

ZASTOSOWANIE REOMETRII WZDŁUŻNEJ W BADANIU WŁAŚCIWOŚCI PRZECIERU JABŁKOWEGO*

Ewa Jakubczyk

Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji, Wydział Nauk o Żywności, SGGW
ul. Nowoursynowska 159C, 02-776 Warszawa
ewa_jakubczyk@sggw.pl

Streszczenie. Celem pracy było określenie wpływu prędkości ściskania w zakresie od 0,1 do 2,0 mm·s⁻¹ i średnicy płyt na parametry reologiczne przecieru jabłkowego. Badano również przecier spieniany z substancjami dodatkowymi. Właściwości reologiczne określono na podstawie testu ściskania próbki między dwiema równoległymi płytami teflonowymi o średnicy 61 i 120 mm. Zastosowanie płyt o średnicy 120 mm wpływało na uzyskanie większej powtarzalności wyników, współczynnik zmienności wyliczony dla naprężeń pozornych nie przekraczał 4%, a dla mniejszych płyt (61 mm) sięgał 29%. Współczynnik płynięcia n przecieru jabłkowego przyjmował wartości w zakresie od 0,698 do 0,807 dla płyt o średnicy 120 mm. Na podstawie analizy statystycznej wszystkich parametrów reologicznych uznano, iż optymalną prędkością testu jest 0,2 mm·s⁻¹. Współczynnik płynięcia n przyjmował dla spienionego przecieru wartość średnią 0,631, a znaczny udział naprężeń niezrelaksowanych świadczył o wysokich wartościach granicy płynięcia.

Słowa kluczowe: reologia, przepływ wzdłużny, przecier jabłkowy

WSTĘP

Większość badań właściwości reologicznych żywności opiera się na testach, w których materiał poddany jest odkształceniom ścinającym. W przypadku produktów spożywczych o konsystencji półstałej istotną rolę w ich percepcji w jamie ustnej odgrywa również odkształcenie przez wydłużenie. Reometria wzdłużna daje możliwość badania właściwości materiałów w sposób nienaruszający istotnie ich struktury (Terpstra i in. 2007). Jednocześnie w wielu procesach formowania nowych materiałów, czy ich rozpylania, dominują odkształcenia wzdłużne, a nie-

* Praca naukowa finansowana ze środków na naukę przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego w latach 2007-2009 jako grant nr N312 2478 33.

ścinające. Poznanie właściwości materiałów spożywczych poddanych odkształceniom rozciągającym pozwala na pełną charakterystykę ich zachowań reologicznych, co ma istotne znaczenie w tworzeniu i opracowywaniu nowych produktów.

W przepływie wzdłużnym materiał jest ściskany pomiędzy dwoma równoległymi płytami, zatem jest ściskany promieniowo. Technika ta jest szeroko stosowana w badaniach właściwości polimerów, metali i gleby (Engmann i in. 2005) ale również produktów spożywczych takich jak musztarda, majonez czy piany albuminowe (Corradini i in. 2000b, Kampf i in. 2003).

Skoncentrowane produkty spożywcze i zawiesiny reprezentują charakterystykę reologiczną zarówno ciał stałych jak i cieczy. Systemy te są niejednorodne i zawierają fazę rozproszoną w postaci cząstek stałych. Z reologicznego punktu widzenia materiały takie wykazują granicę płynięcia i charakteryzują się wysokimi wartościami lepkości pozornej przy ścinaniu (Corradini i in. 2005).

W przypadku produktów takich jak musy jabłkowe, ich konsystencja oceniana przez konsumentów na podstawie ogólnego wyglądu, nakładania, smarowania oraz wrażeń sensorycznych podczas konsumpcji jest jednym z ważniejszych wyróżników teksturalnych (Schijvens i in. 1998). Struktura układów niejednorodnych, zawiesin spożywczych i ich podatność na uszkodzenia mechaniczne sprawia, że ocena ich konsystencji i cech reologicznych poprzez konwencjonalne metody jest utrudniona (Corradini i in. 2005). Wykonywanie pomiarów reologicznych w tradycyjnych reometrach wiąże się z problemami takimi jak: „poślizg” wynikający z tendencji rozproszonych cząstek do migracji w rejony o małych naprężeniach ścinających, co prowadzi do separacji faz ciekłej, trudność nakładania próbek materiałów bez naruszenia ich struktury, oraz obecność stałych cząstek, których rozmiar jest często bliski wielkości szczeliny pomiarowej, co zakłóca przepływ i prawidłowy pomiar (Ferguson i Kembłowski 1995, Damru i Peleg 1997, Corradini in. 2000a). Problemy te można wyeliminować, jeśli właściwości materiału badane są podczas testu ściskania wyznaczając charakterystykę deformacji wzdłużnej (Hoffner i in. 1998, Corradini i in. 2000a).

Celem pracy było określenie wpływu prędkości ściskania i średnicy płyt na parametry reologiczne przecieru jabłkowego oraz ocena możliwości zastosowania reometrii wzdłużnej w badaniu właściwości przecieru i piany sporządzonej na jego bazie.

