

Застосування інтенсивних, енергоощадних, екологічнобезпечних і конкурентоспроможних технологій

The use of intensive, energy saving, ecologia and competitive technologies

УДК 663.5.02

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ПАСТИ ЗАКУСОЧНОЇ НА ОСНОВІ СИРУ КИСЛОМОЛОЧНОГО НЕЖИРНОГО

Гурський П.В., к.т.н., проф.

(Харківський національний технічний університет сільського господарства імені Петра Василенка)

Досліджено вплив концентрації солі плавильної на упорядкованість структури пасти закусочної, виготовленої на основі сиру кисломолочного знежиреного. Встановлено залежність інтенсивності дифракційної лінії готового продукту від кута відбивання рентгенівського променя атомними площинами.

Метод рентгеноструктурного аналізу використовується під час досліджень структур складних систем, в технології яких застосовуються різні види взаємодії (плавлення, розчинення, утворення та розпад хімічних сполук, розшарування рідин і т.п.).

Знання структури та енергетики з'єднань, як простих за складом, так і складних систем, дозволяє встановити характер і міцність хімічних зв'язків, уточнити формулу, знайти густину і встановити нові хімічні сполуки в системах взаємодіючих речовин. Відомо, що найбільш чіткі рентгенограми спостерігаються для кристалічних зразків, а рідини, скло та аморфні речовини характеризуються наявністю лише розмитих дифракційних кілець, інтенсивність яких різко падає зі збільшенням кута падіння рентгенівського променя [1]. Проте, аналізуючи дифрактограми, аморфних речовин, до яких відноситься і розроблена нами паста закусочна [2], можна одержати суттєву корисну інформацію про будову цих систем, де відсутній *далекий порядок* (тобто упорядковане розташування часток віддалених від атома або молекули, обраної умовним центром), але має місце *ближній порядок* із властивим йому упорядкованим розташуванням часток, які перебувають у безпосередній близькості від умовного центра, що дозволяє встановити ступінь впливу рецептурних складників на упорядкованість структури пасти.

Завданнями експерименту було:

- дослідження упорядкованості структури закусочної пасти на основі сиру кисломолочного знежиреного з різним

вмістом солі плавильної;

- встановлення залежності упорядкованості структури закусочної пасти від концентрації солі плавильної в рецептурі;
- визначення розмірів часток закусочної пасти.

Рентгеноструктурний аналіз пасти закусочної проводився на стаціонарному рентгенівському апараті ДРОН-3 (рис. 1), який призначений для широкого кола рентгеноструктурних досліджень різних матеріалів за наступних кліматичних умов: температура навколишнього середовища +10...+35 °С; відносна вологість до 80 % за +25 °С; атмосферний тиск 84...107 кПа [3].

Експеримент проводили наступним чином. Досліджувані зразки №1, №2, №3 пасти закусочної з концентрацією солі плавильної відповідно –1%, 2%, 3% наносилися на скляну оправку (рис. 1) і розташовувалися на шляху рентгенівського променя з довжиною хвилі від 0,7 до 10 Å, що взаємодіє з кристалом. У підсумку виходив спектр, що реєструвався спеціальним електронним детектором і фіксувався самописцем. Після аналізу дифрактограм, знаходилося просторове розташування атомів у вузлах кристалічних ґрат, визначалися розміри елементарних комірок, кількість часток та симетрію їхнього розташування, а також розраховувалася електронна щільність часток в елементарних комірках. Під час вивчення дифракційного спектра кристала використовувалося рівняння Вульфа-Брегга. Один із двох параметрів цього рівняння – довжина хвилі λ або 1/2 кута падіння θ – повинен бути перемінним [4].

