

ПРИЛОЖЕНИЕ НА МИКРОФОТОГРАФСКИ МЕТОД ЗА АНАЛИЗ НА СТРУКТУРАТА И СТАБИЛНОСТТА НА ЕМУЛСИОННИ СИСТЕМИ

Ивелина Василева

*Университет по хранителни технологии,
4002 Пловдив, бул. „Марица“ №26*

ABSTRACT

The aim of this study was to examine the potential of microphotographic method for analysis the properties, microstructure and stability of colloidal systems. The proposed methodology analyses each of the processes – flocculation, coalescence and creaming (sedimentation). Use the fact that the proposed method can qualitatively and quantitatively assess the average particle size, droplet size distribution and microstructure of emulsion in a certain moment of its existence and the different heights of the volume of emulsion.

Keywords: emulsion, flocculation, coalescence, creaming

ВЪВЕДЕНИЕ

Структурата на колоидните системи е определяща за техните свойства и стабилност и има пряко отношение към много технологични процеси, свързани с тяхното производство, съхранение и приложение [1-3]. За да може да се прогнозира и оцени влиянието на факторите на околната среда като: температура, налягане, както и ролята на емулгатора и стабилизатора или смеси от тях, както и как влияят добавките във всяка фаза върху стабилността на емулсията е необходимо да се познава структурата на колоидните системи на микро ниво.

Емулсията е широко разпространена форма на колоидно дисперсните системи. Известно е, че тя е термодинамично неустойчива система, изградена от две течни фази. От момента на нейното образуване започва спонтанно разрушаване на емулсионната структура. Този процес е следствие от микроскопичните процеси, като флокулацията и коалесценцията, които от своя страна благоприятстват макроскопският процес на кремиране или седиментация. Информацията за микроструктурата позволява да се контролират тези процеси и правилно да се приложат необходимите стабилизатори и добавки, с цел въздействие върху емулсионните свойства и повишаване на стабилността на емулсията [1-3].



Фигура 1. Схема на процесите на дестабилизация на емулсионните системи

Основна цел на настоящата работа е да се проследят процесите, които протичат в емулсионните системи и водят до тяхното разрушаване във времето, с помощта на микроскопски метод за анализ на структурата.

МАТЕРИАЛИ И МЕТОДИ

Методиката за изследване на процесите флокуляция и коалесценция е демонстрирана, като е използвана моделна 5 % слънчогледово масло във вода (М/В) емулсия, стабилизирана с 1 % (тегл.) Tween 80. Пробите са взети от обема на емулсията, след като е отстранен „cream“ слой, а долната част е хомогенизирана. Методиката за проследяване на кинетиката на процеса кремиране се прилага върху моделна 20 % М/В емулсия, чиято маслена фаза, представлява смес от маслиново – 49 % (обемни) и слънчогледово масло 51 % (обемни). Използваният емулгатор (Tween 80) е с концентрация 1.0 % (тегл.). За анализа са взети проби в различно време (0, 2, 4, 24 и 48 h), от положение 20, 40, 60 и 80 mm спрямо дъното на емулсията.

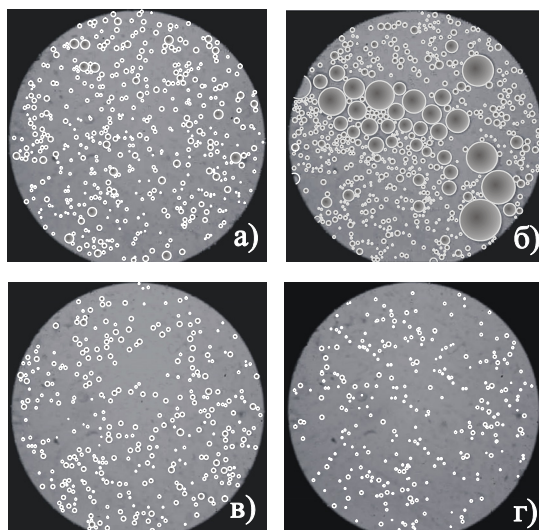
За всяка взета проба е извършен качествен и количествен анализ на микроструктурата и е проследена нейната промяна за период от 48 часа. За целта е приложен разработеният микрофотографски метод [4] и е анализирано количеството на маслената фаза в нея [5].