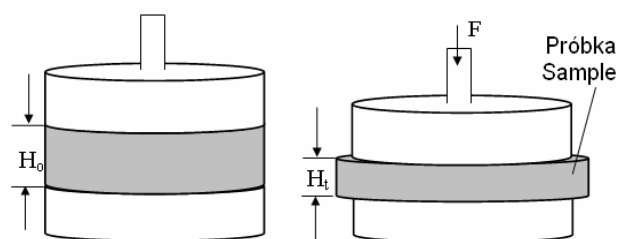
MATERIAŁY I METODY

Materiał badawczy stanowił przecier jabłkowy (16,5 Brix) (Barabara S.C. z Nart). W celu standaryzacji wielkości cząstek stałych w materiale, przecier przetarto przez sito o średnicy oczek 450 μm .

Badania właściwości mechanicznych przeprowadzono w temperaturze pokojowej 22°C. Próby przecieru były ściskane pomiędzy dwoma płytami teflonowymi

zamontowanymi na teksturometrze TXT2i (Stable Micro Systems) (rys. 1). Badania przeprowadzono przy wykorzystaniu zestawu płyt o średnicach 61 i 120 mm. W celu zachowania stałej objętości próbki poddanej badaniu, masę nanoszonego na płytę przecieru określano na podstawie jego gęstości. Początkowa wysokość materiału wynosiła około $H_0 = 8$ mm. Materiał ściskano z prędkością $v = 0,1; 0,2; 0,6; 1,2$ i $2,0 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ do wysokości $H_t = 1$ mm, po czym zatrzymywano głowicę i rejestrowano zmiany siły w czasie 180 s. Testy wykonano w 7 powtórzeniach.

Badania przeprowadzono również na materiale przygotowanym do suszenia pianowego. Przecier z dodatkiem maltodekstryny, albuminy i metylocelulozy (odpowiednio w ilościach 0,35; 0,10; 0,02 $\text{kg} \cdot \text{kg s.s.przecieru}$) spieniano 5 min za pomocą miksera kuchennego przy stałej prędkości obrotowej. Wpływ prędkości odkształcania badano przy zastosowaniu płyt o średnicy 120 mm. Wysokość materiału oraz zakres prędkości V był analogiczny jak dla przecieru jabłkowego.



Rys. 1. Schemat przebiegu testu wyciskania próbki
Fig. 1. Diagram of squeezing flow of sample

Wyniki badań testu ściskania przedstawiono jako siłę w funkcji czasu (rys. 2), a zależność siły i wysokości próbki opisano równaniem stosowanym przez wielu autorów do charakterystyki przepływu wzdłużnego płynów nienewtonowskich ściskanych pomiędzy dwoma płytami (Hoffner i in. 1998, Campanella i Peleg 2002, Engmann i in. 2005, Terpstra i in. 2007):

$$F(t) = 3^{\frac{n+1}{2}} \pi \cdot K \cdot R^2 \left(\frac{V}{H(t)} \right)^n \quad (1)$$

gdzie: $F(t)$ – siła rejestrowana w czasie ściskania (N); K – współczynnik konsystencji ($\text{Pa} \cdot \text{s}$); R – promień płyty (m), v – prędkość odkształcania ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$), n – współczynnik płynięcia, $H(t)$ – wysokość próbki w czasie ściskania (m).

Równanie (1) może być stosowane do opisu zależności siły i wysokości w przypadku przepływu wzdłużnego przebiegającego bez tarcia (przy zastosowaniu powierzchni teflonowych lub pokrytych smarem).

Krzywa przedstawiająca zależność logarytmu siły i wysokości próbki (rys. 2b) posłużyła do wyznaczenia prostoliniowego odcinka krzywej, którego występowanie wskazuje na dominujący przepływ wzdłużny. Zakres obszaru liniowego wyznaczano za pomocą programu komputerowego Table Curve różniczkując krzywą $\log F - \log H$. Stosując analizę regresji zależność logarytmu siły i wysokości opisano modelem funkcji liniowej.

$$\log F(t) = A - n \log H(t) \quad (2)$$

$$\text{gdzie: } A = \log \left(3^{\frac{n+1}{2}} \pi \cdot K \cdot R^2 \cdot V^n \right)$$

Wartość bezwzględna nachylenia krzywej logarytmicznej określa współczynnik płynięcia n , zaś na podstawie odciętej A wyznaczono wartość współczynnika konsystencji K .

Uzyskane wyniki pozwoliły wyznaczyć pozorną lepkość wzdłużną (Corradini i in. 2000b) jako:

$$\mu_b = \frac{\sigma_b}{\dot{\epsilon}_b} = \frac{2F \cdot H(t)}{\pi \cdot R^2 V} \quad (3)$$

gdzie: σ_b – naprężenie pozorne podczas ściskania (, Pa), $\dot{\epsilon}$ - szybkość odkształcania podczas ściskania (, s^{-1}).

