

RHEOTEST Medingen

Реометр RHEOTEST® RN и капиллярный вискозиметр RHEOTEST® LK

Область применения: пищевые и пищевкусковые продукты



Постановка задач в области научных исследований и новых разработок

Пищевые и пищевкусковые продукты с реологической точки зрения охватывают весьма широкий ассортимент продукции. Он простирается от ньютоновских жидкостей с очень низкой вязкостью через вязкотекучие или кашицеобразные/пастообразные продукты до почти твердых веществ. Главными задачами в области научных исследований и новых разработок являются, как известно, новые разработки продуктов и целенаправленное улучшение свойств продукции для современного ассортимента. При этом решающую роль играют реологические свойства продукции. Исходя из многообразия имеющейся продукции они в равной степени весьма многочисленны. Некоторые особенно характерные реологические критерии приведены далее, а их сбор и обработка с помощью измерительной техники представлена более подробно на последующих листах:

- ⇒ **Регламентирование и оценка качества сырья и его свойств при переработке**
К ним относятся прежде всего вязкость, предел текучести и способность к клейстеризации
- ⇒ **Исследования структуры продукта и ее изменения в ходе технологического процесса**
При этом отличительными чертами среди других являются предел текучести, стойкость к разрушению и тиксотропные свойства
- ⇒ **Разработка пищевых продуктов с текстурой, которая способствует потреблению**
(положительные органолептические ощущения при откусывании, пережевывании и проглатывании)
С одной стороны качество текстуры коррелирует с точно определяемыми реологическими величинами, такими как вязкость, предел текучести и модуль упругости. Однако она также оценивается эмпирическими величинами, которые определяют качественными методами измерений или методами моделирования.

Постановка задач в области контроля качества

Для контроля качества полупродуктов и готовой продукции предназначены методики измерений и оценки, которые установлены в стандартах качества, связанных с данным предприятием. К ним относятся прежде всего физически точные реологические измерения. Определяемые при этом с помощью реометра реологические параметры должны отражать важные свойства контролируемого продукта. Они должны также обеспечивать хорошую сравнимость во всей гамме продукции отдельно взятого производителя и быть метрологически достоверными для поставщика и конечного потребителя. Только со стандартными, физически точными методами измерений можно достигнуть высокой воспроизводимости и хорошей сравнимости результатов измерений. Для их обработки необходимо применять для конкретного продукта или конкретного реологического свойства пригодный алгоритм обработки результатов.

Важными реологическими параметрами являются: предел текучести, нулевая вязкость или вязкость в покое, вязкость, которая зависит от скорости среза и конечная вязкость.

Качественными параметрами, например, являются: способность к клейстеризации крахмала и стойкость к разрушению йогурта. Ниже описаны методы измерений для их определения и графически представлены типичные результаты измерений. Встречающееся еще и сегодня, прежде всего на малых предприятиях, применение эмпирически методов и методов моделирования не на физических основах приводит к весьма ограниченной сравнимости результатов измерений.

Возможные способы измерений:

Способы измерений для характеристики способности к клейстеризации крахмалопродуктов

Измерения с регулируемой скоростью среза (Controlled Rate Tests – CR-Tests)

- ⇒ Постоянный градиент среза при определенном профиле температуры
- Пример: смотри рисунок 1

Способ измерений для характеристики кашцеобразных овощных и фруктовых продуктов (яблочная мякоть, кетчуп)

Измерения с регулируемой скоростью среза (Controlled Rate Tests – CR-Tests)

- ⇒ Линейные ramпы с регулируемой скоростью среза в прямом и обратном направлении для исследования зависящих от скорости среза и времени свойств текучести (тиксотропия)
- Пример: смотри рисунок 2

Измерения с регулируемым напряжением сдвига (Controlled Stress Tests – CS-Tests)

- ⇒ Линейные ramпы с регулируемым напряжением сдвига для измерения предела текучести
- Пример: смотри рисунок 3

Способ измерений для определения реологических свойств шоколада

Измерения с регулируемой скоростью среза (Controlled Rate Tests – CR-Tests)

- ⇒ Равновесные кривые текучести при регулируемой скорости среза в диапазоне градиентов:
5 ... 60 с⁻¹ по стандарту OICCC
0,1 ... 200 с⁻¹ по Чойшнеру (Tscheuschner)
- Пример: смотри рисунок 4