РЕЗУЛТАТИ И ОБСЪЖДАНЕ

На фиг. 2 са показани по една от микрофотограмите, заснети при 600-кратно увеличение на микроскопа в началния момент на приготвяне на емулсията (0 h), след 4, 24 и 48 h. От тях се вижда, че след 4 h е настъпило уедряване и

групиране на частиците на дисперсната фаза във флокули, т.е. протекли са процеси на флокулация и коалесценция.

За период от 24 h на повърхността на емулсията, в резултат на кремирането, се образува по-концентриран „cream“-слой. Заедно с отстраняване на „cream“-слоя са отстранени и по-едрите капки и агрегати, които се виждат на фиг. 2 б и след 24 h вече са кремирали. Това се потвърждава и от микрофотограмите показани на фиг. 2 в и 2 г, в които ясно се вижда монодисперсна емулсия.



Фигура 2. Микрофотограми на 5 % М/В емулсия заснети:
а) непосредствено след нейното приготвяне, б) след 4 h,
в) след 24 h и г) след 48 h.

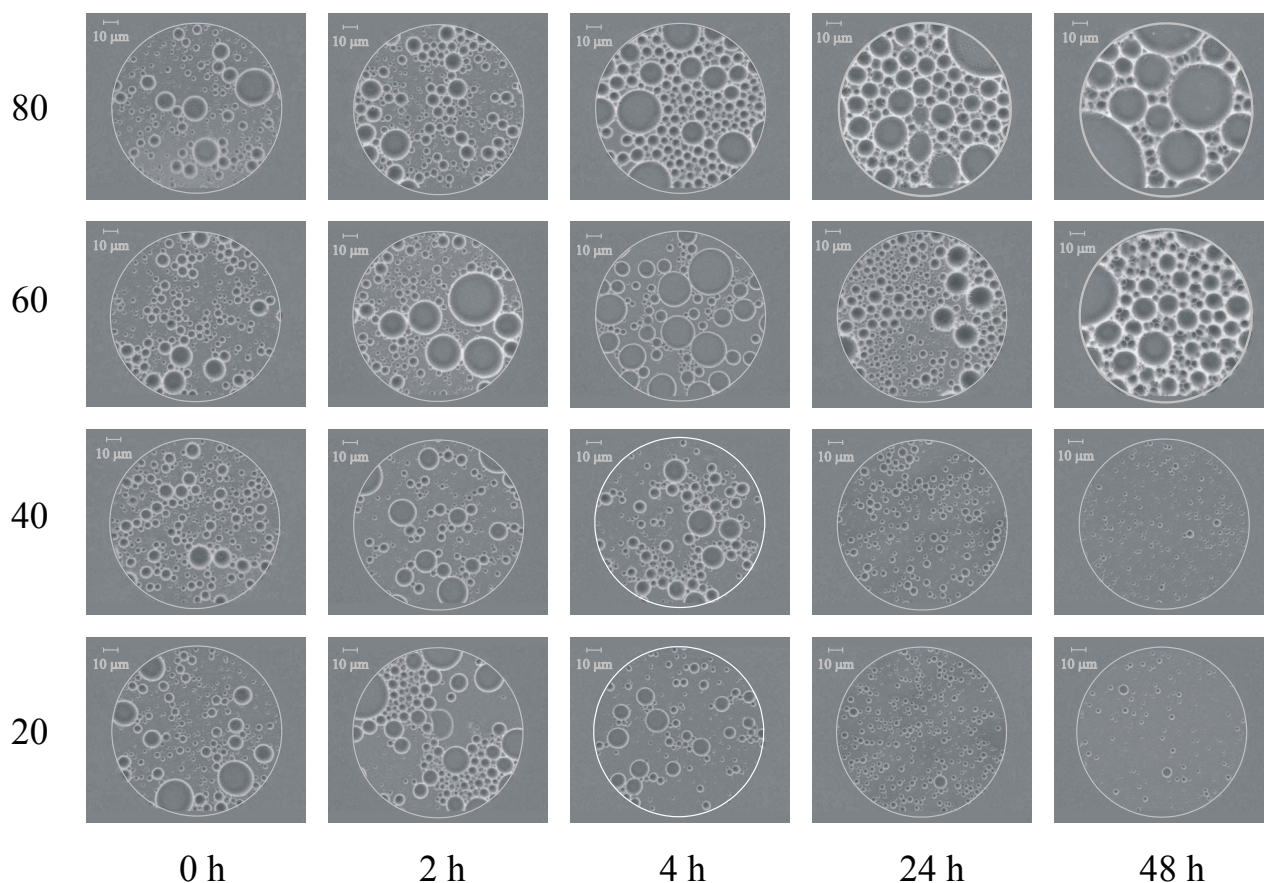
Микрофотограми, заснети при 1500–кратно увеличение, са използвани за по нататъшен количествен анализ.