Na podstawie wyznaczonych parametrów sporządzono krzywe przedstawiające zależność lepkości pozornej od szybkości odkształcania.

Wartość ściskającego naprężenia pozornego σ_{Ht} (wskaźnik konsystencji) wyznaczono ze wzoru:

$$\sigma_{Ht} = \frac{F_{Ht}}{\pi \cdot R^2} \quad (4)$$

gdzie: F_{Ht} – siła maksymalna przy wybranej wysokości materiału H_t (1-3 mm), (N).

Szczałkowe naprężenie relaksacji σ_τ definiowano jako:

$$\sigma_\tau = \frac{F_\tau}{\pi \cdot R^2} \quad (5)$$

gdzie: F_{Ht} – siła po czasie relaksacji 60 lub 120 s, (N).

Empiryczny współczynnik płynięcia m (Corradini i in. 2000a) określono jako:

$$m = \frac{\log[(F_{V2} - F_R)/(F_{V1} - F_R)]}{\log(V_2/V_1)} \quad (6)$$

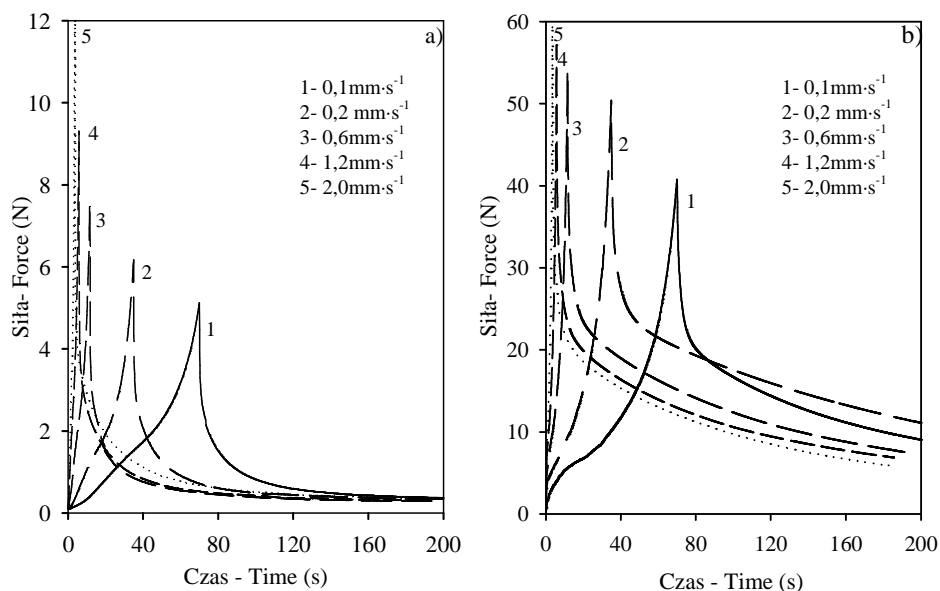
gdzie: F_{V1} , F_{V2} – siła przy wysokości 1 mm przy dwóch różnych prędkościach ściskania (odkształcania) V_1 i V_2 , F_R – siła szczątkowa po 180 s relaksacji.

Analizę statystyczną wyników przeprowadzono w programie Statgraphics. Wykonano analizę wariancji i porównanie średnich testem t-studenta przy poziomie istotności $\alpha = 0,05$.

WYNIKI I DYSKUSJA

Wpływ parametrów testu wzdluznego na charakterystykę reologiczną przecieru jabłkowego

Na rysunku 2a przedstawiono krzywe ściskania i relaksacji przecieru jabłkowego, badanego przy zastosowaniu płyt teflonowych o średnicy 61 mm.



Rys. 2. Krzywe ściskania i relaksacji uzyskane przy różnych prędkościach testu wzdluznego dla płyt o średnicy 61 mm a) oraz 120 mm b)

Fig. 2. Compression and relaxation curves obtained at different velocities of squeezing flow test for plates of 61 mm a) and 120 mm b) in diameter

Kształt krzywych ściskania uzyskanych przy różnych prędkościach w zakresie od $0,1$ do $2,0 \text{ mm s}^{-1}$ był zbliżony. Wraz ze wzrostem prędkości ściskania zwiększała się wartość siły maksymalnej (pik krzywej). W czasie relaksacji od 120 do 180 s nie obserwowano statystycznie istotnych różnic siły przy zastosowaniu różnych

