

## OCENA WŁAŚCIWOŚCI REOLOGICZNYCH GLUTENU MOKREGO PRZY POMOCY TESTU PELZANIA

*A. Miś*

Instytut Agrofizyki PAN, ul. Doświadczalna 4, 20-290 Lublin 27

e-mail: [mis@demeter.iapan.lublin.pl](mailto:mis@demeter.iapan.lublin.pl)

**Streszczenie:** Artykuł zawiera opis nowej metody oceny właściwości reologicznych glutenu mokrego na podstawie proponowanego testu pelzania i odprężania walca glutenu. W celu uformowania tego walca, próbkę glutenu o określonej masie przetłacza się przez otwór wylotowy strzykawki. W czasie testu pelzania, walec glutenu zwisając swobodnie rozciąga się pod własnym ciężarem i równocześnie przyrosty jego długości są rejestrowane. Test pelzania przerywa się poprzez odcięcie i zanurzenie walca glutenu w solance. Następuje etap odprężania, przy końcu którego określa się ponownie długość walca glutenu. Do interpretacji danych pomiarowych wykorzystano 4-elementowy model reologiczny Burgersa. Na podstawie krzywej pelzania i długości walca po odprężaniu wyznaczono szereg wskaźników charakteryzujących właściwości reologiczne glutenu mokrego.

**Słowa kluczowe:** pszenica, gluten mokry, właściwości reologiczne, test pelzania, model Burgersa.

### WSTĘP

Gluten jest substancją białkową, która dzięki swoim właściwościom nadaje ciastu elastyczność, a pieczywu – strukturę gąbczastą. Stąd najczęściej na podstawie właściwości reologicznych glutenu mokrego prognozuje się wartość wypiekową pszenicy [1].

Właściwości reologiczne glutenu mokrego, mającego postać lepko-sprężystej substancji, mogą być oceniane różnymi metodami. W Polsce najpowszechniej stosowany jest znormalizowany test do określania rozplywalności glutenu

mokrego, który jednakże jest mało precyzyjny, a zarazem czasochłonny [10]. Stosowane są również instrumentalne metody testowania glutenu mokrego, np. przy pomocy zestawu Glutomatic [4, 6] i glutometru pneumatycznego [10].

W ścisłych badaniach nad glutenem mokrym wykorzystuje się również inne testy, które umożliwiają wyznaczenie wskaźników reologicznych opisujących jego właściwości. Najczęściej badana próbka glutenu mokrego poddawana jest procesowi ściskania np. przy określaniu jego tekstury [2,5], lub procesowi rozciągania [8,11]. Testy na rozciąganie wydają się być bardziej użyteczne, ponieważ ten rodzaj odkształceń jest dominujący w procesach formowania ciasta i wypieku chleba, gdzie rola glutenu jest bezsporna [1]. Jednakże do przeprowadzania tych testów wykorzystywane są dość kosztowne urządzenia pomiarowe np. maszyny wytrzymałościowe „Instron”, które są na wyposażeniu nielicznych laboratoriów. Dlatego też istnieje duże zapotrzebowanie na tańsze, ale równie obiektywne sposoby oceny właściwości reologicznych glutenu.

Opracowana w Instytucie Agrofizyki PAN metoda oceny właściwości reologicznych glutenu mokrego przy pomocy testu pełzania wychodzi naprzeciw tym potrzebom. Istota proponowanego testu sprowadza się do pomiaru zmian długości zwisającego walca glutenu w wyniku jego rozciągania pod własnym ciężarem. Na tej podstawie wyznaczane są wartości odpowiednich wskaźników reologicznych.

W celu ustalenia optymalnych parametrów dla proponowanego testu pełzania oraz dla określenia użyteczności wyznaczonych wskaźników reologicznych, przeprowadzono dwa odrębne eksperymenty. W pierwszym z nich, zbadano wpływ wielkości odważki i prędkości przetłaczania glutenu na zmianę wartości wyznaczonych wskaźników. W drugim, przeprowadzono charakterystykę wybranych odmian pszenicy w oparciu o zaproponowaną metodę oceny właściwości reologicznych glutenu. Otrzymane wyniki tych badań są przedmiotem niniejszego artykułu.

## MATERIAŁ I METODY

### Material badawczy

Do badań metodycznych (eksperyment I) wykorzystano próbki glutenu mokrego 2 odmian pszenicy: Roma (ozima), o przeciętnym indeksie glutenu, i Igna (jara), o wysokim indeksie (tab.1). Odmiany te w obrębie oznaczonych cech [4, 6] nie różniły się jedynie gęstością glutenu.

W eksperymencie II, materiałem badawczym były próbki glutenu mokrego 3 odmian pszenicy ozimej (Juma, Maltanka, Roma) i 3 – jarej (Henika, Igna, Kontesa), których charakterystykę zamieszczono w tabeli 1.

Tabela 1. Charakterystyka glutenu badanych odmian pszenicy wykonana przy pomocy Glutomatic 2200 [4, 6], (z wyjątkiem gęstości)

Table 1. Gluten characteristics of studied wheat cultivars determined by glutomatic 2200 [4, 6], (except density)

Odmiany pszenicy	Ubytek wilgotności glutenu podczas wirowania [%]	Cechy oznaczone po odwirowaniu glutenu			
		<sup>4</sup> Ilość glutenu mokrego [%]	Wilgotność glutenu [%]	Indeks glutenu [%]	<sup>5</sup> Gęstość glutenu mokrego [g/cm <sup>3</sup> ]
<sup>1</sup> Juma	4.0	32.1	67.0	64.3	1.08
<sup>1</sup> Maltanka	12.8	23.0	65.7	30.0	1.10
<sup>1</sup> Roma	5.0	23.0	66.2	43.6	1.08
<sup>2</sup> Henika	4.7	22.5	66.4	57.7	1.08
<sup>2</sup> Igna	1.8	26.0	67.6	91.0	1.08
<sup>3</sup> Kontesa	9.6	34.7	65.9	41.8	1.09
<sup>3</sup> NIR	1.7	0.6	0.9	4.2	0.02

<sup>1</sup> – pszenica ozima, <sup>2</sup> – pszenica jara, <sup>3</sup> – najmniejsze istotne różnice,

<sup>4</sup> – przy 14% wilgotności ziarna, <sup>5</sup> - oznaczono przy pomocy strzykawki.

