Реологические тесты для определения расслаивающей стабильности маловязких дисперсий молочных напитков на примере шоколадного молока

Многие сдерживали голод и жажду между приемами пищи с помощью молочного напитка, такого как шоколадное молоко. Самый оптимальный вариант, когда оно не расслаивается или расслаивается очень медленно. В этой статье описываются новые возможности измерения реологических характеристик дисперсий с низкой вязкостью. Основное внимание уделяется анализу поведения расслаивания (стабильности при хранении) с использованием технологии, которая измеряет в ранее недостижимых диапазонах.

1 Введение

Многие сдерживали голод и жажду между приемами пищи с помощью молочного напитка, такого как шоколадное молоко. Самый оптимальный вариант, когда оно не расслаивается или расслаивается очень медленно. В этой статье описываются новые возможности измерения реологических характеристик дисперсий с низкой вязкостью. Основное внимание уделяется анализу поведения расслаивания (стабильности при хранении) с использованием технологии, которая измеряет в ранее недостижимых диапазонах.

Г-жа К., руководитель испытательной лаборатории отдела пищевых технологий, должна предложить методы измерения для обеспечения качества (ОК) недавно разработанных жидких молочных продуктов. Особое внимание в ходе обсуждения было уделено двум темам:

1. Поведение потока при смешивании добавок, при перекачке и при наполнении контейнеров
2. Стабильность дисперсии: поведение при хранении, разделение, седиментация.

2 Условия испытания

Все измерения проводились с помощью реометра от Антон Паар. Ротационные вискозиметры с цилиндрическими измерительными системами уже несколько лет используются в лаборатории г-жи К. для определения вязкости различных жидких пищевых продуктов. Образец помещается в мерную чашку с внешним контролем температуры. Затем измерительный боб перемещается в положение измерения, так что для измеряемой жидкости создается кольцевой зазор. Затем боб вращается с различными заданными скоростями.

3 Результаты и Выводы

3.1 Поведение потока, Вязкость и Ротационные тесты

Сопротивление потоку в виде крутящего момента регистрируется измерительной головой прибора, и вязкость рассчитывается исходя из этого с помощью программного обеспечения. Физической основой здесь является закон Ньютона, и:

вязкость [Па*с] = напряжение сдвига [Па] / скорость сдвига [1/с].

Для идеальных вязких жидкостей достаточно проводить измерения при одной скорости (или скорости сдвига), поскольку вязкость постоянна и не зависит от скорости потока. Однако большинство пищевых продуктов имеют сложную структуру, поэтому разные условия сдвига приводят к разным значениям вязкости для одного и того же образца. Вот почему коллеги г-жи К. из отдела разработки и обеспечения качества заинтересованы в определении кривой вязкости, которая охватывает максимально возможный диапазон скоростей сдвига.

К сожалению, результаты испытаний, доступные г-же К., были очень ограниченными, особенно для образцов с низкой вязкостью, поскольку вискозиметр в лаборатории не мог определить достаточно низкие значения крутящего момента. Однако недавно лаборатория приобрела очень современный реометр с воздушным подшипником. Используя систему измерения с двойным зазором, г-жа К. теперь может измерять в недостижимом ранее широком диапазоне скоростей сдвига. На рисунке 1 показано исследование шоколадного молока в течение почти 5 декад скоростей сдвига с помощью одного измерения.

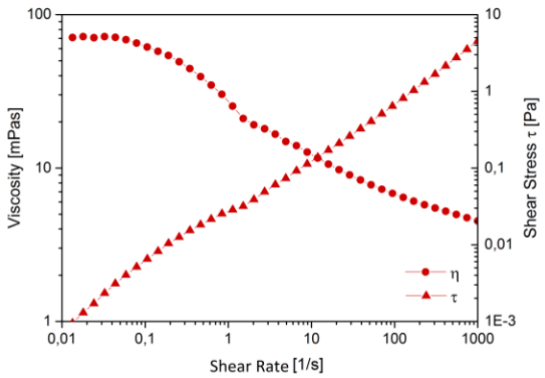

Рисунок 1: Кривая течения и вязкости (ротационный тест) для образца шоколадного молока.

