

# RHEOTEST Medingen

Reometr RHEOTEST® RN i wiskozymetr kapilarny RHEOTEST® LK.

Artykuły spożywcze i smakowe.



## Zadania pomiarowe w pracach badawczo-rozwojowych

Z punktu widzenia reologii, produkty żywnościowe i smakowo-zapachowe obejmują stosunkowo szeroki asortyment towarów. Wykazują one szeroki zakres właściwości reologicznych: od cieczy newtonowskich o bardzo niskich lepkościach, poprzez wyroby o konsystencji past, do produktów zbliżonych do ciał stałych. Jak wiadomo, głównym zadaniem w pracach badawczo-rozwojowych jest poszukiwanie nowych wyrobów i poprawa właściwości aktualnego asortymentu. W związku z tym, decydującą rolę w tym zakresie odgrywają właściwości reologiczne, które są bardzo zróżnicowane w szerokim zakresie dostępnych wyrobów. Niektóre z najbardziej charakterystycznych kryteriów reologicznych tych materiałów będą omówione dalej, a sposoby ich otrzymywania i przetwórstwo przy korzystaniu z technik pomiarowych są przedstawione bardziej szczegółowo w następujących arkuszach:

⇒ **Sterowanie i kontrola jakości surowców oraz ich właściwości w przetwórstwie**

Głównie pod kątem ich lepkości, granicy płynięcia i zdolności do żelowania.

⇒ **Badania struktury produktu i jej zmian w toku przetwarzania**

W tym takie charakterystyczne właściwości, jak granica płynięcia, odporność na degradację struktury oraz właściwości tiksotropowe.

⇒ **Opracowywanie produktów spożywczych z teksturą promującą konsumpcję**

*(dodatknie cechy organoleptyczne podczas gryzienia, przeżuwania i połykania)*

Z jednej strony, jakość tekstury jest ściśle skorelowana z określonymi właściwościami reologicznymi, takimi jak lepkość, granica płynięcia i moduł sprężystości. Jednak jest ona charakteryzowana również innymi wielkościami empirycznymi, które wyznacza się przy korzystaniu z metod jakościowych lub z metod modelowania.

## Zadania pomiarowe w dziedzinie kontroli jakości

W celu kontroli jakości półproduktów i wyrobów końcowych, opracowuje się procedury pomiaru oraz ustala normy jakościowe. Do tych przedsięwzięć należą przede wszystkim pomiary reologiczne dokładne pod względem fizycznym. Wyniki tych pomiarów z wykorzystaniem parametrów reologicznych, powinny stanowić odzwierciedlenie istotnych właściwości badanych wyrobów. Pozwalają one również na porównywanie całego zakresu produkcji indywidualnego wytwórcy i czy są pod względem metrologicznymi przydatne zarówno dla dostawcy jak i dla odbiorcy. Wysoką powtarzalność i dobrą porównywalność można uzyskiwać tylko dzięki znormalizowanym procedurom pomiarowym, ścisłym po względem fizycznym. W celu uzyskania określonego wyrobu lub określonej właściwości reologicznej, konieczne jest korzystanie z odpowiedniego algorytmu przetwarzania wyników.

Do istotnych parametrów reologicznych należą: granica płynięcia, lepkość „zerowa” (początkowa), lepkość pozorna zależna od prędkości ścinania i lepkość plastyczna (końcowa).

Do parametrów jakościowych należą np.: zdolność do żelowania skrobi i trwałość struktury jogurtu.

Poniżej opisano metody wyznaczania tych właściwości i przedstawiono graficznie wyniki pomiarów. Korzystanie jeszcze nadal w niektórych pracach z metod empirycznych oraz metod symulacyjnych, nie bazujących na gruncie fizycznym, prowadzi do uzyskiwania wyników pomiarów o ograniczonej porównywalności.