<sup>1</sup> – winter wheat, <sup>2</sup> – spring wheat, <sup>3</sup> – least significant differences,

<sup>4</sup> – at 14% moisture of grain, <sup>5</sup> – determined by means of the syringe.

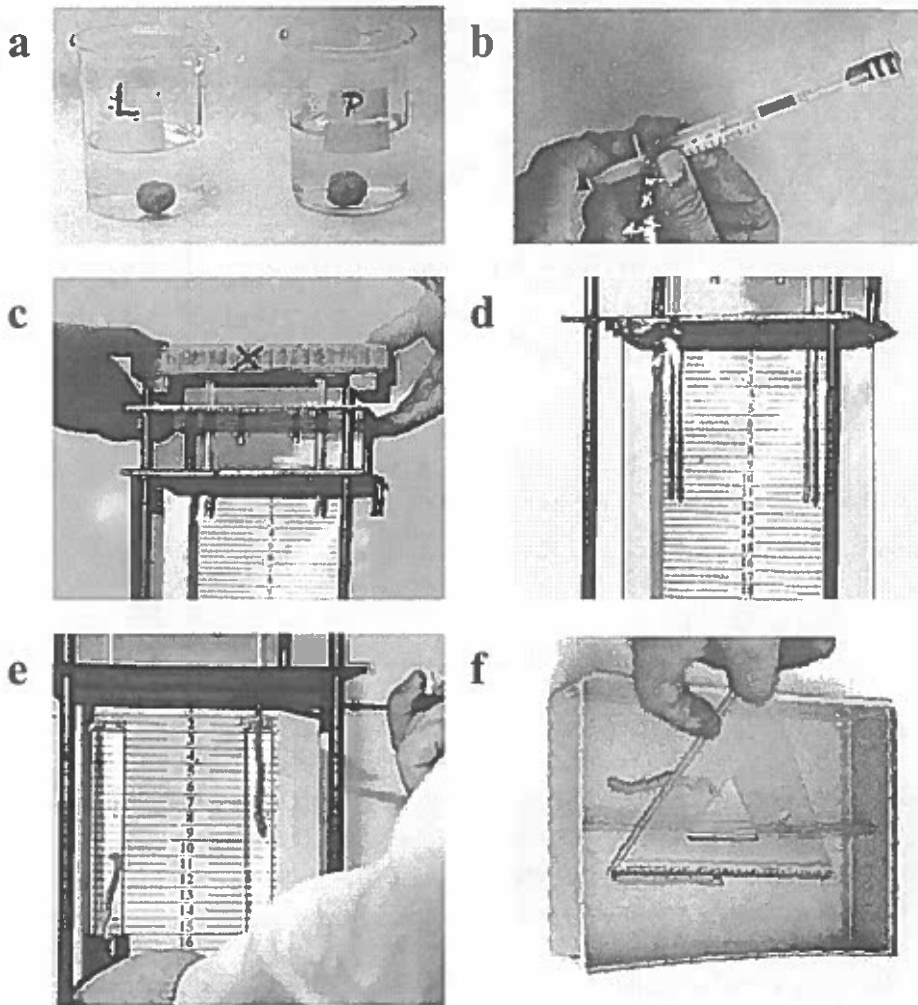
### Metoda oceny właściwości reologicznych glutenu mokrego

Opracowana metoda oceny właściwości reologicznych glutenu polega na przeprowadzaniu testu pelzania i odprężania walca glutenu mokrego w sposób pokazany na fotografii 1. Formowanie walca glutenu wykonywano za pomocą

strzykawki plastikowej (BN-72/5915-14, LZF „Polfa”, Lublin), o pojemności  $2 \text{ cm}^3$ , z otworem wylotowym o długości 11,0 mm i średnicy 2,4 mm. Stosunek pola przekroju otworu wylotowego do pola przekroju cylindra strzykawki wynosił 1:14. Strzykawkę mocowano w pozycji pionowej na statywie, który wyposażono w ekran z podziałką do odczytu długości zwisającego walca glutenu (Fot. 1d). W momencie odczytu długości, na ekran ten kierowano skupioną wiązkę światła. Cień walca glutenu padający na podziałkę ułatwiał dokładniejszy odczyt jego długości.

Testy pelzania i odprężania prowadzono przy stałej temperaturze powietrza i solanki, równej  $22,5 \text{ }^\circ\text{C}$ . Testom poddawano świeże próbki glutenu mokrego, które wmywano z pełnoziarnistego miewa i odwirowywano zgodnie z normą ICC [4]. Jeżeli dysponujemy dwustanowiskowym urządzeniem do wmywania glutenu, np. Glutomatic 2200, test pelzania i odprężania można prowadzić w dwóch równoległych cyklach, tak jak pokazano na fotografii 1.

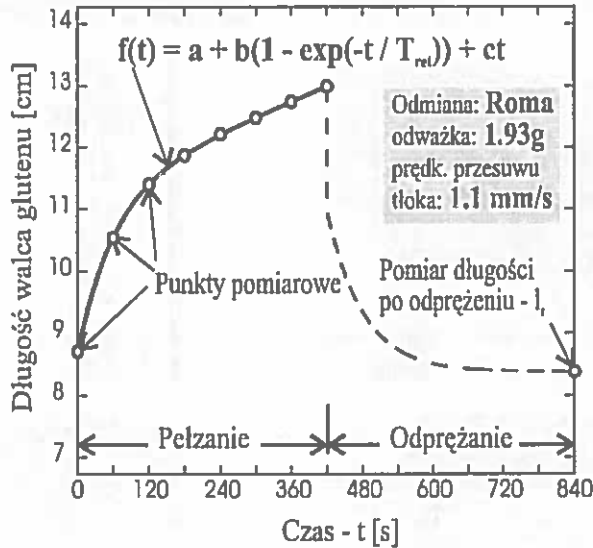
Przed rozpoczęciem testu, kulkę glutenu uformowaną ręcznie zanurzano w solance (2% wodny roztwór NaCl) na okres 10 minut w celu ustabilizowania jej temperatury (Fot. 1a). Następnie wskutek wytwarzanego podciśnienia w strzykawce, kulkę glutenu wciągano do jej wnętrza i tłokiem przesuwano ją w kierunku otworu wylotowego (Fot. 1b). Z podziałki strzykawki odczytywano objętość próbki glutenu, z dokładnością do  $0,05 \text{ cm}^3$ . Po umieszczeniu strzykawki z glutenem na statywie, tłok strzykawki przesuwano ruchem jednostajnym poprzez wywieranie nacisku na płytę dociskową (Fot. 1c). Konstrukcja tej płyty sprawiała, że przy dolnym położeniu tłoka, w strzykawce zawsze pozostawał gluten o stałej objętości, równej  $0,3 \text{ cm}^3$ . Po przetłoczeniu przez wylot strzykawki, gluten przyjmował formę wydłużonego walca, który zwisając rozciągał się pod własnym ciężarem (Fot. 1d). Pomiar długości walca, z dokładnością do 1mm, wykonywano bezpośrednio po zakończeniu przetłaczania oraz w odstępach co 60 s w trakcie testu pelzania (Rys. 1). Przy końcu testu pelzania (420s), zwisający walec glutenu odcinano, równo z krawędzią wylotu strzykawki, zanurzając go w cylindrze z solanką (Fot. 1e). Następnie po okresie odprężania walca glutenu w solance (420 s), określano jego długość (l), w sposób pokazany na fotografii 1f.