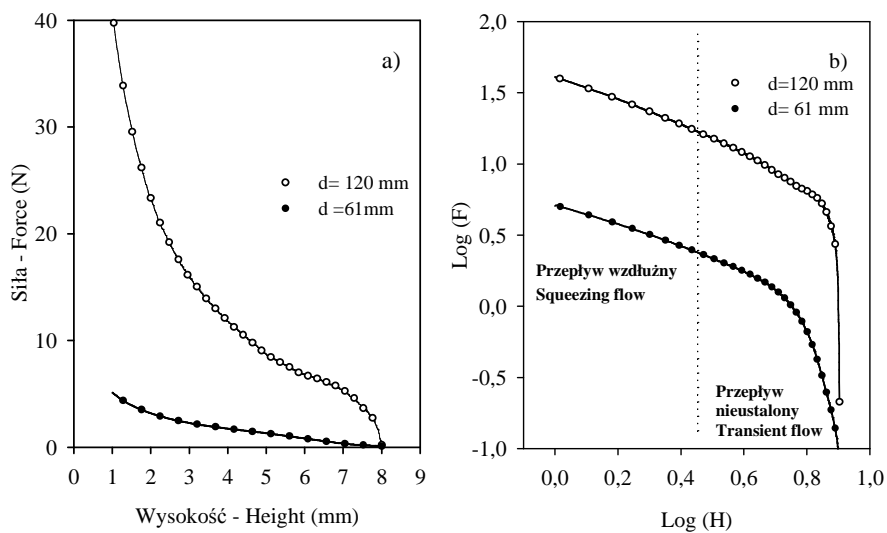
prędkościach ściskania. Porównując naprężenia początkowe i końcowe relaksacji, zrelaksowaniu nie ulega od 3 do 6% naprężeń. Badania wykonane przy zastosowaniu płyt o średnicy 120 mm wskazują na analogiczną tendencję wzrostu maksymalnej siły ściskającej wraz ze wzrostem prędkości odkształcania (rys. 2b).

Aczkolwiek wartości naprężeń, które nie ulegają zrelaksowaniu wynoszą od 10 do 19%, Corradini i in. (2000a,b) podkreślają, iż wysokie wartości naprężeń niezrelaksowanych świadczyć mogą o występowaniu granicy płynięcia. Naprężenia szczytowe po 60 relaksacji wskazują na nieznaczny wpływ prędkości ściskania. Naprężenia szczytowe rejestrowane po 120 s przy płytach 61 mm nie różniły się statystycznie istotnie w badanym zakresie prędkości (tab. 1).

Tabela 1. Naprężenia ściskania i relaksacji przecieru jabłkowego przy różnych średnicach płyt
Table 1. Compression and relaxation stresses of apple pulp at different diameters of plates

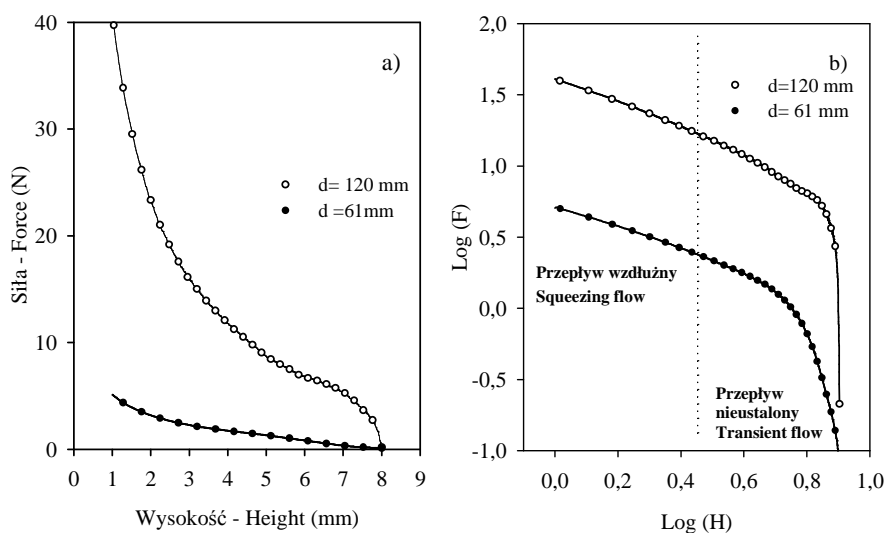
Średnica płyt Diameter of plate (mm)	Prędkość Velocity (mm·s ⁻¹)	Ściskające naprężenie pozorne Apparent compression stress, (Pa)	Naprężenie szczytowe po czasie relaksacji Residual stress after relaxation time (Pa)	
		$\sigma_{Ht=1\text{ mm}}$	$\sigma_{\tau=60\text{ s}}$	$\sigma_{\tau=120\text{ s}}$
61	0,1	1756,6 ± 215,1	181,1 ± 14,9	128,9 ± 6,7
	0,2	2212,1 ± 282,4	195,3 ± 18,2	138,5 ± 10,4
	0,6	2450,4 ± 686,2	162,5 ± 7,0	112,9 ± 5,5
	1,2	3093,0 ± 720,2	175,6 ± 18,9	116,9 ± 9,4
	2,0	3723,0 ± 1100,9	191,9 ± 53,2	124,5 ± 26,2
120	0,1	3942,3 ± 48,8	1373,7 ± 165,5	1023,7 ± 160,6
	0,2	4451,3 ± 49,6	1587,7 ± 52,0	1202,0 ± 51,5
	0,6	4620,0 ± 166,8	1225,5 ± 113,3	863,4 ± 61,2
	1,2	4979,7 ± 107,2	1133,5 ± 56,7	787,5 ± 26,6
	2,0	5160,6 ± 172,6	1048,2 ± 104,0	669,7 ± 103,7