## **Możliwe procedury pomiarowe**

### **Procedura pomiarowa charakteryzująca zdolność skrobi do żelowania**

Testy ze sterowaną prędkością (CR Tests)

⇒ Pomiary przy ustalonej prędkości ścinania w określonych temperaturach.

Przykład – patrz rys. 1

### **Procedura pomiarowa charakteryzująca musy jarzynowe i owocowe**

(*musy jabłkowe, keczup*)

Testy ze sterowaną prędkością (CR Tests)

⇒ Pętle histerezy przy sterowanej prędkości ścinania (rosnącej i malejącej), sporządzane w celu zbadania właściwości reologicznych zależnych od czasu (tiksotropia).

Przykład – patrz rys. 2

Testy ze sterowanym naprężeniem (CS Tests)

⇒ Krzywe płynięcia przy sterowanym naprężeniu ścinającym do pomiaru granicy płynięcia.

Przykład – patrz rys. 3

### **Procedura pomiarowa charakteryzująca wyznaczanie właściwości czekolady**

Testy ze sterowaną prędkością (CR Tests)

⇒ Równowagowe krzywe płynięcia przy sterowanej prędkości ścinania w różnych zakresach: 5 ... 60 s<sup>-1</sup> – zgodnie z normą OICCC  
0,1 ... 200 s<sup>-1</sup> – zgodnie z metodą Tscheuschnera

Przykład – patrz rys. 4

### **Procedura pomiarowa charakteryzująca wyznaczanie właściwości reologicznych jogurtu i śmietany**

Testy ze sterowanym naprężeniem (CS Tests)

⇒ Krzywe płynięcia przy sterowanym naprężeniu ścinającym do wyznaczania odporności na degradację struktury.

Przykład – patrz rys. 6

Testy ze sterowaną prędkością (CR Tests)

- ⇒ Pętle histerezy przy sterowanej prędkości ścinania (rosnącej i malejącej) wykonywane do badania właściwości zależnych od prędkości i od czasu ścinania (tiksotropia).  
Przykład – patrz rys. 5

### Dokładne pomiary lepkości płynów niskolepkich (np. brzczełka piwna, piwo, mleko)

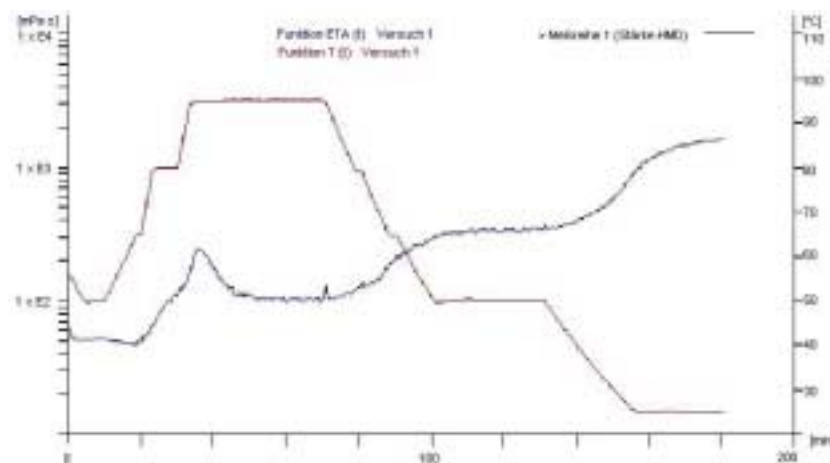
Punktowe pomiary przy korzystaniu z opatentowanego wiskozymetru kapilarnego RHEOTEST® LK. Badany materiał w ilości 25 ml jest automatycznie zasysany do kapilary wykonanej ze stali nierdzewnej i po wykonaniu pomiaru jest zawracany do pojemnika (pomiar trwa około 25 s).

Przykład: wiskozymetr kapilarny RHEOTEST® LK.