Fot. 1. Etapy przeprowadzania testu pelzania i odprężania walca glutenu mokrego: (a) próbki glutenu przygotowane do badań, (b) umieszczenie glutenu w strzykawce, (c) przetłaczanie glutenu i formowanie walca, (d) pelzanie walca glutenu pod własnym ciężarem i odczyt zmian jego długości, (e) koniec etapu pelzania; odcięcie i zanurzenie walca glutenu w solance, (f) etap odprężania, przy końcu którego odczytuje się długość walca.

Photo. 1. Procedure of conducting the creep and recovery test for the wet gluten cylinder: (a) gluten samples prepared to test, (b) pouring gluten into syringe, (c) forcing through and forming gluten cylinder, (d) creeping the gluten cylinder under its weight and reading out changes in the cylinder length, (e) end of the creep; cutting off and dipping the gluten cylinder in the NaCl solution, (f) the recovery stage, at end of which the length of gluten cylinder is read out.

Do interpretacji zmian długości walca glutenu zarejestrowanych podczas tego testu przyjęto 4-elementowy model reologiczny Burgersa, który szczególnie dobrze charakteryzuje zachowanie się ciała w trakcie pełzania [8]. Dopasowanie równania regresji -  $f(t)$ , przedstawionego na rysunku 1, do danych pomiarowych uzyskanych w teście pełzania było bardzo wysokie.



Rys. 1. Typowa krzywa pełzania i odpężania dla walca glutenu mokrego wraz z punktami pomiarowymi, które wzięto do wyznaczenia wskaźników reologicznych.

Fig. 1. Typical creep and recovery curve for wet gluten cylinder with measurement points, which were taken at determining reological indexes.

Wartości współczynnika  $r^2$  nie spadały poniżej 0,99. Zgodnie z założeniami modelu Burgersa, interpretacja parametrów równania -  $f(t)$  jest następująca:

- a – długość walca glutenu w chwili rozpoczęcia pełzania ( $t=0$ ), wyrażona w [cm]. Jest ona sumą długości początkowej walca ( $l_0$ ) i odkształcenia sprężystego ( $a-l_0$ ).
- b – odkształcenie sprężyste opóźnione walca glutenu, wyrażone w [cm].
- c – prędkość lepkiego płynięcia walca glutenu, wyrażona w [cm/s]. Efektem lepkiego płynięcia jest trwałe, nieodwracalne odkształcenie walca glutenu.
- $T_{ret}$  – stała czasowa, wyrażona w [s]. Oznacza ona czas pełzania, po upływie którego wielkość odkształcenia sprężystego opóźnionego osiąga wartość równą  $b(1-1/e)$ .

Parametry tego równania ( $a$ ,  $b$ ,  $c$  i  $T_{rel}$ ) oraz parametr  $l_r$  (długość walca po odprężeniu) posłużyły do wyznaczenia wskaźników charakteryzujących właściwości reologiczne glutenu, takich jak:

- długość początkowa walca glutenu ( $l_0$ ), wg wzoru;

$$l_0 = l_r - (c \cdot 420), \quad [\text{cm}], \quad (1)$$

gdzie: 420 – czas trwania pelzania w [s],

- wskaźnik elastyczności glutenu (WEG), wg wzoru:

$$\text{WEG} = \begin{cases} (1 - \frac{l_0 - l_r}{l_{\max} - l_r})100, & \text{gdy } l_0 < l_{\max}, \quad [\%] \\ 0, & \text{gdy } l_0 = l_{\max} \end{cases} \quad (2)$$

gdzie:  $l_r$  – skok tłoka,  $l_{\max} = (V_r / \pi r_c^2)$ ,  $V_r$  – objętość przetłoczonego glutenu,

$r_c$  – promień otworu wylotowego strzykawki

- odkształcenie całkowite walca glutenu ( $\epsilon_t$ ), wg wzoru;

$$\epsilon_t = (a + b + (c \cdot 420) - l_0) / l_0, \quad [-], \quad (3)$$

- udział odkształcenia sprężystego ( $U_A$ ), wg wzoru

$$U_A = 100 \cdot (a - l_0) / (l_0 \cdot \epsilon_t), \quad [\%], \quad (4)$$

- udział odkształcenia sprężystego opóźnionego ( $U_B$ ), wg wzoru

$$U_B = 100 \cdot b / (l_0 \cdot \epsilon_t), \quad [\%], \quad (5)$$

- udział odkształcenia trwałego ( $U_C$ ), wg wzoru

$$U_C = 100 \cdot ((c \cdot 420) - l_0) / (l_0 \cdot \epsilon_t), \quad [\%], \quad (6)$$

- prędkość odkształcania walca glutenu w czasie pelzania ( $v(t)$ ), wg wzoru;

$$v(t) = f'(t) / l_0, \quad [\text{s}^{-1}], \quad (7)$$

gdzie:  $f'(t)$  – pierwsza pochodna funkcji  $f(t)$ ,  $t$  – czas [s]

Zgodnie ze wzorem (2), wskaźnik elastyczności glutenu – WEG wyraża zdolność próbki glutenu mokrego do odzyskiwania pierwotnych wymiarów (długości) po odkształceniu jej wskutek przetłaczania przez otwór wylotowy strzykawki. Wskaźnik ten przyjmuje wartości z przedziału od 0 (gluten idealnie plastyczny) do 100 % (gluten idealnie elastyczny). Wielkość odkształcenia całkowitego walca glutenu -  $\epsilon_t$ , jak wynika ze wzoru (3), jest sumą odkształceń składowych, tj. odkształcenia sprężystego, sprężystego opóźnionego i trwałego.