Показано следующее:

1. Кривая течения (напряжение сдвига в зависимости от скорости сдвига)
2. Кривая вязкости: Вязкость падает с увеличением скорости сдвига (с η = 88 мПа*с при ẏ = 0,02 1/с до η = 5,2 мПа*с при ẏ = 1000 1/с
   Такое поведение называется “Сдвиговым утоньшением” (псевдопластичным).

По словам ответственных лиц, поведение потока не вызывает значительных проблем при производстве и дальнейшей переработке жидких молочных продуктов. Стабильность дисперсии оценивается как проблематичная, что побудило г-жу К. искать другой метод испытаний.

3.2 Стабильность дисперсии, вязкоупругое поведение и осцилляционные испытания

Об устойчивости дисперсий можно судить по двум критериям:

1. Можно наблюдать долговременную стабильность при хранении, то есть поведение в состоянии покоя после длительного периода времени в состоянии покоя. Это можно описать осцилляционными тестами, такими как амплитудная развертка или частотная развертка.
2. Также можно наблюдать стабильность непосредственно после сильного сдвига, т.е. поведение в состоянии покоя сразу после процесса течения, т.е. после перемешивания, заполнения или встряхивания. Это можно смоделировать с помощью тестов структурной регенерации в виде ступенчатых тестов.

В обоих вариантах образец оценивается в состоянии покоя, хотя предыдущие условия различаются. Для анализа лучше всего использовать осцилляционные тесты. Здесь г-жа К. также работает с системой двойного зазора. Измерительный боб осциллируется с определенным отклонением (амплитудой) и частотой вокруг своей оси вращения. Сопротивление образца сдвигу затем регистрируется измерительной головой реометра в виде двух независимых необработанных значений (крутящий момент и фазовый сдвиг во времени). Затем эти два значения представляются как модуль накопления G' и модуль потерь G'' с использованием программного обеспечения. G' описывает упругую часть, а G'' - вязкую часть вязкоупругого поведения.

Физической основой являются закон вязкости Ньютона, закон упругости Гука и дифференциальное уравнение Максвелла, представляющее собой комбинацию этих двух законов.

а) Амплитудная развертка для определения долговременной стабильности

Г-жа К. использует амплитудную развертку, чтобы охарактеризовать консистенцию в состоянии покоя в отношении стабильности дисперсии при длительном хранении. Этот осцилляционный тест проводится с постоянной частотой и переменной амплитудой. На рис. 2 показаны результаты испытаний трех образцов: чистого молока (Mi) и двух разных образцов шоколадного молока (SM 1 и SM 2).

	G'[мПа]	G''[мПа]	tan(δ)	|η*|[мПа*с]
Mi		1.2	> 1000	1.9
SM 1	0.85	3.3	3.9	5.4
SM 2	4.8	10	2.1	18

Таблица 1: Результаты амплитудной развертки для чистого молока (Mi) и двух разных образцов шоколадного молока (SM 1 и SM 2), см. Рисунок 2.

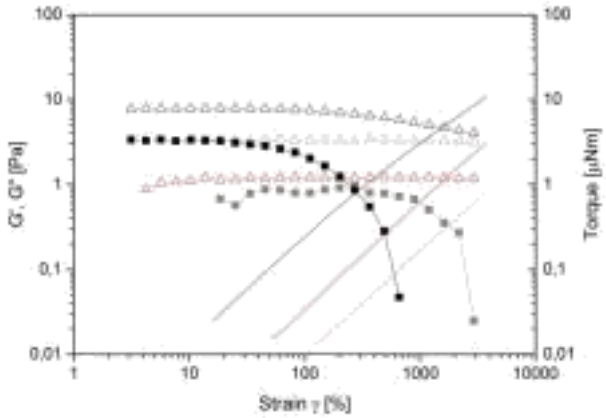

Рисунок 2: Амплитудная развертка (осцилляционный тест): сравнение чистого молока и двух разных образцов шоколадного молока (см. Таблицу 1).