### Oznaczanie zdolności skrobi do żelowania

Wyznaczanie zdolności do żelowania skrobi w mączce ziemniaczanej stawia szczególne wymagania w zakresie reometrii, ponieważ lepkość badanego materiału może zwiększać się o ponad trzy rzędy wielkości. Ponadto, proces żelowania zależy w znacznym stopniu od temperatury i czasu.

W celu sporządzenia krzywych żelowania, wodna zawiesina mączki ziemniaczanej „mieszana” jest specjalnym czujnikiem przy ustalonej prędkości obrotowej. Po czym jest ogrzewana, a następnie chłodzona w takich samych interwałach czasowych. Mierzony jest przy tym moment obrotowy. Lepkość obliczana jest przez mikroprocesor reometru i wyświetlana na ekranie komputera. Procedura ta jest stosowana np. do badania czystej skrobi, skrobi naturalnej, lub modyfikowanej.



Rys. 1. Zmiana lepkości przy określonym profilu temperaturowym

## Uwaga:

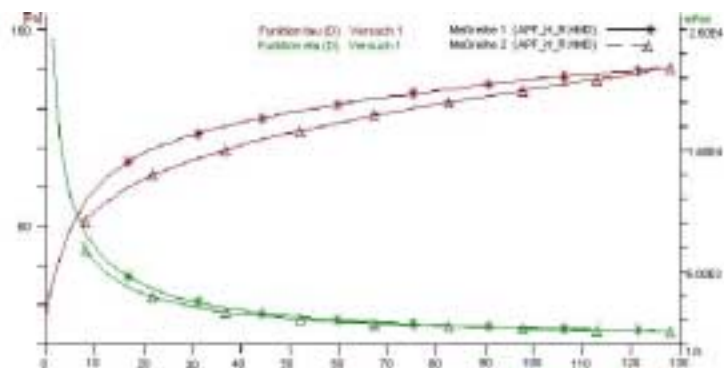
Lepkość i temperatura w maksymalnym punkcie żelowania są zależne od jakości żyta i właściwości drożdży. Tak więc np. wysokie lepkości w podwyższonych temperaturach są charakterystyczne dla niedostatecznej fermentacji.

## Konfiguracja urządzeń pomiarowych

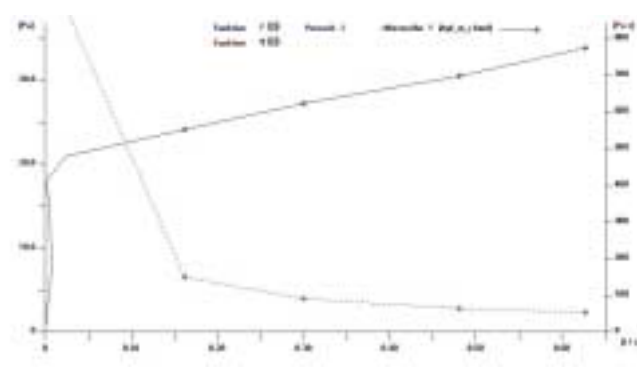
- Reometr RHEOTEST® RN ze statywem i standardowym oprogramowaniem do wykonywania testów CR wraz z odpowiednim termostatowaniem.
- Specjalny system pomiarowy składający się z termostatowanego naczynia pomiarowego, mieszalnika skrobi i czujnika temperatury.
- Kriostat K8-0 E10.
- Komputer osobisty z wyposażeniem i drukarką.