Получените експериментални данни за средните стойности на радиуса ($\bar{r}$) и логаритъма от радиуса ($\bar{l}$), стандартните отклонения (σ_l) и статистическите грешки на всички скаларни величини (табл. 1), носят информация както за микроструктурата на емулсията, така и за различните дестабилизиращи процеси, които са протекли до този момент. При изследване на микроструктурата след четвъртия час е установено увеличаване на средният размер на дисперсните частиците с 69 % (от 1.14 μm на 1.93 μm).

Таблица 1. Средни стойности на радиуса и логаритъма от радиуса, стандартните отклонения и грешки на 5 % М/В емулсия, стабиизирана с 1.0 % Tween 80

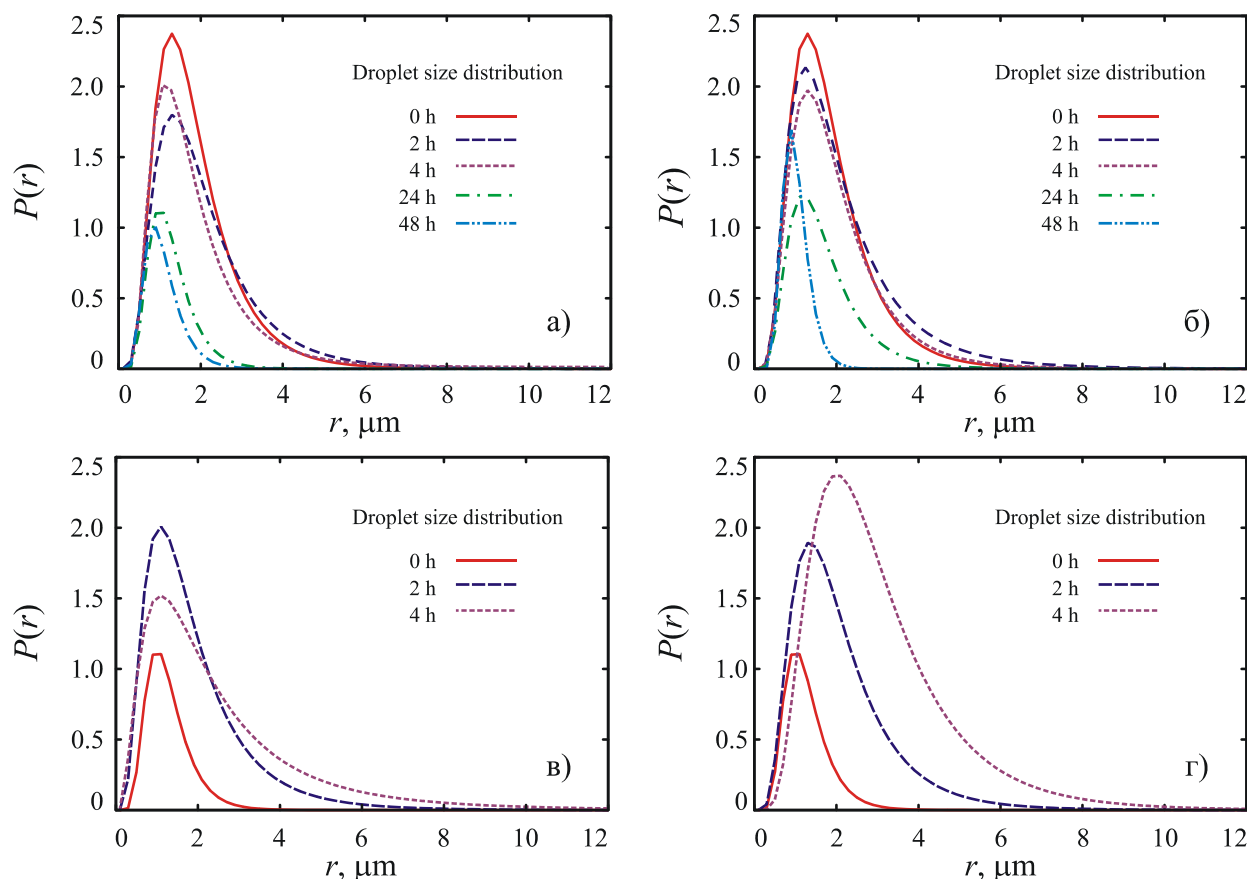
t, h	$\bar{r}, \mu\text{m}$	$\bar{l}$	σ_l	стандартна грешка	брой анализирани частици
0	1.142	0.133	0.530	0.026	432
4	1.928	0.656	0.471	0.018	313
24	1.308	0.268	0.556	0.035	258
48	0.977	-0.023	0.308	0.025	336