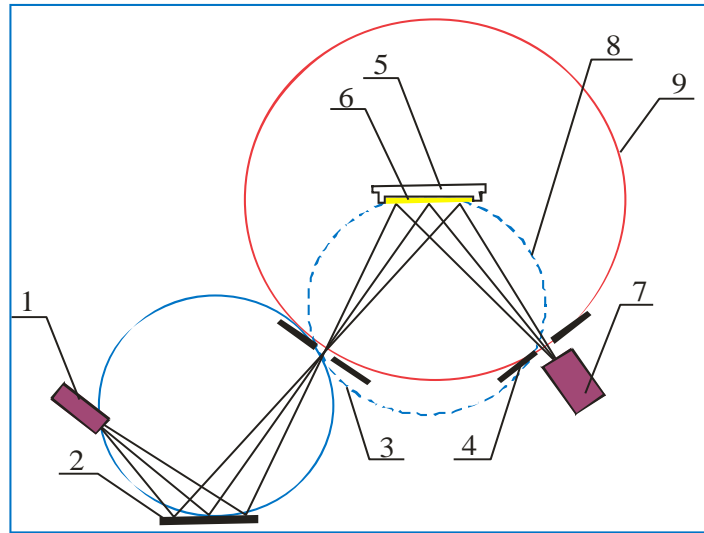


Рис. 1. Рентгенооптична схема дифрактометра ДРОН-3: 1-фокус рентгенівської трубки; 2-монокроматор плаский; 3,4- щілини; 5-скляна оправка для зразка; 6-досліджуваний зразок; 7-детектор; 8-фокусує коло Роуланда; 9-коло гоніометра

Рентгенівський аналіз упорядкованості структури паст закусочних проводився за напруги прискорення, 16 кВ та струму на рентгенівській трубці 12 мА. Зйомка значень виконувалась в $\text{Cu-K}\alpha$ -випромінюванні (з довжиною хвилі $\lambda=1,54 \text{ \AA}$), швидкість руху детектора колом гоніометра (рис.1) складала $2^\circ/\text{хв}$.

З дифрактограм зразків №1 і №2 №3 видно, що вони характеризуються аморфним рентгенівським спектром, який охоплює область кутів 2θ в діапазоні $14^\circ \dots 36^\circ$. Максимум інтенсивності дифракційної лінії

спостерігається за кута відбивання $2\theta=20,5^\circ$ (рис. 2; 3; 4), що відповідає міжплощинній відстані $d=4,30 \text{ \AA}$, яку знаходили за формулою Вульфа-Брегга [4]:

$$2d \cdot \sin \theta = \lambda,$$

де θ – половинний кут відбивання рентгенівських променів, град;

λ – довжина хвилі випромінювання, $\lambda=1,54 \text{ \AA}$.

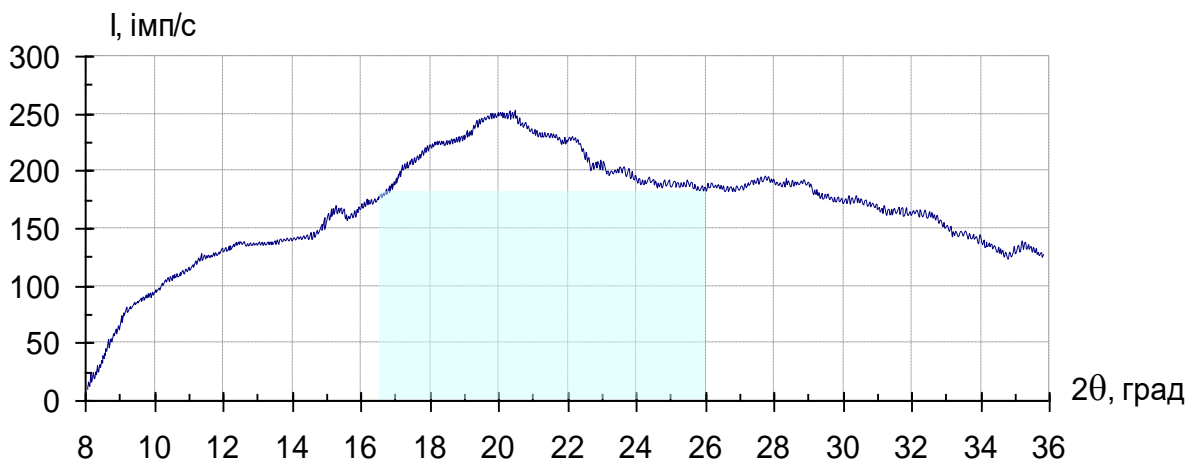


Рис. 2. Рентгенівська дифрактограма пасти закусочної з концентрацією 1% цитрату натрію

Наявність дифракційного максимуму на лініях «рідинного» типу може свідчити про тенденцію часток до упорядкування. При цьому більш високий ступінь упорядкованості спостерігається в зразках №2 і №3 з концентрацією цитрату натрію відповідно 2% і

3% в рецептурі пасти закусочної.