## Oznaczanie płynności musów jarzynowych i przetworów owocowych

Musy jarzynowe i przetwory owocowe są zawiesinami o wysokim stężeniu, zawierającymi komórki cieczy, rozdrobnioną fazę stałą i dodatki. Częściowe zwiększenie płynności przed dodatek wody lub przez obniżenie stężenia, zależy od celów przetwórstwa. Zawiesiny o wysokim stężeniu są płynami nienewtonowskimi. Wpływ zmian struktury i orientacji ujawnia się szczególnie przy wysokich prędkościach ścinania. Ponadto, w badanych materiałach stosunkowo często można zaobserwować degradację cząstek stałych. Musy jabłkowe i keczup wykazują podczas płynięcia właściwości plastyczne z wyraźnie widoczną granicą płynięcia, a wyniki pomiarów silnie zależą od czasu ścinania. Dobra powtarzalność pomiarów wymaga korekty mierzonych wartości przy korzystaniu z programów pozwalających na wprowadzanie poprawek uwzględniających wpływ ścianek na wartości prędkości ścinania, które zależą również od właściwości produktu.



Rys. 2. Pętle histerezy utworzone przez krzywe płynięcia w obu kierunkach



Rys. 3. Krzywe płynięcia uzyskane w celu wyznaczenia granicy płynięcia

## Uwaga:

Właściwości reologiczne, zwłaszcza granica płynięcia i lepkość, zależą w znacznym stopniu od temperatury, stężenia substancji stałych, udziału fazy stałej rozpuszczonej w cieczy (cukier, pektyny), kształtu cząstek, rozkładu wielkości cząstek, twardości i zdolności cząstek do deformacji oraz wpływu właściwości powierzchni zewnętrznych.

## Konfiguracja urządzeń pomiarowych

- Reometr RHEOTEST® RN ze statywem i standardowym oprogramowaniem do wykonywania testów CR i CS wraz z odpowiednim termostadowaniem
- Zestaw cylindrów (S1, H1, H2) wg DIN, z kubkiem pomiarowym i naczyniem termostadowującym
- Kriostat K8-0 E10
- Komputer osobisty z wyposażeniem i drukarką

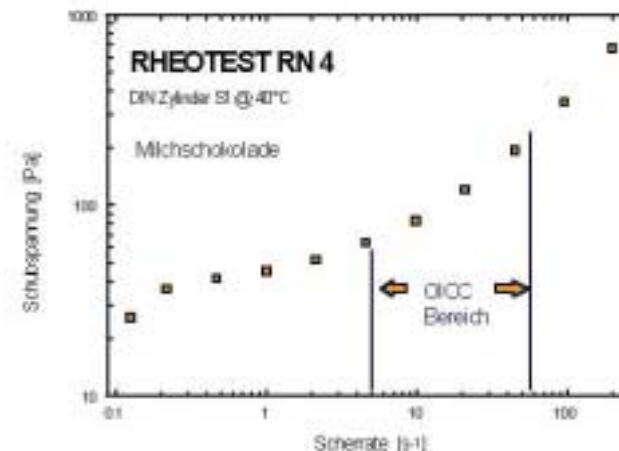
## Ocena jakości masy czekoladowej za pomocą krzywych płynięcia wg normy OICCC i/lub w szerokim zakresie prędkości ścinania (metoda Tscheuschnera)

Czekolada jest zawiesiną wielofazową masła kakaowego ze zdyspergowanymi substancjami stałymi w postaci kakao, cukru i mleka w proszku. Obok stężenia i granulacji substancji stałych, na właściwości reologiczne wpływają również wilgotność oraz zawartość lecytyny. Właściwości te charakteryzuje granica płynięcia i spadek lepkości do stanu równowagi przy wysokich prędkościach ścinania. W aktualnej praktyce, równowagowe krzywe płynięcia sporządza się przy sterowanej prędkości ścinania zgodnie z normą OICCC lub wg metody Tscheuschnera, w zależności od interesującego nas parametru.