Способ измерений для определения реологических свойств йогурта и сливок

Измерения с регулируемым напряжением сдвига (Controlled Stress Tests – CS-Tests)

- ⇒ Линейные ramпы с регулируемым напряжением сдвига для определения стойкости к разрушению
- Пример: смотри рисунок 6

Измерения с регулируемой скоростью среза (Controlled Rate Tests – CR-Tests)

⇒ Линейные рампы с регулируемой скоростью среза в прямом и обратном направлении для исследования зависящих от скорости среза и времени свойств текучести (тиксотропия)

Пример: смотри рисунок 5

Точные измерения вязкости жидкостей с низкой вязкостью (например сусло, пиво, молоко)

Измерения в одной точке с помощью запатентованного капиллярного вискозиметра RHEOTEST® LK. 25 мл исследуемого продукта автоматически засасывается через капилляр из высококачественной стали и после определения вязкости возвращается назад в измерительный стаканчик.

(Результат измерений через 25 с)

Пример: смотри рисунки капиллярный вискозиметр RHEOTEST® LK

Определение свойств клейстеризации крахмала

Определение свойств клейстеризации крахмала муки выдвигает особые требования к реометрии, поскольку величина вязкости может увеличиваться более, чем на 3 порядка. Кроме того, процесс клейстеризации очень сильно зависит от температуры и времени.

Для снятия кривых клейстеризации суспензия мука-вода со специальным датчиком "перемешивается" при постоянном числе оборотов, при этом она определенным образом нагревается и снова охлаждается. Измеряется момент вращения. По нему микропроцессором реометра рассчитывается вязкость и графически представляется на экране персонального компьютера. Эта методика измерений применяется, например для чистых, природных или модифицированных крахмалов.

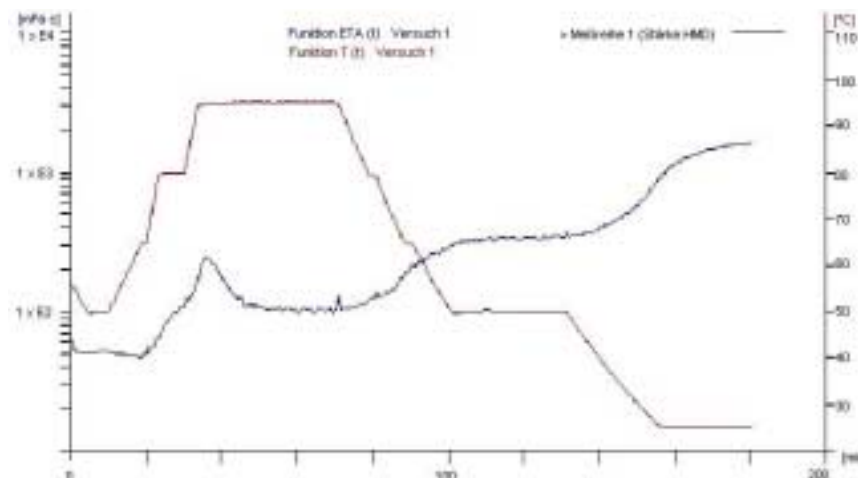


Рис. 1: Изменение вязкости при определенном профиле температура-время

Примечание:

Вязкость и температура в максимуме клейстеризации находятся в тесной зависимости с качеством ржи и свойствами дрожжей. Так, например, высокие значения вязкости при высокой температуре характерны для недостатка ферментов.

Конфигурация прибора

- Реометр RHEOTEST® RN со штативом и программным обеспечением для CR-тестов и управления термостатом
- Специальная измерительная система, состоящая из термостатированного измерительного стакана, мешалки крахмала и датчика температуры
- Криостат K8-0 E10
- Персональный компьютер с принадлежностями и принтером

Определение свойств текучести кашицеобразных овощных и фруктовых продуктов

Кашицеобразные овощные и фруктовые продукты представляют собой высококонцентрированные суспензии из клеточной жидкости, измельченной твердой фазы и примесей. В зависимости от цели переработки долю жидкости увеличивают добавлением воды или уменьшают путем концентрации. Суспензии с высокой концентрацией являются неньютоновскими жидкостями. При очень высоких градиентах среза в исследуемом продукте проявляются эффекты изменения структуры и ориентации. Кроме того, относительно часто в исследуемом продукте наблюдается разрушение твердых частиц. Яблочная мякоть и кетчуп проявляют пластические свойства текучести с четким пределом текучести и с результатами измерений, которые сильно зависят от времени. Хорошая воспроизводимость результатов измерений требует коррекции измеряемых величин программными средствами, когда вносятся поправки на встречающиеся пристенные эффекты и обусловленные продуктом изменения профиля градиента среза в зазоре.