У зразків №2 та №3 дифракційний максимум більш чітко виражений, крім того на дифрактограмі з'явився ще додатковий максимум з $d=3,49 \text{ \AA}$.

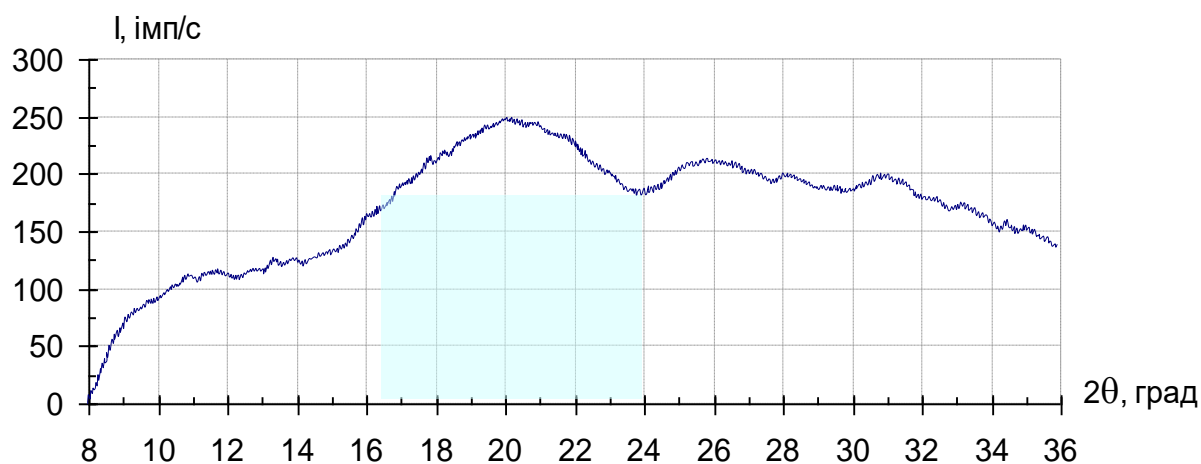


Рис. 3. Рентгенівська дифрактограма пасти закусочної з концентрацією 2% цитрату натрію

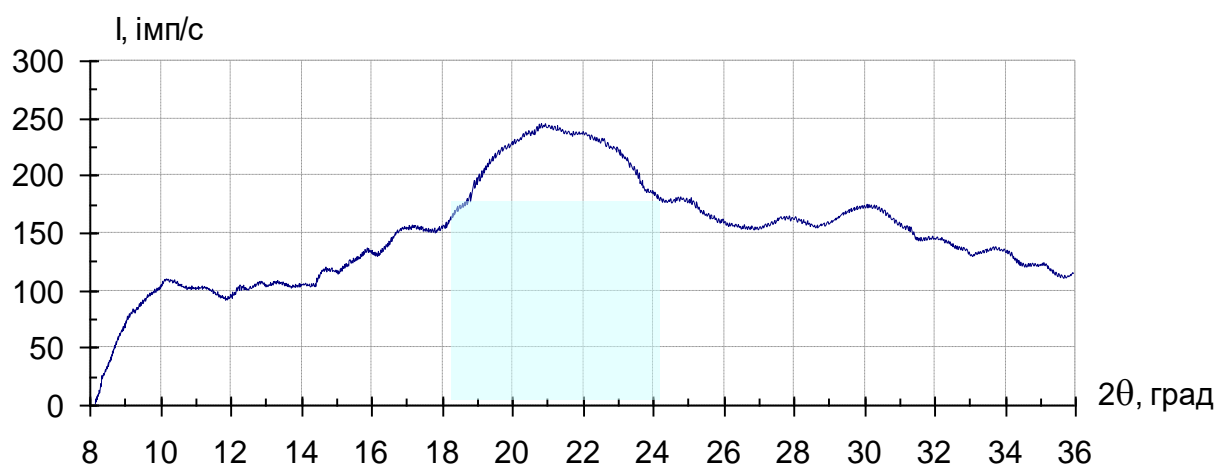


Рис. 4. Рентгенівська дифрактограма пасти закусочної з концентрацією 3% цитрату натрію

Після природного підсушування на повітрі в зразках зафіксовано помітне збільшення інтенсивності основного максимуму до $d=4,33 \text{ \AA}$, що може бути доказом зростання ступеня упорядкованості структури в наслідок зменшення дифузійного фону в зразках. При цьому дані ефекти більш

виражені в зразках №2 і №3 (рис. 5), інтегральна напівширина дифракційної лінії яких менша і складає відповідно 0,108 і 0,107 радіана, тоді як у зразка №1 вона дещо більша і складає 0,119 радіана. Площа під кривою пропорційна кількості часток, що створюють це відбивання.