Ocena wg normy OICCC przy ograniczonej prędkości ścinania ( $5 \dots 60 \text{ s}^{-1}$ ) zakłada, że przy obliczaniu parametrów  $\eta_{CA}$  oraz  $\tau_{CA}$  występujących w modelu CASSONA, błąd nie powinien przekraczać 3 %. Słabą stroną tej metody jest fakt, że trudno jest uzyskać zgodność parametru  $\eta_{CA}$  z lepkością w stanie równowagi  $\eta_{\infty}$ , jak również parametru  $\tau_{CA}$  z granicą płynięcia  $\tau_0$ . Oznacza to, że rzeczywista wartość granicy płynięcia  $\tau_0$ , stanowi tylko 25 % wartości  $\tau_{CA}$  wynikającej z modelu CASSONA. Badacze stosujący metodę Tscheuschnera stwierdzili, że granica płynięcia czekolady ujawnia się w zakresie prędkości ścinania  $0,08 \dots 0,12 \text{ s}^{-1}$ . Wynika z tego, że pomiar wykonywany przy prędkości ścinania  $0,1 \text{ s}^{-1}$  jest zdefiniowany jako granica płynięcia  $\tau_0$ . Lepkość równowagowa  $\eta_{\infty}$  (lepkość przy prędkości ścinania  $\rightarrow \infty$ ) uzyskiwana jest już prawie przy prędkości ścinania  $200 \text{ s}^{-1}$ . Cała ta przybliżona funkcja płynięcia opisywana jest składową lepkością (pozornej) przy prędkości ścinania równej  $1 \text{ s}^{-1}$  oraz przez wykładnik kinetyki degradacji struktury.

## Komentarz:

*Do wyznaczenia granicy płynięcia  $\tau_0$  trzeba wykonywać pomiary przy sterowanych naprężeniach (CS). W takim przypadku naprężenie ścinające zwiększa się bardzo wolno. Naprężenie ścinające, przy którym zaczyna się płynięcie próbki (prędkość ścinania  $>0 \text{ s}^{-1}$ ), jest traktowane jako granica płynięcia  $\tau_0$ .*



## Uwaga:

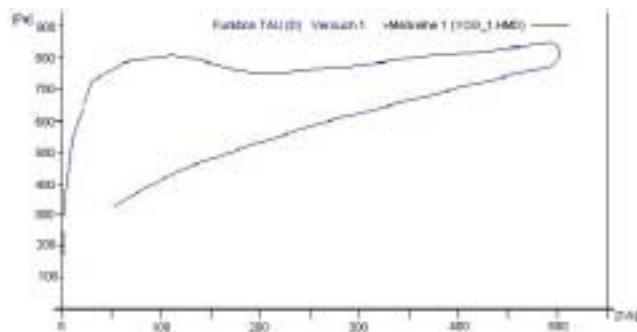
Warunki struktury składników stałych wywierają znaczny wpływ na właściwości reologiczne masy czekoladowej. Warunki te zmieniają się w procesie „muszlowania” (duże siły ścinające w temperaturach 60 ... 100 °C) i stabilizuje się ponownie przez dodatek emulsyfikatora. Utrzymanie poprawnych warunków w procesie „muszlowania” steruje się na ogół przez konstruowanie krzywych płynięcia. Można je sporządzać dokładnie w warunkach laboratoryjnych, jak również przy quasi-ciągłym sterowaniu procesem „muszlowania”, jeśli jest on stosowany w produkcji masy czekoladowej.

## Konfiguracja urządzeń pomiarowych

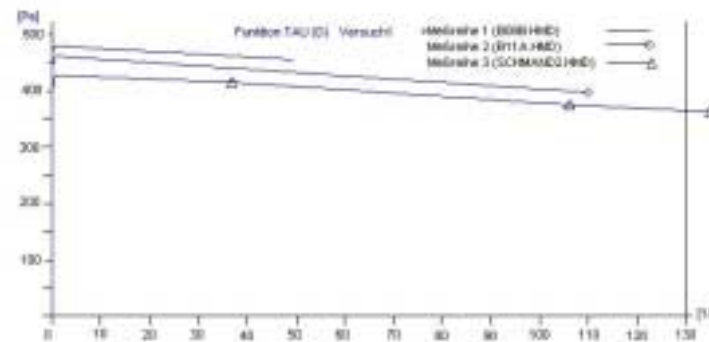
- Reometr RHEOTEST® RN ze statywem i standardowym oprogramowaniem do wykonywania testów CR i CS wraz z odpowiednim termostatem
- Zestaw cylindrów S1 z odpowiednim czujnikiem płynięcia i naczyniem termostatującym
- Kriostat K8-0 E10
- Komputer osobisty z wyposażeniem i drukarką