Na rysunku 3a przedstawiono przykładowe krzywe zmian siły przy zmniejszającej się wysokości materiału podczas ściskania materiału pomiędzy płytami 61 i 121 mm. Na początku ściskania przy większych płytach obserwowano sigmoidalny kształt krzywej, nie obserwowany dla mniejszych płyt, co wskazywać mogło na przepływ nieustalony związany z zakłóceniami występującymi na początku ściskania. Krzywa przedstawiająca logarytmowane wartości siły i wysokości wskazuje na obecność dominującego obszaru idealnego przepływu wzdłużnego (rys 3b). W przypadku obu płyt obszar ten występował przy wysokości próbki poniżej 3 mm.



Rys. 3. Zależność siły i wysokości a) oraz $\log F$ i $\log H$ b) dla przecieru jabłkowego ściskanego pomiędzy płytami o średnicach 61 lub 120 mm z prędkością $0,1 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$

Fig. 3. Relationship between force and height a) and $\log F$ vs. $\log H$ b) of apple pulp compressed between two plates of 61 and 120 mm in diameter at velocity of 0.1 mm s^{-1}



Rys. 3. Zależność siły i wysokości a) oraz $\log F$ i $\log H$ b) dla przecieru jabłkowego ściskanego pomiędzy płytami o średnicach 61 lub 120 mm z prędkością $0,1 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$

Fig. 3. Relationship between force and height a) and $\log F$ vs. $\log H$ b) of apple pulp compressed between two plates of 61 and 120 mm in diameter at velocity of 0.1 mm s^{-1}

Podwojenie średnicy płyt wpływa również na zwiększenie wartości naprężeń przy odkształceniu materiału do wysokości 1 mm jak i po relaksacji dla wszystkich badanych prędkości ściskania (tab. 1). Analiza statystyczna wykazała, iż, zastosowanie większych płyt wpływało istotnie na powtarzalność wyników. Współczynnik zmienności określony jako stosunek odchylenia standardowego do wartości średniej dla naprężeń przy wysokości próbki $H_t = 1$ mm wynosił od 12 do 29% przy zastosowaniu płyt o średnicy 61 mm, zaś przy większych płytach nie przekraczał 4%. Zwiększając prędkości testu z 0,1 do 2 mm·s⁻¹ obserwowano 2-krotne zwiększenie współczynnika zmienności. Mniejsze prędkości ściskania wpływały na uzyskanie większej powtarzalności wyników, zależność tę obserwowano w obu przypadkach stosowanych zestawu płyt. Podobną powtarzalność wyników uzyskano w badaniach innych materiałów takich jak, musztarda (Suwonsichon i Peleg 1999), olej mineralny (Corradini i in. 2000a), czy przecier pomidorowy i ketchup (Lorenzo i in. 1997), wartość współczynnika zmienności rzadko przekraczała 10%, a w większości analizowanych parametrów była bliska 5%. Suwonsichon i Peleg (1999) podkreślają, iż dopóki średnica płyt jest duża w porównaniu z wysokością próbki, wszelkie odchylenia i zmienność na początku testu mają bardzo mały wpływ na końcowy wynik. Stosując większe płyty, uzyskiwane są wyższe (o 30-55%) wartości naprężeń, które w ocenie Suwonsichon i Pelega (1999) są bardziej reprezentatywne w ocenie konsystencji materiału.

Średnica płyt nie może być zbyt duża, przy wzroście ich wielkości trudniej zagwarantować jest idealną równoległość płyt. W badaniach przeprowadzonych przez innych badaczy stosowano płyty o średnicy nie większej niż 140 mm. Estelle' i in. (2006) zaproponowali zamontowanie w teksturometrze płyty z regulacją temperatury i kąta jej nachylenia, co wpływało na zwiększenie precyzji pomiarów, ale zwiększało koszt aparatu.

W tabeli 2 zamieszczono wartości współczynników płynięcia i konsystencji uzyskane przy różnych prędkościach odkształcania materiału za pomocą płyt o średnicach 61 i 120 mm. Wartość współczynnika płynięcia w wszystkich analizowanych próbach jest mniejsza od 1, co świadczy o dominującym przepływie bez tarcia. W idealnym przepływie wzdłużnym, ciecze newtonowskie charakteryzują się wartością $n = 1$, a dla $n < 1,0$ materiał ma charakter pseudoplastyczny (Corradini i in. 2005). Współczynnik płynięcia wyznaczony przy zastosowaniu płyt 61 mm charakteryzuje się dużym zróżnicowaniem, średnie wartości n wahają się od 0,611 do 0,883. Współczynnik zmienności tego parametru dla prędkości 2 mm·s⁻¹ wynosił 18%.