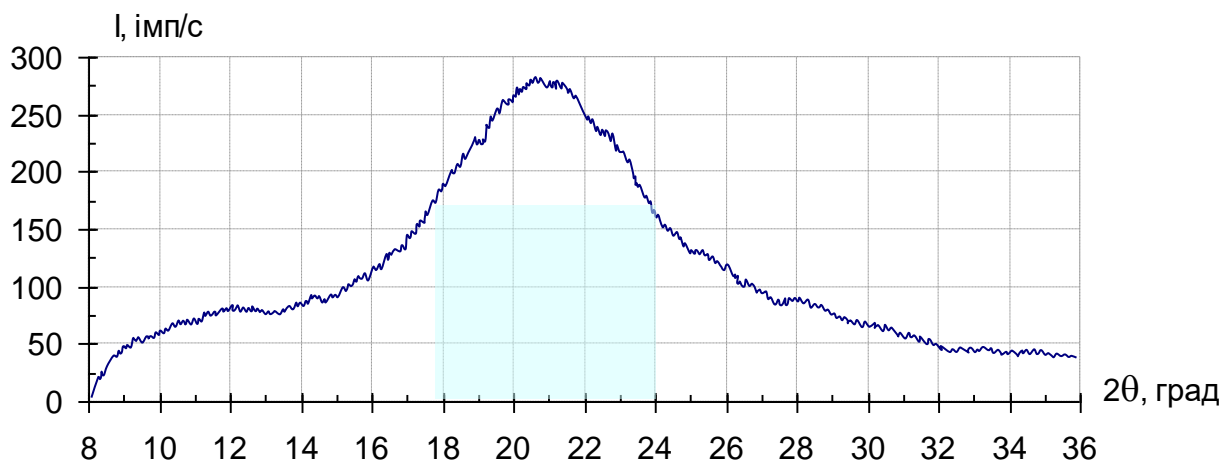


Рис. 5. Рентгенівська дифрактограма пасти закусочної після природного висушування

За напівшириною лінії можна оцінити ефективний середній розмір часток за формулою [4]:

$$D = \frac{2(\ln \frac{2}{\pi})^{1/2} \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \frac{\theta}{2}},$$

де λ – довжина хвилі випромінювання, $1,54 \text{ \AA}$;
 β – кутова напівширина дифракційної лінії, рад.;
 θ – половинний кут відбивання рентгенівських променів.

Розрахунками отримано величину розміру часток для зразка №1 $D=12 \text{ \AA}$, для зразка №2 $D=13,1 \text{ \AA}$ а для зразка №3 $D=13,3 \text{ \AA}$. Як видно розміри часток зразків відрізняються на незначну величину $1,1 \dots 1,3 \text{ \AA}$ і можна вважати, що вони однакові.

Якщо припустити, що паста закусочна складається не з одиничних шарів, а з дуже тонких пакетів, які складаються з 2, 3, 4 шарів [5], то шляхом співставлення розрахункової та експериментальної інтенсивності відбивання (рис. 6) можна дослідити дану модель часток на достовірність.

Розрахунок інтенсивності відбивання рентгенівського променя для пакетів, що складаються з 2, 3, 4 шарів визначали за формулою [4]:

$$I_{\text{від.}} = \frac{x \cdot \sin^2(\pi \cdot N \cdot d \cdot \frac{2 \sin \theta}{\lambda})}{N \cdot \sin^2(\pi \cdot d \cdot \frac{2 \sin \theta}{\lambda})},$$

де N – чисельна кількість шарів;
 x – частка речовини, що знаходиться в N -шаровому стані;
 d – міжплощинна атомарна відстань рівна $4,30 \text{ \AA}$.

Як показали розрахунки, форма і висота кривої для $N=3$ та $x=1$ добре співпадає з експериментальною кривою (рис.6) при цьому розрахований розмір часток при 3-х шаровому пакеті практично збігається розміром часток, отриманих експериментально для зразка №2: $3 \times 4,30 = 13 \text{ \AA}$.