## Test kontrolny właściwości związanych z płynięciem jogurtu i śmietany

Z punktu widzenia reologii płynięcia trzeba uwzględnić rozdzielanie się jogurtu przy jego **odporności na degradację struktury** (wewnątrz opakowania przebiega fermentacja i konieczne jest utrzymanie struktury nadającej się do spożycia) oraz jogurtu uzyskanego przez mieszanie (fermentacja zachodzi w dużych naczyniach i po dalszym mieszaniu żelu przybiera on formę płynu pseudoplastycznego). Z punktu widzenia reologii, śmietanę można porównać z jogurtem odpornym na degradację struktury.



Rys. 5. Pętla histerezy krzywych płynięcia sporządzanych w obu kierunkach



Rys. 6. Powolne sporządzanie krzywych płynięcia w celu wyznaczenia odporności na degradację struktury jogurtu i śmietany

## Uwagi:

Parametry technologiczne procesu fermentacji mają decydujący wpływ na jakość wyrobu końcowego. Dla jogurtu uzyskiwanego przez mieszanie, jego właściwości reologiczne muszą być utrzymywane w taki sposób, aby były akceptowane zarówno przez dalsze przetwarzanie jak i przez konsumenta.

## Konfiguracja urządzeń pomiarowych

- Reometr RHEOTEST® RN ze statywem i standardowym oprogramowaniem do wykonywania testów CR i CS wraz z odpowiednim termostатовaniem
- Zestaw cylindrów S1 wg DIN z kubkiem pomiarowym i naczyniem termostatuującym
- Specjalny wirnik z łopatkami krzyżowymi. Opcjonalnie – z kubkiem termostatuowanym
- Kriostat K8-0 E10
- Komputer osobisty z wyposażeniem i drukarką

## Dokładne pomiary lepkości płynów niskolepkich, np. takich jak piwo i brzeczka piwna

Lepkość jest ważną wielkością oceny jakościowej roztworów słodu. Zależy ona od zawartości i typu rozpuszczonych substancji. W metodzie sporządzania miazgi zacieru należy uwzględnić wpływ tych czynników przy zmianie temperatury i czasu przetwarzania.

## Zalety reometru RHEOTEREST® LK przy korzystaniu z niego w laboratoriach kontroli jakości

Mierzone wartości lepkości, temperatury oraz lepkości skompensowanej temperaturowo są wyprowadzane na monitor, drukarkę, lub do komputera już po 25 sekundach.

- Bardzo proste sterowanie 4-ma klawiszami lub komputerem.
- Elektroniczna kompensacja temperatury. Oznacza to, że wyniki pomiaru i lepkości i temperatury są automatycznie przeliczane na wymaganą temperaturę standardową (np. 25 °C) oraz wyświetlane na monitorze. Wystarczy w tym celu wstawić w menu programu odpowiedni współczynnik temperaturowy.
- Układ pomiarowy wykonany ze stali nierdzewnej wysokiej jakości nie może być zniszczony w normalnych warunkach.
- Prosta obsługa, kalibracja i konserwacja.
- RHEOTEREST® LK , można kupić w wersji automatycznej, sterowanej komputerem, wraz ze specjalnym samplerem do seryjnego badania próbek.
- Wersja przemysłowa oferuje dwa warianty wiskozymetru:
  - Główny instrument bez płaszczu termostatuującego (pomiar w temperaturze otoczenia)
  - Główny instrument z płaszczem termostatuującym (pomiar w warunkach odległych od temperatury otoczenia).