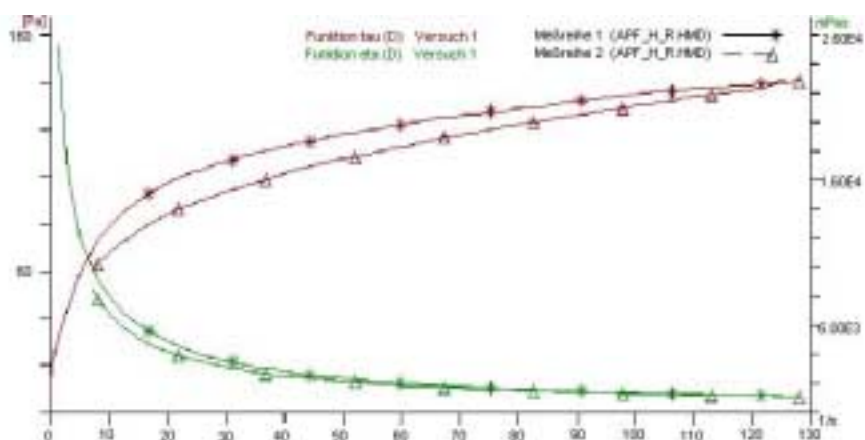


Рис. 2: Рампы градиента среза в прямом и обратном направлении

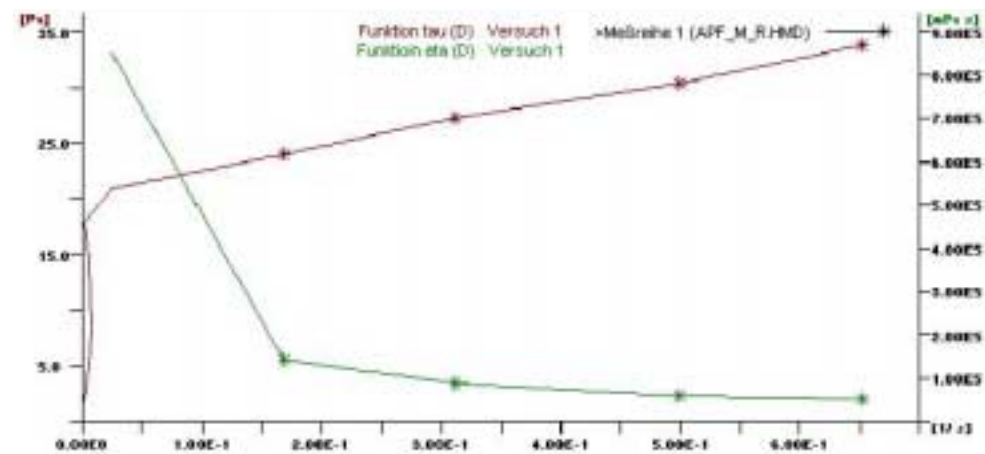


Рис. 3: Медленные рампы напряжения сдвига для измерения предела текучести

Примечание:

Реологические свойства, особенно предел текучести и вязкость, зависят от температуры, концентрации твердых веществ, содержания растворенных веществ в жидкой фазе (сахар, пектины), формы частиц и распределения частиц по размерам диспергированных твердых веществ, твердости и деформируемости твердых частиц, взаимодействия и свойств внешней поверхности.