Крива інтенсивності $I_{\text{від}}$ була визначена в абсолютних одиницях (рис. 6). Отже, в дослідженнях можна порівнювати не тільки форму, але й висоту кривих інтенсивності зразків пасту закусочної на основі сиру кисломолочного з різною концентрацією солі плавильної.

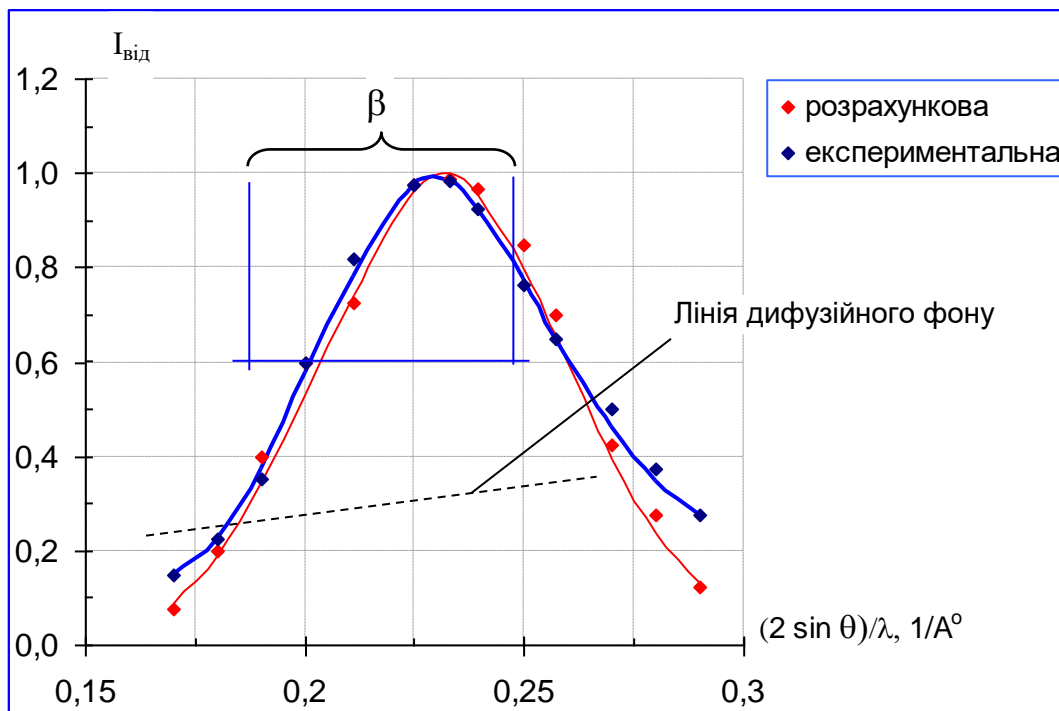


Рис. 6. Залежність інтенсивності дифракційної лінії пасту закусочної після природного висушування на повітрі від кута відбивання

Отримані результати узгоджуються з попередніми дослідженнями [6;7] і підтверджують позитивний вплив солі плавильної на якість структури пасти закусочної, виготовленої на основі сиру кисломолочного знежиреного.

Висновки.

1. Експериментальними дослідженнями структури закусочної пасти було встановлено, що на упорядкованість структури готового продукту впливає концентрація солі

плавильної. За напівшириною та висотою максимуму можна стверджувати, що зразки №2 і №3 мають більш упорядковану структуру по відношенню до зразка №1.

2. На підставі досліджень та розрахунків можна припустити, що паста закусочна складається з безладно орієнтованих часток товщиною не більше 13 \AA вздовж нормалі до відбиваючих атомних площин.