Niska lepkość jest czynnikiem decydującym o dużej szybkości klarowania i szybkiej filtracji. Substancje zwiększające lepkość, takie jak ©-glucan i pentosan, wywierają znaczący wpływ na stabilność piany i smak piwa.

## Konfiguracja urządzenia pomiarowego

Wiskozymetr RHEOTEREST® LK, bez płaszczu termostatuującego (opcjonalnie wraz z samplerem do około 20 próbek), ze specjalną kapilarą nr 6 do piwa i brzeczki. Zakres lepkości: 1 ... 3 mPa·s.

## **Dokładne pomiary lepkości płynów niskolepkich, np. takich jak mleko**

Lepkość mleka jest złożoną właściwością, zależną głównie od udziału w nim zemulsyfikowanych i rozpuszczonych cząstek koloidalnych. Na lepkość mleka istotny wpływ wywierają tłuszcze i kazeina. Ponadto, lepkość mleka zależy także od parametrów technologicznych. Poniżej zestawiono kilka przykładów lepkości:

- Mleko skondensowane niesłodzone (produkowane w Niemczech): 5 ... 35 mPa·s w 20 °C.
- Mleko skondensowane słodzone (produkowane w Niemczech): około 6 000 mPa·s w 20 °C.
- Jogurt (produkowany w Azji południowo-wschodniej): około 150 mPa·s w 40 °C.

Lepkość jest ważnym miernikiem jakości mleka, ponieważ ujawnia zależność między właściwościami płynięcia produktu, a odczuciami klienta, kwalifikującego jego jakość. Tak więc konsument z Europy środkowej ocenia wysoko mleko skondensowane o wysokiej (zwartej) konsystencji. Towarzyszy temu duża zawartość składników mleka o wysokiej lepkości.

### **Zalety reometru RHEOTEREST® LK przy korzystaniu z niego w laboratoriach kontroli jakości**

- Mierzone wartości lepkości, temperatury oraz lepkości skompensowanej temperaturowo są wyprowadzane na monitor, drukarkę, lub do komputera już po 25 sekundach.
- Bardzo proste sterowanie 4-ma klawiszami lub komputerem.
- Elektroniczna kompensacja temperatury. Oznacza to, że wyniki pomiaru i lepkości i temperatury są automatycznie przeliczane na wymaganą temperaturę standardową (np. 25 °C) oraz wyświetlane na monitorze. Wystarczy w tym celu wstawić w menu programu odpowiedni współczynnik temperaturowy.
- Układ pomiarowy wykonany ze stali nierdzewnej wysokiej jakości nie może być zniszczony w normalnych warunkach.
- Prosta obsługa, kalibracja i konserwacja.
- RHEOTEREST® LK , można kupić w wersji automatycznej, sterowanej komputerem, wraz ze specjalnym samplerem do seryjnego badania próbek.
- Wersja przemysłowa oferuje dwa warianty wiskozymetru:
  - Główny instrument bez płaszczu termostatującego (pomiary w temperaturze otoczenia).
  - Główny instrument z płaszczem termostatującym (pomiary w warunkach odległych od temperatury otoczenia).



### **Konfiguracja urządzenia pomiarowego**

- Wiskozymetr RHEOTEREST® LK, bez płaszczu termostatującego (opcjonalnie z samplerem do około 20 próbek), ze standardową kapilarą nr 1 do mleka skondensowanego bez cukru (zakres lepkości: 1 ... 20 mPa·s) lub ze specjalną kapilarą nr 6 (o przybliżonym zakresie lepkości: 3 ... 50 mPa·s)
- Główny instrument RHEOTEST® LK 2.2 bez płaszczu termostatującego, ze standardową kapilarą nr 5 do słodzonego mleka skondensowanego zakres lepkości: 500 ... 10 000 mPa·s).