Wartość  $\epsilon_1$  jest miarą rozciągliwości glutenu w teście pelzania. Natomiast na podstawie udziału odkształceń składowych można wskazywać na przyczyny tej rozciągliwości. Interpretacja prędkość odkształcania walca glutenu -  $v(t)$  zależy od fazy testu pelzania, przy której ona jest określana. W początkowym okresie pelzania, wartość  $v(t)$  wskazuje na prędkość wydłużania walca glutenu głównie w wyniku jego odkształcania sprężystego opóźnionego. Zaś w końcowym okresie pelzania, charakteryzuje ona wyłącznie szybkość lepkiego płynięcia walca glutenu, i jest proporcjonalna do wielkości jego trwałego odkształcenia.

### Metodyka eksperymentu I

W badaniach metodycznych określono wpływ wielkości odważki i prędkości przesuwu tłoka na zmianę wartości niektórych wskaźników reologicznych, takich jak:  $l_0$ , WEG,  $\epsilon_1$ ,  $U_A$ ,  $U_B$  i  $U_C$ . Ponadto zweryfikowano na drodze eksperymentalnej poprawność wyznaczania  $l_0$  ze wzoru (1). W tym celu próbki glutenu przetłaczano bezpośrednio do solanki, opuszczając etap pelzania aby zapobiec wydłużaniu się walca glutenu, i mierzono jego długość.

Przy przetłaczaniu, stosowano dwie wielkości odważki glutenu mokrego na poziomie 1,93 i 2,20 g. Przy ustalaniu wielkości mniejszej odważki wzięto pod uwagę fakt, że przy standardowej procedurze wymywania [4] taka ilość glutenu mokrego jest możliwa do uzyskania nawet w przypadku odmian charakteryzujących się niską zawartością glutenu.

Prędkość przesuwu tłoka strzykawki podczas przetłaczania próbki glutenu regulowano przy pomocy maszyny Instron 6022. Prędkości te wynosiły 0,7, 1,1 i 2,3 mm/s, dla odważki 1,93 g, oraz 0,9, 1,3 i 2,7 mm/s, dla odważki 2,20 g. Dla przyjętych zakresów prędkości, czas trwania przetłaczania glutenu wynosił odpowiednio 30, 20 lub 10 s, bez względu na wielkość odważki glutenu.

### Metodyka eksperymentu II

Celem tych badań było wykazanie, które spośród wyznaczonych wskaźników reologicznych:  $v(t)$ , WEG,  $\epsilon_1$ ,  $U_A$ ,  $U_B$  i  $U_C$ , mogą być przydatne dla klasyfikacji odmian pod kątem właściwości reologicznych glutenu. Próbki glutenu mokrego przetłaczano ręcznie (Fot. 1). Zastosowano stałą odważkę glutenu, równą 1,93 g, oraz stałą prędkość przesuwu tłoka, równą 1,1 mm/s, która odpowiadała 20-s okresowi trwania przetłaczania.

Testy pelzania i odprężania przeprowadzano w 4 powtórzeniach. Dla każdego z wyznaczonych wskaźników przeprowadzono analizę wariancji w celu wyzna-



czenia 95% przedziałów ufności dla średnich (NIR). Ponadto dla określenia stopnia przydatności danego wskaźnika reologicznego w wykrywaniu różnic między odmianami pszenicy określono wskaźnik zróżnicowania cechy ( $W_r$ ) zgodnie ze wzorem:

$$W_r = (2(\sum_{k=1}^n |\bar{X} - X_k|)) / n) / \text{NIR}, \quad [-], \quad (8)$$

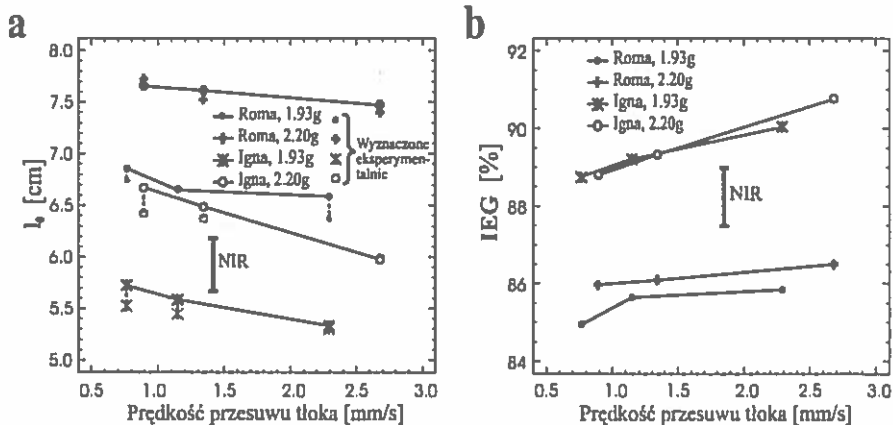
gdzie:  $\bar{X}$  – średnia ogólna,  $X_k$  – średnia dla k-tej odmiany,  $n$  – liczba odmian.

Siłę związku pomiędzy wyznaczonymi wskaźnikami reologicznymi a wskaźnikami standardowej oceny glutenu [4, 6] oceniono określając współczynniki korelacji ( $r$ ) i poziomy jej istotności ( $\alpha$ ).

## WYNIKI I DYSKUSJA

### Metodyczne aspekty oceny glutenu przy pomocy testu pelzania

Na rysunkach 2 i 3 pokazano wpływ parametrów testu pelzania, takich jak: wielkość odważki glutenu mokrego i prędkość przesuwu tłoka (prędkość przetłaczania glutenu) na kształtowanie się wartości niektórych wskaźników reologicznych.