Література

1. Новиков Г. И. Физические методы неорганической химии. Минск, «Высшая школа», 1975. 264 с.
2. Пат. 71798 А Україна, МКП А23 С 19/08. Спосіб отримання пастоподібного плавленого сиру емульсійного типу /Гурський П.В., Перцевий Ф.В., Гринченко О.О., Савгіра Ю.О., Машкін М.І., Полевич В.В., Париш Н.М. Заявл. 26.12.03; Опубл. 15.12.04; Бюл.№12.
3. Паспорт и инструкция по эксплуатации: Аппарат рентгеновский стационарный ДРОН-3. 1979. 102 с.
4. Катц И.Р. (Амстердам) Рентгенография высокомолекулярных веществ, коллоидов, животных и растительных тканей. Перевод с немецкого под ред. проф. А.И. Рабиновича. ОНТИ. Главная редакция химической литературы. –М.:1937. 327 с.
5. Китайгородский А.И. Рентгеноструктурный анализ

- мелкокристаллических и аморфных тел. Гос.изд.технотехнич. литературы. –М.:1952. 588 с.
6. Перцевий Ф.В., Савгіра Ю.О., Гурський П.В., Мікроскопічні дослідження змін структури кисломолочного сиру знежиреного в процесі приготування делікатесних паст // Тематичний збірник наукових праць у двох частинах. Частина 1. "Прогресивні ресурсозберігаючі технології та їх економічне обґрунтування у підприємствах харчування". – Харків: ХДУХТ. 2004. С. 560–567.
7. Перцевий Ф.В., Савгіра Ю.О., Гурський П.В., Журавльов С.В. Колоїдно-хімічні перетворення в процесі виготовлення паст делікатесних на основі сиру кисломолочного знежиреного. //Молочна промисловість. - 2004. №6 - С.8–9.

References

1. Novikov G.I. Fizycheskiye methods neorhanycheskoy chemistry [Physical methods of inorganic chemistry]. Minsk, "Higher School", 1975. 264 p.
2. Pat. 71798 And UKRAINE, INC A23 C 19/08. Sposib otrimannya pastopodobnogo fused Ser emulsiynogo type / Gursky PV, FV Pertseva, Grinchenko OO, Savgira JO, Mashkin M.I., Polevich VV, Parish NM Stated. 26.12.03; Publ. 15.12.04; Byul.№12.
3. The passport and Instructions for operation: Apparat renthenovskyy stationary DRON-3 [Passport and manual: an X-ray device is stationary DRON-3]. 1979. 102 p.
4. Katz I.R. (Amsterdam), Renthenohrafyya vysokomolekulyarnykh substances, kolloidov, and rastytelnykh animal tissues [X-ray macromolecular substances, colloids, animal and plant tissues]. Translated from the German ed. prof. A.I. Rabinovich. ONTI. Home edition of the chemical literature. -M.:1937. 327.
5. Kitaygorodsky A.I. Renthenostrukturnyy analysis melkokrystal-

- lycheskyh and amorfnykh tel [X-ray analysis melkokrystal-and-crystalline amorphous solids]. Gos.izd.tehniko-tech. literature. -M.:1952. 588 p.
6. Pertseva F.V., Savgira J.O., Gursky P.V. Mikroskopichni doslidzhennya for Change structuring fermented milk Ser znezhirenoho in protsesi prigotovannya delikatesnih pastes [Microscopic study of changes in the structure of nonfat cottage cheese during cooking delicious pastas] // tematichnost zbirnik Naukova Pratzhen at dvoh Chastain. Chastina 1. "Progresivni resursozberigayuchi tehnologii that ih ekonomichne obgruntuvannya in pidpriemstvah harchuvannya". - Kharkiv: HDUHT. 2004, pp 560-567.
7. Pertseva F.V., Savgira J.O., Gursky P.V., Zhuravlev S.V. Koloidno-himichni peretvorenniya in protsesi vigoovlennya pastes delikatesnih on osnovi Ser znezhirenoho sour milk [Colloid-chemical transformations in the production of pastes delicious cheese from dairy fat free]. // Lactic promislovist. - 2004. №6 - S.8-9.

Аннотация

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА ПАСТЫ ЗАКУСОЧНОЙ НА ОСНОВЕ ТВОРОГА НЕЖИРНОГО Гурский П.В.

Исследовано влияние концентрации соли плавильной на упорядоченность структуры пасты закусочной, изготовленной на основе творога обезжиренного. Установлена зависимость интенсивности дифракционной линии готового продукта от угла отражения рентгеновского луча атомными плоскостями.

Abstract

RENTHENOSTRUKTURNYIY ANALYSIS PASTES BASED ON CHEESE SNACK OF LOW-FAT DAIRY Gursky P.

The effect of salt concentration on melting diner ordering structure paste, made from nonfat cottage cheese. The dependence of the intensity of the diffraction lines of the finished product on the angle of reflection X-ray atomic planes.

