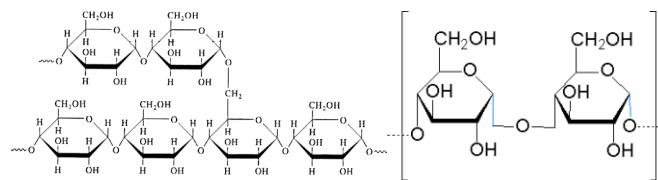
Гранулы крахмала не растворяются в воде. Перед гелеобразованием, готовят суспензию крахмала в водном растворе. Во время нагревания раствора гранулы крахмала набухают и лопаются. Амилоза вымывается из гранул. Если раствор охладить, то запускается процесс гелеобразования.

Очевидно, что гранулы крахмала с размером около 70 мкм в водном растворе не могут быть измерены с помощью систем плоскость/плоскость и конус/плоскость. Из-за седиментации гранул крахмала цилиндрические геометрии так же не подходят. Поэтому была разработана специальная трехлопастная мешалка, которая удерживает гранулы крахмала в объеме

и позволяет проводить точные измерения во время процесса гелеобразования. Все стандартные реологические тесты доступны для использования с этой измерительной системой.

2 Пример

Химическая структура крахмала очень сложна. Физические и реологические свойства могут варьироваться от образца к образцу. Стандартная гранула кукурузного крахмала содержит 74 - 78% амилопектина и 22-26% амилозы.



Амилопектин

Амилоза

Тибола - это кукурузный крахмал. Для проведения измерений использовалась концентрация 20г/100 мл.

3 Экспериментальная установка

Все эксперименты проводились с использованием реометра MCR Anton Paar и ячейкой для крахмала от Anton Paar, которая включает в себя температурную систему с электрическим нагревом и специальную мешалку для крахмала.

Для изучения процесса гелеобразования требуются высокие скорости нагрева и охлаждения образца.

Ни элементы Пельтье, ни жидкостные температурные системы не позволяют нагревать и охлаждать образец достаточно быстро, потому что

передача тепла в образец относительно медленная.

Для точного контроля температуры в образце используется температурная система с электрическим нагревом (C-ETD160/ST). Температурное устройство нагревается от охлаждающего круга, что обеспечивает быструю скорость нагрева и охлаждения.

В качестве аксессуара к реометрам серии MCR доступна ячейка для крахмала для работы под давлением, ячейка позволяет выполнять измерения при давлениях до 6 бар (0,6 МПа).

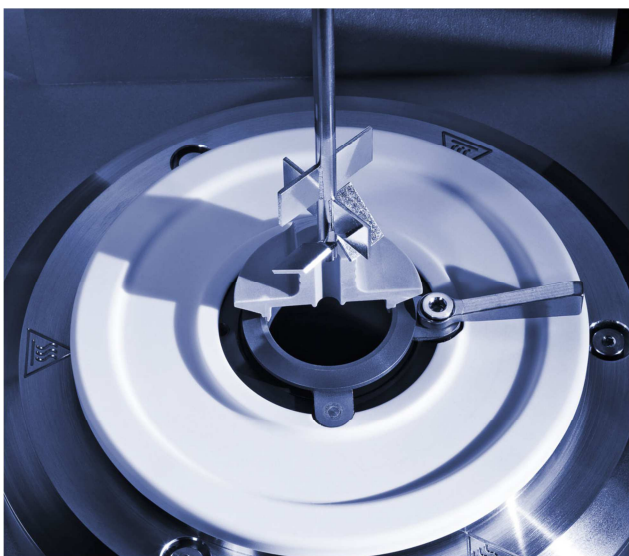


Рис. 1 Ячейка для крахмала для работы под давлением Anton Paar C-ETD 160/ST

3.1 Температурная зависимость

Этот тест проводили с использованием воды в качестве образца. Основной интерес заключался в оценке скорости нагрева и охлаждения и градиента между температурой в образце и датчиком в температурной системе. Температура воды в термостате составляла 15 °С, а скорость вращения была равна 600 об/мин. Использовались три разных скорости нагрева 5 °С/мин, 15 °С/мин и 30 °С/мин. Измерение начиналось при 20 °С, затем образец грели до 130 °С. Данную температуру выдерживали в течение 5 минут, а затем снова охлаждали до 20 °С.

3.2 Классический тест для анализа крахмала

При выполнении стандартного теста исследуют реологическое поведение кукурузного крахмала во время гелеобразования. Результаты сравнивались с литературными данными.

Эксперимент начался при 35 °С. Образец нагревали до 95 °С со скоростью нагрева 15 °С/мин. При 95 °С температуру выдерживали в течение 8 минут, а затем охлаждали до 50 °С с максимальной скоростью охлаждения. Скорость вращения во время теста была установлена на 160 об/мин.