Конфигурация прибора:

- Реометр RHEOTEST® RN со штативом и программным обеспечением для CR- / CS-тестов и управления термостатом
- DIN цилиндрическая измерительная система S1, H1, H2 с измерительным стаканом и термостатированным сосудом
- Криостат K8-0 E10
- Персональный компьютер с принадлежностями и принтером

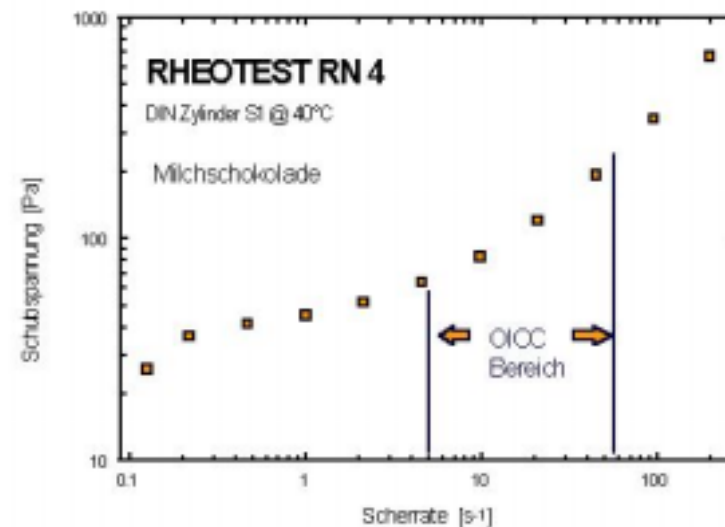
Оценка качества шоколадной массы с помощью кривых текучести по стандарту OICCC и /или в широком диапазоне градиента среза (по Чойшнеру)

Шоколад представляет собой многофазную суспензию масла какао с дисперсными твердыми веществами какао, сахаром, порошковым молоком. Наряду с концентрацией и гранулометрическим составом твердых веществ также и влажность и содержание лецитина имеют большое влияние на реологические свойства. Реологические свойства характеризуются пределом текучести и снижением вязкости до равновесной величины вязкости при высоких градиентах среза. В современной практике в зависимости от интересующего параметра проводят измерения равновесных кривых текучести при регулируемом градиенте среза по стандарту OICCC либо по Чойшнеру.

Предусмотренное в стандарте OICCC ограничение диапазона градиента среза ($5 \dots 60 \text{ c}^{-1}$) гарантирует, что при расчете по уравнению КАССОНА (CASSON) параметров модели η_{CA} и τ_{CA} не будет превышен предел ошибки в 3%. Недостатком является то, что не достигается согласование η_{CA} с равновесной вязкостью η_{∞} и τ_{CA} с пределом текучести. Это значит, что фактический предел текучести τ_0 часто находится только при 25% параметра модели τ_{CA} . Исследования Чойшнера показали, что предел текучести при срезе шоколада лежит в диапазоне градиентов среза $0,08 \dots 0,12 \text{ c}^{-1}$. Отсюда следует, что напряжение среза, измеренное при градиенте среза $0,1 \text{ c}^{-1}$ *определяется как предел текучести τ_0* . Равновесная вязкость η_{∞} (вязкость при градиенте среза $\rightarrow \infty$) почти достигается при градиенте среза 200 c^{-1} . Полный ход функции текучести описывается структурной составляющей вязкости при градиенте среза 1 c^{-1} и показателем кинетики разрушения структуры.

Комментарий:

Для измерения предела текучести τ_0 требуется измерение с регулируемым напряжением сдвига (CS-Test). При этом напряжение сдвига медленно повышается. Величина напряжения сдвига, при котором начинается течение пробы (градиент среза $> 0 \text{ c}^{-1}$) является пределом текучести τ_0 .



Примечания:

Существенное влияние на реологические свойства шоколадной массы оказывает структурное состояние твердых компонентов. Это структурное состояние изменяется в процессе обработки шоколадной массы на коншмашине (значительные силы среза при температуре 60 ... 100 °С) и снова стабилизируются добавкой эмульгатора. Поддержание правильного состояния в коншпроцессе обычно контролируется путем измерения кривых текучести. Это можно осуществлять в лаборатории, *но также и квазинепрерывно на коншмашине*, если для этого использовать разработанное нами рабочее место для измерений специально для квазинепрерывного контроля шоколадной массы.

Конфигурация прибора

- Реометр RHEOTEST® RN со штативом и программным обеспечением для CR- / CS-тестов и управления термостатом
- DIN цилиндрическая измерительная система S1 с приспособленным проточным датчиком и термостатированным сосудом
- Криостат K8-0 E10
- Персональный компьютер с принадлежностями и принтером

Контрольные испытания свойств текучести йогурта и сливок

С учетом реологических свойств можно разделить йогурты на **стойкие к разрушению йогурты** (их ферментация происходит в упаковке и они сохраняют свою структуру геля вплоть до потребления) и **йогурты, получаемые перемешиванием** (ферментация проводится в больших емкостях; при последующем перемешивании геля образуется псевдопластическая жидкость). **Сливки** с реологической точки зрения можно сравнить с йогуртом, стойким к разрушению.