Tabela 2. Parametry reologiczne przepływu wzdłużnego przecieru jabłkowego przy różnych średnicach płyt i prędkościach ściskania

Table 2. Rheological parameters determined by squeezing flow of apple pulp at different plate diameters and compression velocities

Średnica płyt Diameter of plate (mm)	Prędkość Velocity (mm·s ⁻¹)	Współczynnik płynięcia Flow index (-)	Współczynnik konsystencji Consistency coefficient (Pa·s)
61	0,1	0,681±0,074	3418 ± 652
	0,2	0,883 ± 0,028	3556 ± 211
	0,6	0,784 ± 0,038	1773 ± 254
	1,2	0,755 ± 0,074	1165 ± 47
	2,0	0,611 ± 0,110	804 ± 111
120	0,1	0,807 ± 0,005	9033 ± 457
	0,2	0,760 ± 0,007	5725 ± 194
	0,6	0,757 ± 0,005	2607 ± 77
	1,2	0,744 ± 0,009	1719 ± 65
	2,0	0,698 ± 0,038	1302 ± 28

Współczynnik konsystencji maleje wraz ze wzrostem prędkości odkształcania zarówno w testach z płytami 61 mm, jak i 120 mm, ale zastosowanie płyty o większej średnicy wpływa na 2-3-krotne zwiększenie wartości K. Analogiczny wpływ wielkości płyt na parametry reologiczne majonezu i musztardy obserwowali Hoffner i in. (1997), którzy stwierdzili, że zależność K od zwiększającego się pola powierzchni płyt jest odzwierciedleniem malejącej roli tzw. efektów końcowych. Analiza statystyczna wykazała, że w zakresie prędkości 0,2-0,6 mm·s⁻¹ wartość współczynnika n nie różniła się dla obu badanych zestawu płyt. Przy zastosowaniu większych płyt obserwowano zmniejszenie wartości współczynnika płynięcia wraz ze wzrostem prędkości odkształcania, różnice pomiędzy wartościami n nie były jednak tak duże jak przy płytach o średnicy $d = 61$ mm, maksymalnie wartości różniły się o 13%.

Uzyskane wyniki wskazują na istotny wpływ średnicy płyt, zwiększenie średnicy istotnie zwiększa powtarzalności pomiarów i ogranicza wpływ nierównego rozłożenia próby, czy heterogeniczności materiału. Wpływ prędkości odkształcania nie jest jednoznaczny, dlatego wyznaczono parametr m (6), często określany jako empiryczny współczynnik płynięcia, który dla idealnych cieczy pseudoplastycznych jest równy n, jeśli siła szczytkowa relaksacji $Fr = 0$ (Corradini i in. 2000a). Parametr m wyznaczono dla wszystkich możliwych stosunków prędkości, jego wartości wahały się w przedziale od 0,10 do 0,37 dla płyt o $d = 61$ mm. Stała wartość parametru m wskazuje na brak istotnego wpływu prędkości na wartość współczynnika płynięcia (Corradini i Peleg, 2000). W przypadku stosowania dużych płyt parametr m jest praktycznie niezależny od prędkości ściskania, aczkolwiek jego wartości rzędu 0,10-0,16 są znacznie poniżej wartości współczynników płynięcia typowych cieczy pseudoplastycznych. Podobną zależność obserwowali Corradini i in. (2000a), dla których małe wartości parametru m świadczyły o istotnym wpływie plastyczności materiału na charakterystykę jego płynięcia. Wpływ prędkości na

współczynnik płynięcia jest mało istotny przy płytach 120 mm, ale nie można wyeliminować ewentualnego zniszczenia struktury przy zastosowaniu większych prędkości ściskania (Corradini i Peleg 2000).

Właściwości reologiczne spienionego przecieru jabłkowego

Analiza statystyczna wykazała, iż większość parametrów reologicznych przecieru jabłkowego ma mniejszą zmienność w zakresie prędkości 0,2-0,6 mm·s⁻¹, dlatego badania spienionego przecieru przeprowadzono przy prędkości 0,2 mm·s⁻¹ przy zastosowaniu płyt 120 mm. Właściwości reologiczne spienionego przecieru są szczególnie istotne podczas nakładania na taśmę suszarki oraz świadczą o jego stabilności mechanicznej.

W tabeli 3 podano wartości parametrów reologicznych spienionego materiału. Współczynnik zmienności dla wszystkich parametrów nie przekraczał 6%, a dla naprężenia ściskającego przy wysokości próbki 1 mm wynosił 0,9%. Spieniony materiał charakteryzował się ponad 2,5-krotnie mniejszymi wartościami naprężeń $\sigma_{Ht=1\text{ mm}}$ (przy tej samej prędkości ściskania), co świadczyć może o mniejszej odporności na ściskanie, ale naprężenia szczątkowe po 60 i 120 s relaksacji osiągają wyższe wartości niż dla materiału niespienionego (tab. 1). Lorenzo i in. (1997) podkreślają, że wyższe siły relaksacji świadczą o większych wartościach granicy płynięcia. Udział naprężeń niezrelaksowanych spienionego materiału wynosi, około 60%, zatem materiał w formie piany ma istotną wartość granicy płynięcia w porównaniu z przecierem. Wartości współczynników płynięcia i konsystencji są wyraźnie mniejsze po spienieniu przecieru (tab. 1, 3).