Rys. 2. Zmiany długości początkowej walca glutenu –  $l_0$  (a) oraz wskaźnika elastyczności glutenu – WEG (b) w zależności od prędkości przesuwu tłoka, odważki glutenu i odmiany.

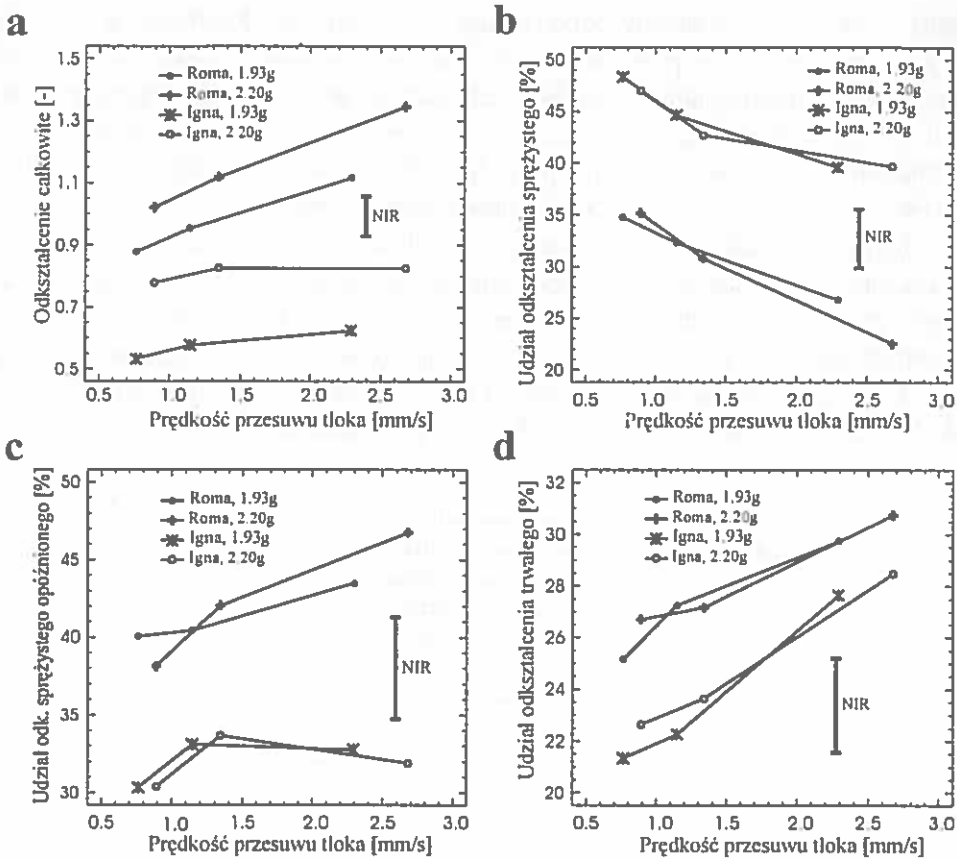
Fig. 2. Changes in the initial length of gluten cylinder –  $l_0$  (a) and gluten elasticity index – IEG (b) in relation to the rate of forcing through, a weighed amount of gluten and a cultivar.

Długość początkowa walca glutenu mokrego -  $l_0$  (Rys. 2a), obliczona ze wzoru (1) przyjmowała wartości identyczne z tymi określonymi na drodze eksperymentalnej (tłoczenie bez pelzania). Wartość  $l_0$  zależała przede wszystkim od wielkości odważki glutenu i odmiany pszenicy. Wpływ odważki został całkowicie wyeliminowany, gdy wartości  $l_0$  przeliczono na wartości wskaźnika elastyczności glutenu - WEG (Rys. 2b). Wartości tego wskaźnika zależały głównie od właściwości glutenu związanych z genotypem odmiany. Gluten odmiany Igna, o wyższej elastyczności, w miarę wzrostu prędkości przetłaczania odznaczał się coraz wyższym indeksem elastyczności.

Wielkość odkształcenia całkowitego walca glutenu mokrego podczas testu pelzania -  $\epsilon_t$  (Rys. 3a) rosła wraz z odważką glutenu, a w mniejszym stopniu z prędkością przetłaczania, dotyczyło to zwłaszcza glutenu o wyższej elastyczności (Igna). Większe różnice między odmianami wykryto przy stosowaniu mniejszej odważki glutenu.

W strukturze odkształcenia całkowitego największy udział miały odkształcenia sprężyste, gdy stosowano niższe prędkości przetłaczania (Rys.3b). Natomiast, przy wyższych prędkościach udział odkształceń sprężystych gwałtownie spadał, ustępując miejsca odkształceniom trwałym (Rys.3d). Prędkość przetłaczania wywierała wyraźnie mniejszy wpływ na kształtowanie się wielkości udziału odkształceń sprężystych opóźnionych (Rys.3c). Natomiast wielkość udziału poszczególnych odkształceń składowych praktycznie nie była uzależniona od wielkości odważki glutenu.

Prezentowane wyniki nie rozsądają, która z zastosowanych odważek glutenu wnosi więcej obiektywizmu do tej oceny. Jedynie w przypadku parametru  $\epsilon_t$  wykazano, że stosowanie niższej odważki glutenu (1,93g), zwłaszcza przy niższym zakresie prędkości przetłaczania (0,7 - 1,1mm/s), sprzyja większemu uwydatnieniu różnic międzyodmianowych. Ponadto, ze względów praktycznych, które omówiono w metodyce tych badań, wielkość odważki glutenu na poziomie 1,93 g należy uznać jako bardziej użyteczną przy klasyfikacji odmian. Wyniki te jednoznacznie wskazują, że stosowanie zbyt dużych prędkości przetłaczania glutenu (2,3 mm/s) oddziałuje na zmianę zachowania się walca glutenu w trakcie pelzania. Przejawia się to w istotnym wzroście udziału odkształceń trwałych i zmniejszaniu udziału odkształceń sprężystych. Jednakże stosowanie małych prędkości przetłaczania glutenu (0,7 mm/s) wydłuża znacznie czas tego etapu, w trakcie którego zachodzi równocześnie proces pelzania formującego się walca glutenu. Z tych względów za optymalną należy uznać pośrednią prędkość przesuwu tłoka na poziomie 1,1 mm/s.