След 48 часов период на съхранение, средният размер на останалите в обема на емулсията дисперсни частици, е намалял наполовина (с 50.8 %) – от $1.93\ \mu\text{m}$ на $0.98\ \mu\text{m}$. Тези промени в размерите на дисперсните частици се дължат на протеклите в емулсионната система процеси на коалесценция и последвал процес на кремиране, които се ускоряват и с протичане на процеса флокулация (фиг. 2).



Фигура 3. Микрофотографи на 20 % М/В емулсия заснети при 1500-кратно увеличение на микроскопа. Пробите са взети на височина 20, 40, 60 и 80 mm спрямо дъното на емулсията, след 0, 2, 4, 24 и 48 h

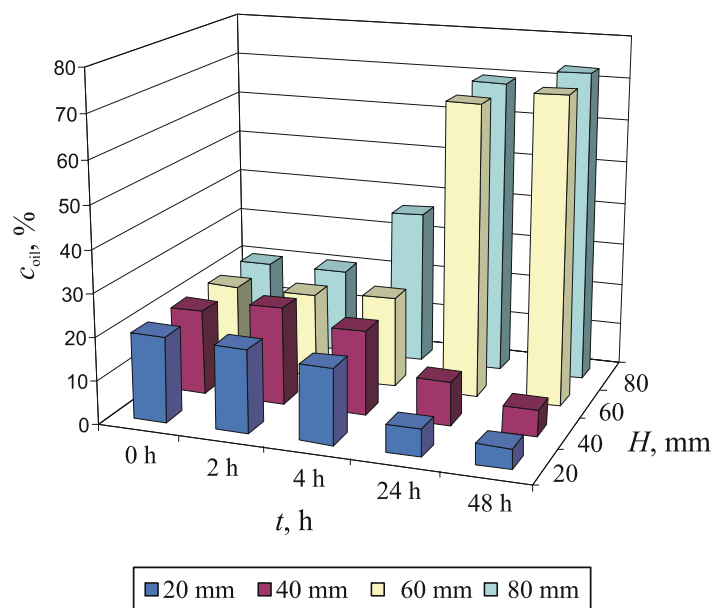
Един от основните показатели за формиране на оценка за кремиращата устойчивост е изменението на микроструктурата на емулсионните системи във вертикална позиция, по време на нейното съхранение. Затова беше изследвано, както качествено, така и количествено изменението на микроструктурата в продължение на 48 часа. С аналитични криви са представени логаритмично-нормалните разпределения на частиците по размер (фиг. 4), които дават зависимостта на плътност на разпределение на частиците по брой ($P(r)$) в зависимост от техния радиус (r).