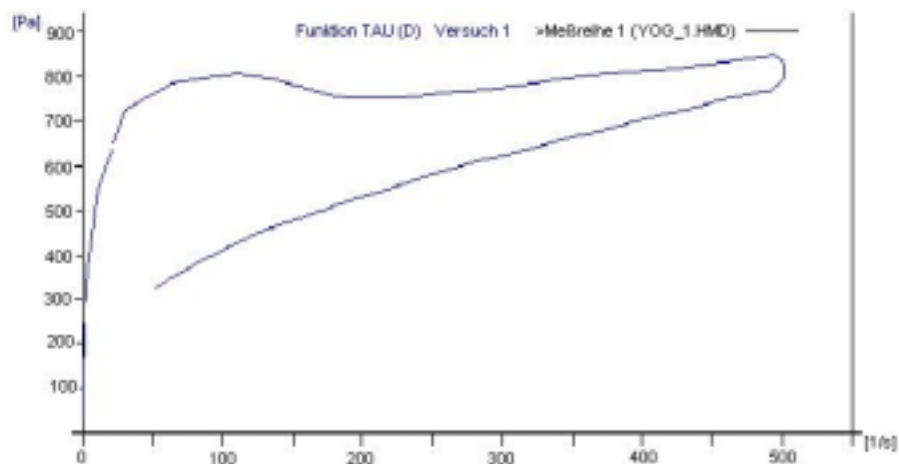


Рис. 5: Рампы градиента сдвига в прямом и обратном направлении

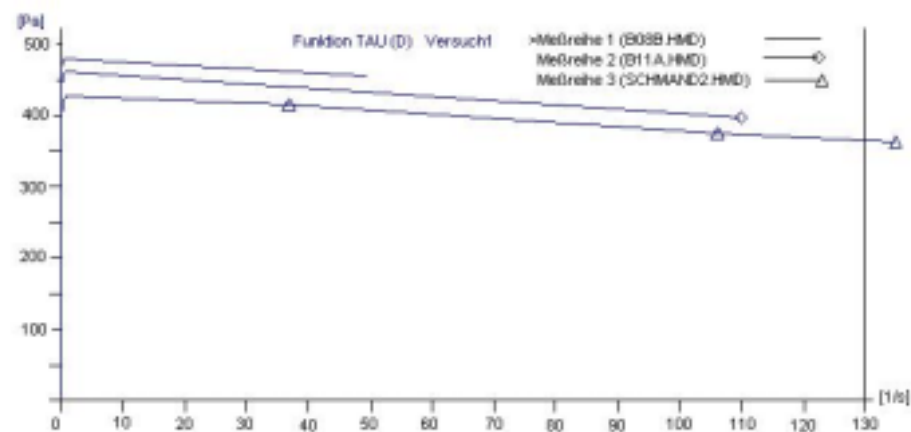


Рис. 6: Медленная рампа напряжения сдвига для определения стойкости к разрушению стойкого к разрушению йогурта и сливок

Примечания:

Технологические параметры процесса ферментации оказывают решающее влияние на качество конечной продукции. Это отражается в стойкости к разрушению. Для йогурта, получаемого перемешиванием, свойства текучести в конечном итоге должны быть установлены такими, чтобы быть приемлемыми для дальнейшей переработки, а также для потребителя.

Конфигурация прибора

- Реометр RHEOTEST® RN со штативом и программным обеспечением для CR- / CS-тестов и управления термостатом
- DIN цилиндрическая измерительная система S1 с измерительным стаканом и термостатированным сосудом
- Специальный ротор - с крестообразными лопастями, по выбору с термостатированным стеклянным измерительным стаканом
- Криостат K8-0 E10
- Персональный компьютер с принадлежностями и принтером

Точное измерение вязкости жидкостей с низкой вязкостью, таких как пиво и сусло

Вязкость является важной качественной величиной для оценки растворов солода. Она зависит от содержания и вида растворенных веществ. В способе приготовления затора можно оказывать влияние на содержание и вид растворенных веществ путем изменения температуры и времени процесса.