Rys. 3. Wpływ prędkości przesuwu tłoka, odważki glutenu i odmiany na wielkość odkształcenia całkowitego (a) w teście pełzania walca glutenu mokrego oraz zmianę udziału odkształceń sprężystych (b), sprężystych opóźnionych (c) i trwałych (d).

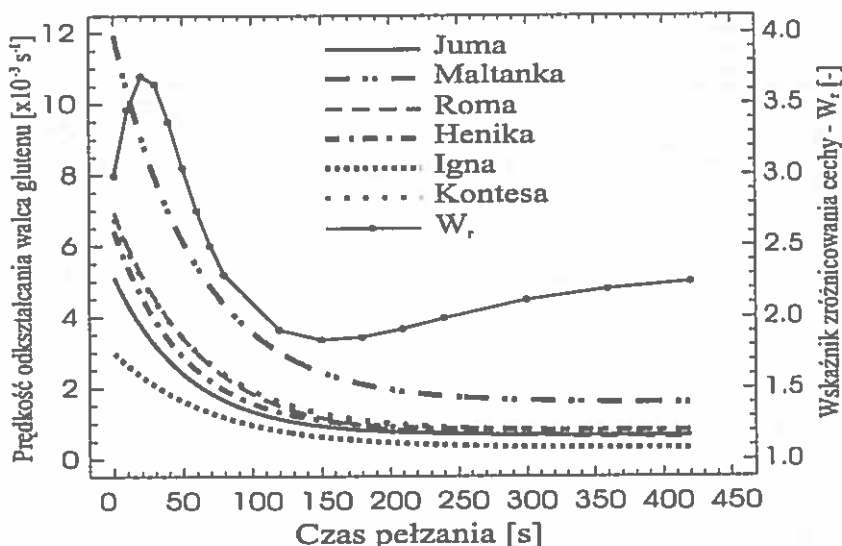
Fig. 3. Effect of the rate of forcing through, and a weighed amount of gluten and a cultivar on total strain (a) in the creep test of wet gluten cylinder as well as change in proportion of elastic (b), retarded elastic (c) and permanent (d) strains.

### Reologiczna charakterystyka odmian pszenicy

Charakterystykę badanych odmian pszenicy pod względem prędkość odkształcania walca glutenu -  $v(t)$  podczas testu pełzania przedstawiono na rysunku 4. Na początku testu pełzania, prędkości odkształcania przyjmowały bardzo wysokie wartości, a równocześnie różnice między odmianami były największe. Wartości  $v(t)$ , gdy  $t=0$ , dla odmian skrajnie różniących się tą cechą,

Igna i Maltanka, wynosiły odpowiednio  $3$  i  $12 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Prędkości te w miarę wydłużania się testu pełzania szybko malały, a różnice między odmianami stawały się proporcjonalnie mniejsze. Gdy czas trwania pełzania osiągnął  $t=180\text{s}$ , wartości  $v$  wynosiły zaledwie  $0,5$  i  $2,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , odpowiednio dla odmian Ignia i Maltanka. Przy końcu testu pełzania, gdy  $t=420 \text{ s}$ , prędkości te tylko nieznacznie się zmieniły, przyjmując odpowiednio wartości  $0,3$  i  $1,6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

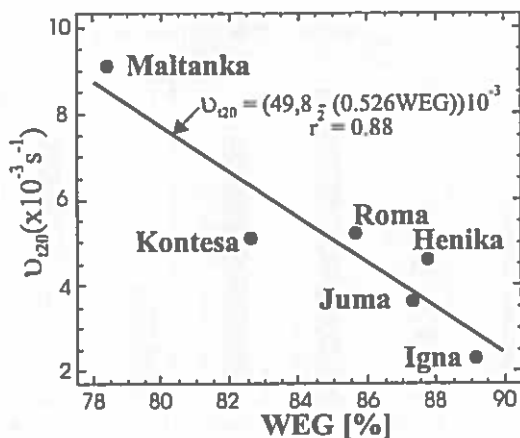
Jednakże, kiedy skonfrontowano malejące różnice między odmianami z kształtowaniem się wartości NIR, zauważono, że w pewnym krótkim okresie testu pełzania, wskaźnik zróżnicowania cechy -  $W_r$ , przyjmował szczególnie wysokie wartości (Rys. 4). Wskazuje to, że prędkość chwilowa odkształcania dla  $t=20 \text{ s}$  ( $v_{120}$ ), wyznaczana ze wzoru (7), może być użytecznym wskaźnikiem reologicznym dla klasyfikacji jakościowej odmian pszenicy.



Rys. 4. Zmiany prędkości odkształcania walca glutenu mokrego ( $v(t)$ ) podczas testu pełzania na tle zróżnicowania odmianowego tej cechy ( $W_r$ ).

Fig. 4. Changes in the rate of straining of wet gluten cylinder during a creep test against a background of the cultivar differentiation of this feature ( $W_r$ ).

Na rysunku 5 pokazano związek jaki istnieje między prędkością chwilową odkształcania walca glutenu ( $v_{120}$ ) i wskaźnikiem elastyczności glutenu (WEG). Gluten elastyczniejszy odznaczał się zarazem mniejszą prędkością odkształcania w trakcie pełzania.

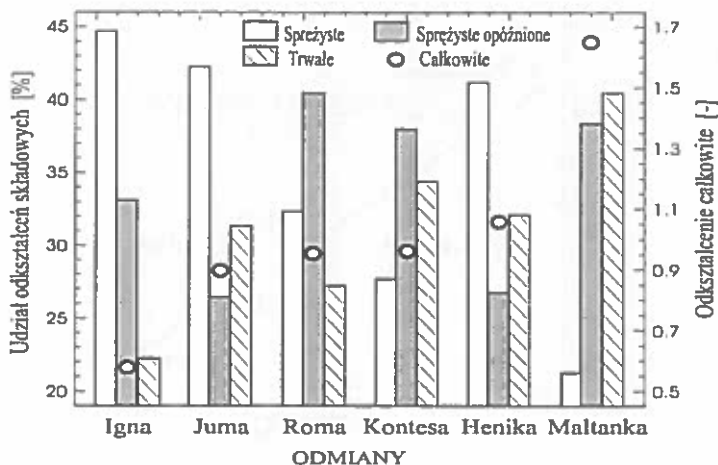


Rys. 5. Związek pomiędzy wskaźnikiem elastyczności glutenu (WEG) a prędkością chwilową odkształcania walca glutenu w czasie pelzania dla  $t = 20$  s ( $U_{t20}$ ).