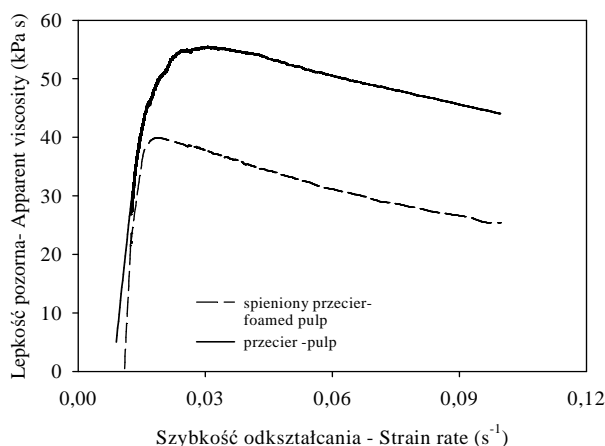
Tabela 3. Parametry reologiczne spienionego przecieru jabłkowego

Table 3. Rheological parameters of foamed apple pulp

$\sigma_{Ht=1\text{ mm}}$ (Pa)	$\sigma_{\tau=60s}$ (Pa)	$\sigma_{\tau=120s}$ (Pa)	N (-)	K (Pa·s)
2534,4±22,4	1684,8±111,4	1601,5±89,2	0,631 ± 0,008	2808 ± 28

$\sigma_{Ht=1\text{ mm}}$ – ściskające naprężenie pozorne – apparent compression stress; $\sigma_{\tau=60s}$, $\sigma_{\tau=120s}$, – naprężenie szczątkowe po 60 lub 120 s relaksacji – residual stress after 60 or 120 s of relaxation, n – współczynnik płynięcia – flow index; K – współczynnik konsystencji – consistency coefficient.

W celu porównania lepkości przecieru i materiału spienionego, wyznaczono charakterystykę zmian pozornej lepkości wzdłużnej w zależności od szybkości odkształcania (rys. 4). Wyniki uzyskane przez innych autorów (Casiraghi i in. 1985, Lorenzo i in. 1997, Terpstra i in. 2007, Launay i Michon 2008), potwierdzają, charakterystyczny przebieg krzywych, wskazujący zmniejszanie się wartości lepkości wzdłużnej wraz ze wzrostem szybkości odkształcania materiału.



Rys. 4. Zależność pozornej lepkości wzdłużnej od szybkości odkształcania przecieru jabłkowego i materiału spienionego przy prędkości ściskania $0,2 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$

Fig. 4. Apparent longitudinal viscosity vs. strain rate relationship of apple pulp and foamed material at compression velocity of 0.2 mm s^{-1}

W odróżnieniu od współczynnika konsystencji, który jest wyznaczany jako parametr modelu, wartości lepkości pozornej oparte na rzeczywistych wynikach pomiarowych, wg Lorenzo i in. (1997) to lepkość pozorna jest bardziej reprezentatywnym pomiarem konsystencji materiału przy małych prędkościach odkształcania. Lepkość pozorna przecieru przy $\dot{\epsilon} = 0,03 \text{ s}^{-1}$ jest o 35% większa od wartości uzyskanej dla materiału spienionego.

WNIOSKI

1. Zastosowanie płyt teflonowych w testach ściskania przecieru jabłkowego do oceny właściwości reologicznych jest wygodną i praktyczną metodą pomiarową. Wprawdzie teflon nie eliminuje całkowicie tarcia, ale jej ogranicza w stopniu umożliwiającym prawidłowe wyznaczenie parametrów reometrii wzdłużnej. Świadczą o tym wartości współczynników płynięcia, które dla wszystkich analizowanych wariantach były mniejsze od 1.

2. Analiza statystyczna wykazała, iż zastosowanie płyt o średnicy 120 mm wpływało na uzyskanie większej powtarzalności wyników, współczynnik zmienności wyliczony dla naprężeń pozornych nie przekraczał 4%, a dla mniejszych płyt (61 mm) sięgał 29%.

3. Współczynnik płynięcia n przecieru jabłkowego przyjmował wartości w zakresie od 0,698 do 0,807 dla płyt o średnicy 120 mm. Parametr empiryczny m wskazywał na niezależność współczynnika płynięcia od prędkości ściskania. Na

podstawie analizy statystycznej wszystkich parametrów reologicznych uznano, iż optymalną prędkością testu jest $0,2 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

4. Spieniony przecier podobnie jak i czysty przecier jabłkowy jest materiałem pseudoplastycznym. Współczynnik płynięcia n przyjmował dla spienionego przecieru wartość średnią 0,631, a współczynniki konsystencji i wartości lepkości pozornej wskazywały na mniej zwartą konsystencję po spienieniu. Istotnie wysokie wartości naprężeń szczałkowych relaksacji i znaczny udział naprężeń niezrelaksowanych świadczyły o wysokich wartościach granicy płynięcia.