Преимущества RHEOTEST® LK для лабораторий обеспечения качества:

- Результаты измерений вязкости, температуры и с скорректированной на температуру вязкости выводятся на дисплей, принтер или персональный компьютер всего через 25 секунд
- Простейшее управление с помощью 4 клавиш или через персональный компьютер
- Электронная температурная компенсация, с помощью которой по измеренным величинам вязкости и температуры рассчитывается приведенная к 20°C вязкость; встроена в стандартном исполнении прибора
- Измерительная система из высококачественной стали не может быть повреждена при нормальных условиях
- Простая калибровка и очистка
- RHEOTEST® LK может поставляться также как автоматическое, управляемое персональным компьютером, рабочее место для измерения вязкости с устройством для отбора проб на 20 проб
- Коммерческое предложение включает две версии вискозиметра:
Основной прибор без рубашки для термостатирования (для условий измерений при температуре окружающей среды)
Основной прибор с рубашкой для термостатирования (для условий измерений при температуре, отличающейся от температуры окружающей среды)



Низкая вязкость сусла является решающей для высокой скорости осветления и быстрой фильтрации. Вещества, повышающие вязкость, такие как β -глюкан и пентозан имеют существенное влияние на стойкость пены и вкусовые качества пива.

Конфигурация прибора

Капиллярный вискозиметр RHEOTEST® LK без рубашки для термостатирования (по выбору с пробоотборником на 20 проб)
Со специальным капилляром 6 для пива и сусла (диапазон вязкостей 1 ... 3 мПас)

Точное измерение вязкости жидкостей с низкой вязкостью (например молока)

Вязкость молока является комплексным свойством, на которое особенно влияют эмульгированные и растворенные коллоидные частицы. Содержание жира и казеина оказывает наибольшее влияние на вязкость молока. Кроме того вязкость зависит также от технологических параметров. Некоторые примеры по вязкости:

- Сгущенное молоко без сахара (немецких производителей): примерно от 5 до 35 мПа·с при 20°C
- Сгущенное молоко с сахаром (немецких производителей): примерно 6 000 мПа·с при 20°C
- Йогурт (производителей из юго-восточной Азии): примерно 150 мПа·с при 40°C

Вязкость является важным признаком качества молока, так как имеется тесная взаимосвязь между свойствами текучести продукта и представлениями потребителя о качестве. Так потребитель из средней Европы особенно положительно оценивает сгущенное молоко при его высокой (тягучей) консистенции. Он связывает с высокой вязкостью высокое содержание компонентов молока.

Преимущества RHEOTEST® LK для лабораторий обеспечения качества:

- Результаты измерений вязкости, температуры и с скорректированной на температуру вязкости выводятся на дисплей, принтер или персональный компьютер всего через 25 секунд
- Простейшее управление с помощью 4 клавиш или через персональный компьютер
- Электронная температурная компенсация вязкости, с помощью которой по измеренным величинам вязкости и температуры рассчитывается приведенная к 20°C вязкость ; встроена в стандартном исполнении прибора
- Измерительная система из высококачественной стали не может быть повреждена при нормальных условиях
- Простое обслуживание, калибровка и очистка
- RHEOTEST® LK может поставляться также как автоматическое, управляемое персональным компьютером рабочее место для измерения вязкости с устройством для отбора проб на 20 проб
- Коммерческое предложение включает две версии вискозиметра:
Основной прибор без рубашки для термостатирования (для условий измерений при температуре окружающей среды)
Основной прибор с рубашкой для термостатирования (для условий измерений при температуре, отличающейся от температуры окружающей среды)



Конфигурация прибора

- Основной прибор RHEOTEST® LK без рубашки для термостатирования (по выбору с пробоотборником на 20 проб) со стандартным капилляром 1 для сгущенного молока без сахара (Диапазон вязкостей около 1 ... 20 мПа·с) или со специальным капилляром 6 (Диапазон вязкостей около 3 ... 50 мПа·с)
- Основной прибор RHEOTEST® LK 2.2 без рубашки для термостатирования со стандартным капилляром 5 для сгущенного молока с сахаром (Диапазон вязкостей около 500 ... 10 000 мПа·с)