Образец чистого молока не имеет значительной упругой части и, следовательно, демонстрирует чисто вязкое поведение (G'' >> G'; комплексная вязкость * = приблизительно 2 мПа*с, см. Таблицу 1. Вязкая часть также преобладает над упругой частью (G'' > G') в обоих образцах шоколадного молока. Однако значение отношения обеих частей значительно ниже (коэффициент потерь tan(δ) = G''/G', см. табл. 1), чем для пробы чистого молока. Образец SM 2 имеет тенденцию к меньшему осаждению и показывает более высокие значения как для G', так и для G'', чем образец SM 1. Это также отражается в значениях комплексной вязкости: SM 2 с прибл. 20 мПа*с и SM 1 прибл. 5 мПа, см. табл. 1. Анализируется только часть графика с низкими значениями деформации, в которой кривые G' и G'' показывают почти постоянные значения плато. Это так называемый диапазон линейных вязкоупругих деформаций. За пределами этого диапазона консистенция в покое внутренней надстройки дисперсии уже значительно нарушена.

Этот тест был проведен с использованием опции DSO («прямая деформационная осцилляция»). Это позволяет определять недостижимые ранее низкие крутящие моменты. Стабильные результаты измерений достигаются уже при крутящем моменте M = ок. 0,01 мкНм = 10^{-8} Нм = 10 нНм (!) (см. Рисунок 2).

b) Ступенчатый тест для оценки структурной регенерации

Ступенчатый тест описывает стабильность дисперсии (например, поведение при седиментации) сразу после интенсивного сдвига. Ступенчатый тест имитирует процессы в диспергировании (теперь уже в состоянии покоя) непосредственно после заполнения производственной линии или после часто ненужного, но более или менее неосознанного действия по встряхиванию контейнера перед открытием. Г-жа К. выполняет следующий трехэтапный тест:

1. Осцилляция с постоянной частотой и постоянной амплитудой в линейном вязкоупругом диапазоне («постоянство в состоянии покоя» перед сдвигом),
2. Вращение с относительно высокой скоростью сдвига для разрушения надстройки, т.е. при = 1000 c^{-1},
3. Осцилляция в тех же условиях, что и в первом испытательном интервале, для оценки структурной регенерации, зависящей от времени.

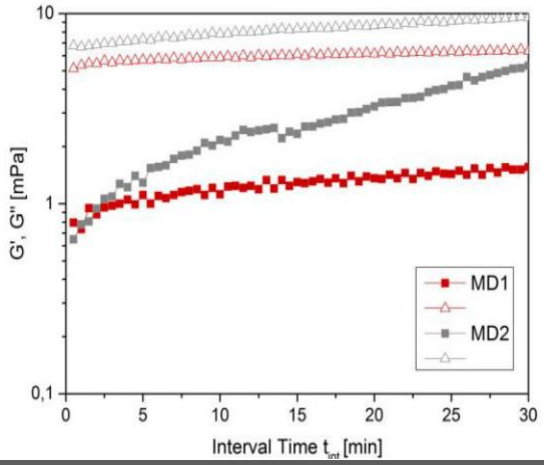

Рисунок 3: Зависимая от времени структурная регенерация (осцилляционный тест): сравнение двух разных молочных напитков

На рис. 3 показан третий тестовый интервал для двух разных молочных напитков. Оба образца показывают G'' > G' на протяжении всего проиллюстрированного интервала. Значение G' для MD 2 возрастает быстрее, чем значение G' для MD 1, и, следовательно, MD 2 демонстрирует более быструю структурную регенерацию непосредственно после интенсивного сдвига. Такое поведение снижает седиментацию частиц в исследуемых дисперсиях. Крутящий момент в этом интервале испытаний также определялся при очень низких значениях, а именно в диапазоне M = 0,1 мкНм.

Таким образом, у г-жи К. есть все возможности для описания поведения различных напитков с молоком.

4 Заключение

Представлены реологические тесты для характеристики дисперсий с низкой вязкостью (на примере различных молочных напитков) в виде кривых течения и вязкости (осцилляционные тесты), амплитудных разверток (осцилляционные тесты) и тестов структурной регенерации (ступенчатые тесты). Опция DSO (прямая деформационная осцилляция) позволяет измерять стабильные значения при ранее недостижимых крутящих моментах, начиная с M = 10^{-8} Нм.