Fig. 5. Relationship between the gluten elasticity index (WEG) and the rate of straining of gluten cylinder during a creep test in a moment when  $t = 20$  s ( $U_{t20}$ ).

Charakterystykę badanych odmian pod względem kształtowania się udziałów odkształceń składowych, jakim podlegał walec glutenu w teście pelzania, przedstawiono na rysunku 6. Odmiany uporządkowano zgodnie ze wzrastającą wartością odkształcenia całkowitego. Struktura udziałów odkształceń składowych była odmienna dla każdej z 6 odmian. Jednakże zaobserwowano wyraźną zależność polegającą na tym, że im mniejszemu odkształceniowi całkowitemu podlegał gluten, tym wyższym odznaczał się udziałem odkształcenia sprężystego, na niekorzyść - trwałego. U odmian Roma i Kontesa, o przeciętnej wielkości odkształcenia całkowitego, w strukturze udziałów przeważały odkształcenia sprężyste opóźnione.

Na podstawie wskaźnika zróżnicowania cechy -  $W_r$  dokonano oceny użyteczności wyznaczonych wskaźników reologicznych (Tab. 2). Wszystkie wskaźniki reologiczne charakteryzowały się wartościami  $W_r$  znacznie przekraczającymi próg wyczuwalności różnic między odmianami ( $W_r > 1$ ). Najwyższymi wartościami  $W_r$  wyróżniły się takie wskaźniki jak:  $U_A$  (4,3),  $U_{t20}$  (3,7) i WEG (3,1). Oznacza to, że błąd oszacowania wartości średnich tych wskaźników był kilkakrotnie mniejszy od stwierdzonych różnic między badanymi odmianami. Tak więc wskaźniki  $U_A$ ,  $U_{t20}$  i WEG mogą być bardzo użyteczne przy klasyfikacji odmian pszenicy pod względem właściwości reologicznych glutenu.



Rys. 6. Zmiany udziału odkształceń sprężystych, sprężystych opóźnionych i trwałych w odkształceniu całkowitym walca glutenu podczas testu pelzania w zależności od odmiany pszenicy.

Fig. 6. Changes in proportion of elastic, retarded elastic and permanent strains to total strain of gluten cylinder during a creep test in relation to a wheat cultivar.

Tabela 2. Dokładność pomiaru (NIR) wskaźników reologicznych oraz ich zróżnicowanie ( $W_r$ ) między odmianami pszenicy

Table 2. Precision in measurement (NIR) of reological indexes and their differentiation ( $W_r$ ) between wheat cultivars

Wskaźniki	NIR	$W_r$
$\epsilon_1$	0.212	2.11
$U_A$	4.3 %	4.30
$U_B$	5.3 %	1.90
$U_C$	3.0 %	2.89
$T_{ret}$	14.4 s	0.72
WEG	2.0 %	3.09
$\nu_{t20}$	$7.8 \times 10^{-4} s^{-1}$	3.69

Niemniej ważne dla użyteczności wyznaczonych wskaźników reologicznych jest określenie stopnia ich powiązania ze wskaźnikami standardowej oceny jakości glutenu mokrego [4] (Tab. 3). Wskaźniki reologiczne skorelowane były najsilniej z wielkością ubytku wilgotności wskutek wirowania (Tab.1), mówiącego o ilości wody nie związanej [3] i powodującej rozmięczenie próbki glutenu

mokrego [7]. Ze zwiększaniem ubytku wilgotności wiązało się obniżanie wskaźnika elastyczności (WEG) i zmniejszanie udziału odkształceń sprężystych ( $U_A$ ) na rzecz odkształceń trwałych ( $U_C$ ) oraz zwiększanie prędkości pelzania ( $v_{t20}$ ).

**Tabela 3.** Korelacja wskaźników reologicznych z parametrami glutenu mokrego określonymi przy pomocy Glutomatic 2200

**Table 3.** Correlation between rheological indexes and wet gluten parameters determined by the glutomatic 2200

Wskaźniki reologiczne	Glutomatic 2200		
	Ubytek wilgotności glutenu	Wilgotność glutenu	Indeks glutenu
$\epsilon_t$	<sup>1</sup> 0.865	-0.813	-0.826
	<sup>2</sup> 0.026	0.049	0.043
$U_A$	-0.949	0.881	0.900
	0.004	0.020	0.015
$U_B$	<sup>3</sup>		
$U_C$	0.904	-0.820	-0.818
	0.013	0.046	0.043
WEG	-0.985	0.834	0.858
	0.000	0.039	0.029
$v_{t20}$	0.915	-0.860	-0.880
	0.011	0.028	0.021

<sup>1</sup> - współczynnik korelacji, <sup>2</sup> - poziom istotności korelacji,

<sup>3</sup> - pusty obszar oznacza brak korelacji.

<sup>1</sup> - correlation coefficient, <sup>2</sup> - significance level for correlation,

<sup>3</sup> - empty area means lack of the correlation.

Przeciwstawne zachowanie glutenu podczas testu obserwowano wraz ze wzrostem wilgotności glutenu odwirowanego (Tab.3). Wyższa wilgotność glutenu sprzyjała kształtowaniu się wyższej elastyczności (WEG) a równocześnie mniejszej rozciągliwości w trakcie pelzania. Przejawiało się to w zmniejszaniu prędkości odkształcania ( $v_{t20}$ ) i wielkości odkształcenia całkowitego ( $\epsilon_t$ ), a w zwiększaniu udziału odkształceń sprężystych ( $U_A$ ), kosztem trwałych ( $U_C$ ).

W obrębie tych samych wskaźników, które korelowały z wilgotnością glutenu, wystąpiły identyczne zależności z indeksem glutenu – IG (Tab.3), określanym na podstawie testu wirowania glutenu [4, 6]]. Zależności te oznaczają, że gluten mocniejszy, o wyższym IG jest zarazem bardziej elastyczny (WEG) i sprężysty ( $U_A$ ), ponadto wolniej się odkształca ( $v_{120}$ ) oraz charakteryzuje się niższymi wartościami  $\epsilon_t$  i  $U_C$ . Potwierdza to dużą zgodność obu metod w ocenie właściwości reologicznych glutenu mokrego.