3.3 Воспроизводимость результатов

В этом тесте демонстрируется различное поведение устойчивого кукурузного крахмала по сравнению с необработанным кукурузным крахмалом, который анализировали в предыдущем эксперименте, а так же проверяется воспроизводимость экспериментов с крахмалом.

Измерение началось при 50 °С. Образец нагревали до 95 °С со скоростью нагрева 15 °С/мин. При 95 °С температуру выдерживали в течение 12 минут, а затем охлаждали до 50 °С с максимальной скоростью охлаждения. Скорость вращения во время теста была установлена на 160 об/мин.

3.4 Испытание при повышенном давлении

Чтобы исследовать влияние давления на процесс гелеобразования крахмала, следующий эксперимент проводили при атмосферном давлении и при давлении в 4 бар (0,4 МПа).

Измерение начинается при 50 °С. Далее образец нагревали до 100 °С со скоростью нагрева 15 °С/мин. При 100 °С температуру выдерживали в течение 5 минут, а затем охлаждали до 50 °С с максимальной скоростью охлаждения. Скорость вращения во время теста была установлена на 160 об/мин.

4 Результаты и выводы

4.1 Температурная зависимость

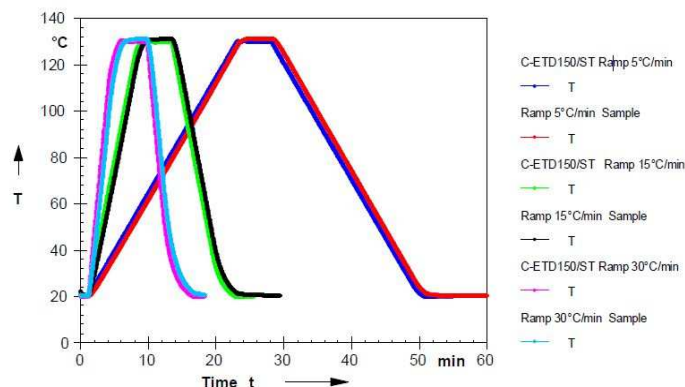


Рис.2 Температурная зависимость: Разница температур между температурой образца и датчиком температурной системы

На рисунке 2 показано, что градиент температуры между образцом и температурной системой очень мал. И независимо от скорости нагрева образец имеет практически ту же температуру, что и нагреватель.

4.2 Стандартный тест для анализа крахмала

На рис.3 показано стандартное поведение кукурузного крахмала во время эксперимента гелеобразования. Пока гранулы крахмала нагреваются, они поглощают воду и начинают набухать. Данный процесс отображается резким возрастанием вязкости на графике. При определенной температуре достигается максимальная вязкость, которая равна максимальному объему до разрыва гранул. Если в этот момент температура повышается, гранулы крахмала разрываются и вымываются. Разрушение гранул приводит к значительному снижению вязкости.

Как только образец крахмала охлаждается, происходит гелеобразование амилозы и молекул амилопектина, что приводит к увеличению вязкости. Этот процесс гелеобразования и построение структурной решетки сильно зависит от скорости охлаждения. Подобное реологическое поведение кукурузных крахмалов, как показано в этом тесте, можно найти в литературе^[1].

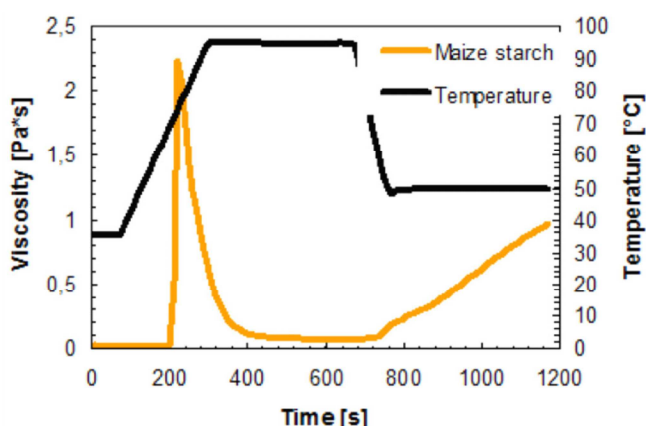


Рис. 3 Стандартный тест для анализа крахмала: реологическое поведение кукурузного крахмала

4.3 Воспроизводимость результатов

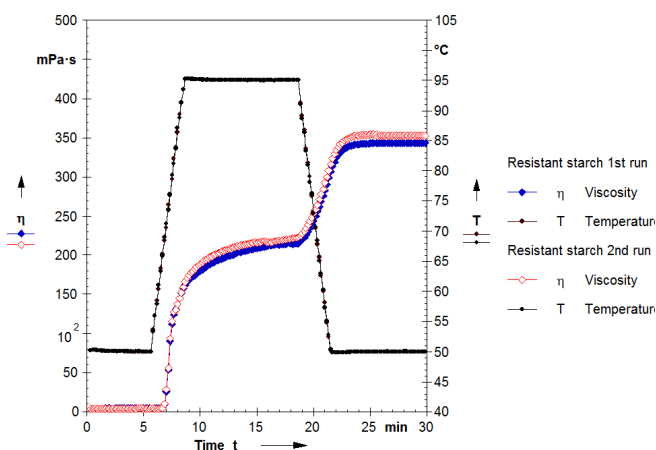


Рис. 4 Тест на воспроизводимость: Два цикла температурной зависимости устойчивого крахмала.