Фигура 4. Аналитични криви на логаритмично-нормални разпределения на частиците по размер. Пробите от 20 % М/В емулсия са взети на височина а) 20 mm; б) 40 mm; в) 60 mm и г) 80 mm спрямо дъното на емулсията след 0, 2, 4, 24 и 48 h

Друг информативен показател е количеството маслена фаза в различни участъци на емулсията. Затова беше проследено изменението на концентрацията на маслената фаза във времето, като функция от височината на слоя, във вертикална позиция спрямо дъното на цилиндъра. Експерименталните резултати са представени в графичен вид на фиг. 5.

От графиката се вижда, че след 4^{-тия} час започва да протича процес на кремиране, вследствие, на който до 24^{-тия} час се образуват два слоя – по-богат и по-беден на дисперсни частици, разделени помежду си с граница на височина между 40 и 60 mm. Въпреки, че тази граница съществува още при 24^{-тия} час (фиг. 3 и фиг. 5), тя става забележима едва след 48^{-мия} час на височина 53 mm спрямо дъното на цилиндъра, в който е съхранявана изследваната емулсия. Следователно микрофотографският метод показва настъпилото разрушаване на дисперсната система, преди още то да е макроскопски забележимо.



Фигура 5. *Разпределение на количеството маслена фаза на 20% М/В емулсия в различни нейни слоеве ($H = 20, 40, 60$ и 80 mm), проби от които са взети в различно време (0, 2, 4, 24 и 48 h)*

ИЗВОДИ

1. Доказано е, че микрофотографският анализ може да намери приложение при проследяване на динамиката на процесите свързани със стабилността на емулсиите. По този начин могат да се съпоставят различни емулсии по отношение на тяхната стабилност.
2. Показано е, че процесите флокулация и коалесценция ускоряват процеса кремиране и обратно. Скоростта на кремиране протича сравнително по-бързо поради повишения размер на дисперсните частици и/или образуване на агрегати.
3. Във вертикална позиция са установени връзки между динамиката на кремиране на дисперсните частици и изменение на количеството маслена фаза.

ЛИТЕРАТУРА

1. D. J. McClements, Lipid-Based Emulsions and Emulsifiers., *Food Lipids*, (2002), Dekker, N. Y., 81-119
2. D. J. McClements, Food Emulsions: Principles, Practice, and Techniques, (2005), CRC Press, p. 595.
3. Morrison, I. D., S. Ross, Colloidal dispersions: Suspensions, emulsions, and foams, (2002), John Willey&Sons, New York, p.656.
4. И. Василева, Д. Димитров, Й. Алексиева, Н. Раев, Полуавтоматизиран метод за анализ на микроструктурата на колоидни системи, Технически Университет – София, Филиал Пловдив, Международна научна конференция – техника, технологии и системи – ТЕХСИС'2009, Пловдив, 29–30 Май 2009, 389 ÷ 393.
5. Цв. Хаджийски, М. Перифанова-Немска, *Производство на растителни масла*, Макрос 2000, Пловдив, (1994), 155 стр.