#### WNIOSKI

1. Przedstawione wyniki badań wskazują, że opracowana metoda oceny właściwości reologicznych glutenu mokrego na podstawie testu pelzania walca glutenu pozwala w sposób prosty i obiektywny wyznaczyć wiele użytecznych wskaźników reologicznych.
2. Parametry zaproponowanego testu pelzania, zwłaszcza prędkość przetłaczania a w mniejszym stopniu wielkość odważki, wpływają na zmianę zachowania glutenu podczas tego testu. Nieodzowne jest więc zachowywanie stałych warunków podczas przeprowadzania testu pelzania.
3. Wyodrębniono pewien okres podczas testu pelzania walca glutenu, kiedy prędkość chwilowa odkształcania -  $v_{120}$  pokazuje największe zróżnicowanie badanych odmian pszenicy.
4. Każdej ocenianej odmianie można przypisać odrębną strukturę udziałów odkształceń składowych -  $U_A$ ,  $U_B$  i  $U_C$ , zależną od wielkości odkształcenia całkowitego –  $\epsilon_t$ .
5. Swoistą miarą elastyczności glutenu mokrego jest wskaźnik elastyczności glutenu – WEG, który określa stopień odzyskania pierwotnych wymiarów przez próbkę glutenu po jej przetłoczeniu.
6. Wskaźniki reologiczne najsilniej korelują z zawartością wody nie związanej, usuwanej podczas wirowania glutenu. Wzrost jej zawartości wpływa na pogorszenie właściwości reologicznych glutenu. Natomiast odmienną rolę odgrywa wilgotność glutenu, określana po odwirowaniu. Wraz ze wzrostem wilgotności zwiększa się elastyczność glutenu (WEG), spada prędkość odkształcania ( $v_{120}$ ) i wielkości odkształcenia całkowitego ( $\epsilon_t$ ), natomiast wzrasta udział odkształceń sprężystych ( $U_A$ ), kosztem trwałych ( $U_C$ ).
7. Spośród wyznaczonych wskaźników reologicznych, szczególnie korzystnymi wartościami wskaźnika różnicowania cechy -  $W_r$ , odznaczają się takie wskaźniki jak:  $U_A$ ,  $v_{120}$ , WEG i  $U_C$ . Stąd możliwe jest ich wykorzystanie przy klasyfikacji odmian pszenicy pod kątem właściwości reologicznych glutenu.



## PIŚMIENNICTWO

1. **Bloksma A. H., Bushuk W.:** Rheology and chemistry of dough. In: *Wheat: Chemistry and technology*. Ed. Y. Pomeranz AACC Inc., St. Paul, MN, 131-217, 1988.
2. **Czuchajowska Z., Smolinski S.:** Instrumental measurements of raw and cooked gluten texture. *Cereal Foods World*, 42, 7, 526-532, 1997.
3. **Freeman T.P., Shelton D.R., Bjerke J.M., Skierkowski K.:** The ultrastructure of wheat gluten: Variation related to sample preparation. *Cereal Chemistry*, 68, 5, 492-498, 1991.
4. International Association for Cereal Science and Technology: ICC Standard No. 155. Determination of wet gluten quantity and quality (Gluten Index ac. to Perten) of whole wheat meal and wheat flour (*Triticum aestivum*), 1994.
5. **Jeanjean M.F., Damidaux R., Feillet P.:** Effect of heat treatment on protein solubility and viscoelastic properties of wheat gluten. *Cereal Chemistry*, 57, 5, 325-331, 1980.
6. **Miś A.:** Some methodological aspects of determining wet gluten quality by the glutomatic method. *Int. Agrophysics*, 14, 263-267, 2000.
7. **Miś A., Grundas S.:** Zmiany właściwości fizycznych glutenu mokrego w wyniku nawilżania ziarna pszenicy. *Przegląd Zbożowo-Młynarski*, 4, 29-32, 1999.
8. **Mohsenin N. N.:** Physical properties of plant and animal materials. Gordon and Breach Science Publishers, 1970.
9. **Rothkaehl J.:** Analiza przyczyn powstawania błędów przy wykonywaniu oznaczania ilości i rozpuszczalności glutenu według normy PN-77/A-74041 "Ziarno zbóż i przetwory zbożowe – Oznaczenie ilości i jakości glutenu". *Przegląd Zbożowo-Młynarski*, 12, 29-32, 1998.
10. **Sadkiewicz K., Sadkiewicz J.:** Urządzenia pomiarowo-badawcze dla przetwórstwa zbożowo-mącznego. Wydawnictwa Uczelniane Akademii Techniczno-Rolniczej, Bydgoszcz, 1998.
11. **Uthayakumaran S., Newberry M., Keentok M., Stoddard F.L., Bekes F.:** Basic reology of bread dough with modified protein content and glutenin-to-gliadin ratios. *Cereal Chemistry*, 77, 6, 744-749, 2000.

## DETERMINATION OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF WET GLUTEN BY THE CREEP TEST

*A. Miś*

Institute of Agrophysics, Polish Academy of Sciences, Doświadczalna 4, 20-290 Lublin  
e-mail: [mis@demeter.iapan.lublin.pl](mailto:mis@demeter.iapan.lublin.pl)

**Summary:** This paper presents a new method for testing rheological properties of wet gluten by the proposed creep and recovery test of a gluten cylinder. For shaping the gluten cylinder, a gluten ball of the constant weight is forced through the outlet hole of syringe. During the creep test the shaped cylinder hanging freely down starts to extend under its weight and simultaneously increases in length of the gluten cylinder are measured. After the test is finished, the gluten cylinder is cut off and put into NaCl solution. After a period of recovery, the length of the gluten cylinder is again measured. For interpretation of experimental data, the 4-element Burgers model was used. On the basis of the creep curve and the cylinder length after its recovery, there were determined a number of indexes characterising rheological properties of wet gluten.

**Keywords:** wheat, wet gluten, rheological properties, creep test, Burgers model.