На рис.4 показано поведение устойчивого крахмала во время стандартного теста. Устойчивые свойства были вызваны химическими реакциями с многофункциональными реагентами.

Вязкость возрастает в процессе нагревания из-за набухания гранул крахмала, как в предыдущем эксперименте. Устойчивые свойства можно рассматривать как постоянное значение вязкости. Гранулы устойчивого крахмала более стабильны, чем гранулы необработанного крахмала.

Они не лопаются при высоких температурах. Этот эффект связан с образованием сетки, вызванной химическими реакциями во время производства крахмала.

Воспроизводимость экспериментов по крахмалу превосходна. Это связано с быстрым термостатированием и специальной мешалкой, которая удерживает природные гранулы крахмала в растворе.

4.4 Анализ крахмала под давлением

На рис.5 показано поведение крахмала Consista во время стандартного теста при атмосферном давлении и при давлении в 4 бара, соответственно. Набухание гранул крахмала, по-видимому, не зависит от повышенного давления. Обе кривые выглядят одинаково.

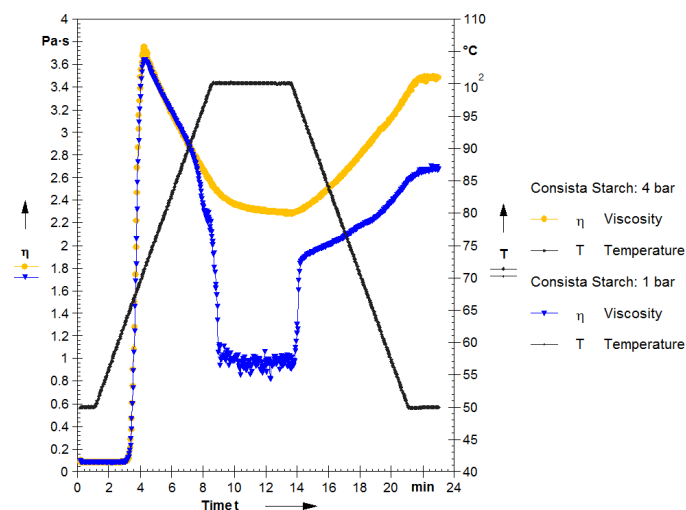


Рис. 5 Измерение крахмала Consista при атмосферном давлении и давлении в 4 бар

После достижения максимума вязкости можно увидеть огромную разницу между измерениями при атмосферном давлении и при давлении в 4 бар. При атмосферном давлении вязкость образца быстро снижается. При 4 бар вязкость также сначала снижается, однако при достижении определенного уровня вязкость остается почти постоянной. Вероятно, более высокое давление препятствует разрыву и вымыванию некоторых гранул крахмала или начало гелеобразования происходит раньше из-за более высокого давления.

При охлаждении обе кривые вязкости повышаются, что представляет собой процесс гелеобразования. Наклон кривой для давления 4 бара немного круче и показывает значительно более высокую вязкость по сравнению с кривой для 1 бара.

По-видимому гелеобразование крахмала под давлением ведет себя подобно большинству жидкостей и гелей в тех же условиях. Вязкость увеличивается с увеличением давления, потому что количество свободного объема во внутренней структуре уменьшается из-за сжатия. Поэтому молекулы более ограничены в своей мобильности. Это увеличивает силы внутреннего трения и, как следствие, сопротивление потоку. Зависимость вязкость/давление возрастает с увеличением степени разветвленности молекул^[2].

5 Заключение

Для точных измерений и мониторинга гелеобразования крахмала требуется температурная система с высокими скоростями нагрева и охлаждения и подходящая геометрия мешалки. В этих условиях процессы гелеобразования контролируются точно и просто. Данные, полученные на реометре Anton Paar сопоставимы с данными специализированных измерительных приборов. Гелеобразование под давлением в 4 бар приводит к упрочнению структурной сетки крахмала и более высокой вязкости, чем при атмосферном давлении.

6 Литература

[1] Belitz H.-D., Grosch W., Food Chemistry, Springer-Verlag, New York, USA, 1992

[2] Mezger T., The Rheology-Handbook, Vincentz Verlag, Hannover, Germany, 2002.

Measurements: Monika Bernzen, Patrick Heyer
Text: Patrick Heyer

Date: 2015

Контактные данные:

Tel: +49 711 720 91 600

rheo-application@anton-paar.com

<http://www.anton-paar.com>

Эксклюзивный дилер в России:

ООО "АВРОРА"

paar@avroora-lab.com

www.paar.ru

+7(495)-258-83-05/-06/-07