PIŚMIENNICTWO

- Campanella O.H., Peleg M., 2002. Squeezing flow viscometry for nonelastic semiliquid foods. Theory and applications. *Critical Rev. Food Sci. Nutrition*, 42 (3), 241, 264.
- Casiraghi E.M., Bagley E. B., Christianson D. D., 1985. Behavior of mozzarella cheddar and processed cheese spread in lubricated and bonded uniaxial compression. *J. Texture Stud.*, 16, 281-301.
- Corradini M.G., Engel R., Peleg M., 2000a. Squeezing flow of semi liquid foods between parallel Teflon coated plates. *Rheol. Acta*, 39, 452-460.
- Corradini M.G., Engel R., Peleg M. 2005. Consistency of dispersed food systems and its evaluation by squeezing flow viscometry. *J. Texture Stud.*, 36, 605-629.
- Corradini M.G., Peleg M., 2000. Lubricated squeezing flow viscometry for *dulce de leche*. *Food Sci. Tech. Int.*, 6(4), 339-344.
- Corradini M.G., Stern V., Suwonsichon T., Peleg M., 2000b. Assessment of the extent of consistency loss in semi-liquid foods by compression and shear. *J. Texture Stud.*, 31, 363-378.
- Damru E., Peleg M., 1997. Imperfect squeezing flow viscosimetry of Newtonian liquids - theoretical and practical considerations. *J. Texture Stud.*, 28, 187-204.
- Engmann J., Servais C., Burbidge A.S., 2005. Squeeze flow theory and applications to rheometry : A review. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 132, 1-27.
- Estelle´ P., Lanos Ch., Me´linge Y., Servais C., 2006. On the optimisation of a texture analyser in squeeze flow geometry. *Measurement*. 39, 771-777.
- Ferguson J., Kembłowski Z., 1995. *Reologia stosowana płynów*, Wyd. Marcus Sc, Łódź.
- Hoffner B., Gerhards Ch, Peleg M., 1998. Method to assess the ability of rough surfaces to eliminate slip in food viscometry. *J. Texture Stud.*, 29, 527-536.
- Kampf N., Martinem C.G., Corradini M. G., 2003. Effect of two gums on the development, rheological properties and stability of egg albumen foams. *Rheol. Acta*, 42, 259-268.
- Launay B., Michon C., 2008. Biaxial extension of wheat flour doughs: lubricated squeezing flow and stress relaxation properties. *J. Texture Stud.*, 39 , 496-529.
- Lorenzo, M. A., Gerhards, C., Peleg, M., 1997. Imperfect squeezing flow viscosimetry of selected tomato products. *J. Texture Stud.*, 28, 543-567.
- Schijvens E.P.H.M., van Vliet T., van Dijk C., 1998. Effect of processing conditions on the composition and rheological properties of applesauce. *J. Texture Stud.*, 29, 123-143.
- Suwonsichon T., Peleg M., 1999. Imperfect squeezing flow viscometry of mustards with suspended particulates. *J. Food Eng.*, 39, 217-226.
- Terpstra M.E.J., Janssen A.M., Van der Linden E., 2007. Exploring imperfect squeezing flow measurements in a Teflon geometry for semisolid foods. *J. Food Sci.*, 72, 492-502.

APPLICATION OF SQUEEZING FLOW IN MEASUREMENT
OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF APPLE PULP

Ewa Jakubczyk

Department of Food Engineering and Process Management,
Faculty of Food Sciences, SGGW-WULS,
ul. Nowoursynowska 159C, 02-776 Warsaw,
e-mail: ewa_jakubczyk@sggw.pl

Abstract. The objectives of this work were to assess the effect of velocity at the range of 0.1-2.0 mm s⁻¹ and the diameter of compression plates on rheological parameters of apple pulp. Additionally, foamed apple pulp with additives was analysed. The rheological properties were investigated by squeezing flow test based on compression of a specimen between parallel Teflon plates with different diameters of 61 and 120 mm. The reproducibility of the results determined by using plate of 120 mm in diameter was higher than for those obtained with plate having 61 mm in diameter. The coefficient of variation of apparent stress did not exceed 4 and 29% using plates of 120 and 61 mm in diameter, respectively. The values of flow index *n* of pulp obtained with the 120 mm plates varied between 0.698 and 0.807. Statistical analysis showed that the optimal value of test velocity was 0.2 mm s⁻¹. The average value of flow index of foamed pulp was about 0.631. The foamed pulp had a high value of non-relaxed stress ratio, which indicated that the foamed material had a yield stress of considerable magnitude.

Key words: rheology, squeezing flow, apple pulp