

MODELOWANIE ZMIAN WŁAŚCIWOŚCI STRUKTURY TKANKI CHRZANU SUSZONEJ SUBLIMACYJNIE

Gabriel Czachor

Institut Inżynierii Rolniczej, Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu

Streszczenie. Do modelowania właściwości struktury suszonej tkanki chrzanu wykorzystano metodę deformacji objętościowej. Rejestrowano zmiany wielkości siły oraz przemieszczenia osiowego i poprzecznego. Wyniki przetwarzano do postaci zależności naprężenie-odkształcenie. Wyznaczano także zależność odkształcenie poprzeczne-odkształcenie osiowe. Powstałe wykresy zestawiono z obrazami zdeformowanych struktur. Wydzielono charakterystyczne fazy deformacji i określono ich granice. Modelowano wpływ naprężenia na wartości współczynnika porowatości.

Słowa kluczowe: współczynnik porowatości, sublimacja, tkanka chrzanu

Wstęp

Metoda suszenia sublimacyjnego zapewnia wysoką retencję cech jakościowych utrwalanych materiałów roślinnych w porównaniu z innymi metodami suszenia [Thimm i in. 2000]. Jednakże przemiany zachodzące w tak utrwalanych materiałach są mało rozpoznane. Przede wszystkim zasadniczym przeobrażeniem podlega ich struktura [Farkas, Singh 1991]. W konsekwencji zmieniają się jej właściwości fizyczne, głównie porowatość. Zmiany te oceniano pośrednio, opierając się na analizie obrazu mikrostruktury badanej próbki lub poprzez wyznaczenie gęstości nominalnej metodą toluenową oraz gęstości suchej substancji metodą piknometryczną [Konstankiewicz 2003; Nowak i in. 1998; Witrowa-Rajchert 2003]. W niniejszej pracy do modelowania właściwości porowatych struktur zaproponowano metodę, opisaną w zgłoszeniu patentowym [Czachor 2007].

Cel pracy i metodyka badań

Celem pracy była analiza przebiegu deformacji próbki suszonej tkanki chrzanu, ściskanej w zamkniętej przestrzeni. Skutki tej deformacji opisano w postaci zmiany udziału fazy gazowej, wyrażoną wartością współczynnika porowatości Φ , w zależności od poziomu naprężenia σ .

Proponowana metoda opiera się na założeniu, że w układzie tłok-próbka-cylinder materia próbki osiąga stan homogenizacji w momencie, gdy jej właściwości są porównywalne z właściwościami materiału, z którego wykonano cylinder.

Reakcję układu tŁok-prÓbka-cylinder analizowano w oparciu o przebiegi naprężeń–odkształcenie. Charakter zmian $\sigma = f(\epsilon)$ porównywano z reakcją cylindra, opisywaną przyrostami jego średnicy zewnętrznej $\Delta d = f(\epsilon)$. Poprzez zestawienie tych dwóch przebiegów na jednym wspólnym wykresie, sporządzonym dla każdej próbki, wyznaczono położenie punktów charakterystycznych na podstawie, których wydzielono etapy reakcji układu tŁok-prÓbka–cylinder, w tym reakcji samej tkanki.

Obiektem badań był miąsz korzeni chrzanu odmiany Czeski. PrÓbki miąszu w kształcie walca o wymiarach 8×12 mm wycinano z części środkowej korzeni. Następnie suszono sublimacyjnie w liofilizatorze laboratoryjnym OE - 950 [Kramkowski i in. 2001]. PrÓbki ogrzewano radiacyjnie, temperatura płyty grzejnej wynosiła +70°C, ciśnienie w komorze ustalono na poziomie 25 Pa. Proces suszenia przerywano, gdy zawartość wody w suszu ustaliła się na poziomie 0,1 kg H₂O/kg s.s. Zawartość suchej substancji oznaczono zgodnie z PN-90/A-75101, masę próbki ważono z dokładnością 0,1mg.

Wysuszone próbki selekcyjonowano ze względu na stopień ich deformacji a następnie kalibrowano. Błąd kształtu nie przekraczał 0,05 mm. Tak przygotowane próbki kolejno umieszczano w komorze pomiarowej przyrządu [Czachor 2007] i ściskano na maszynie wytrzymałościowej INSTRON 5566. Wykorzystano głowicę pomiarową o zakresie do 10 kN. Prędkość przesuwu belki roboczej ustalono na $1,67 \cdot 10^{-5} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Jednocześnie rejestrowano przyrosty odkształcenia poprzecznego ścianki cylindra, które po kalibracji przedstawiano jako przyrosty średnicy zewnętrznej Δd . Wykorzystano układ pomiarowy, w którym zastosowano tensometry typu US 6/120 LY11, firmy HBM oraz rejestrator firmy National Instruments typ NI c DAQ-9172. Tensometry naklejono na powierzchni zewnętrznej cylindra.

PrÓbki kalibrowano przy wykorzystaniu zestawu tulei stalowych, w których wymiar średnicy wewnętrznej powiększany, co 0,05 mm, zawierał się w przedziale od 7,00 mm do 7,35 mm. Testy ściskania realizowano do osiągnięcia zadanych poziomów obciążenia, zawierających się w przedziale od 5 do 250 MPa. Za każdym razem rejestrowano zmiany siły i osiowego przemieszczenia tŁoka w cylindrze oraz wymiary próbek przed testem i po ich wyciągnięciu z komory pomiarowej przyrządu. Na podstawie tych pomiarów określano gęstość próbki w stanie początkowym ρ_o oraz w stanach sprężenia ρ_s i rozprężenia ρ_r , osiągniętych na danym poziomie naprężenia σ . Następnie wyliczano wartości współczynnika porowatości próbki z następującego wzoru [Czachor 2007]:

$$\Phi_i = (1 - \rho_o \cdot \rho_i^{-1}) \cdot 100\% \quad (1)$$

gdzie:

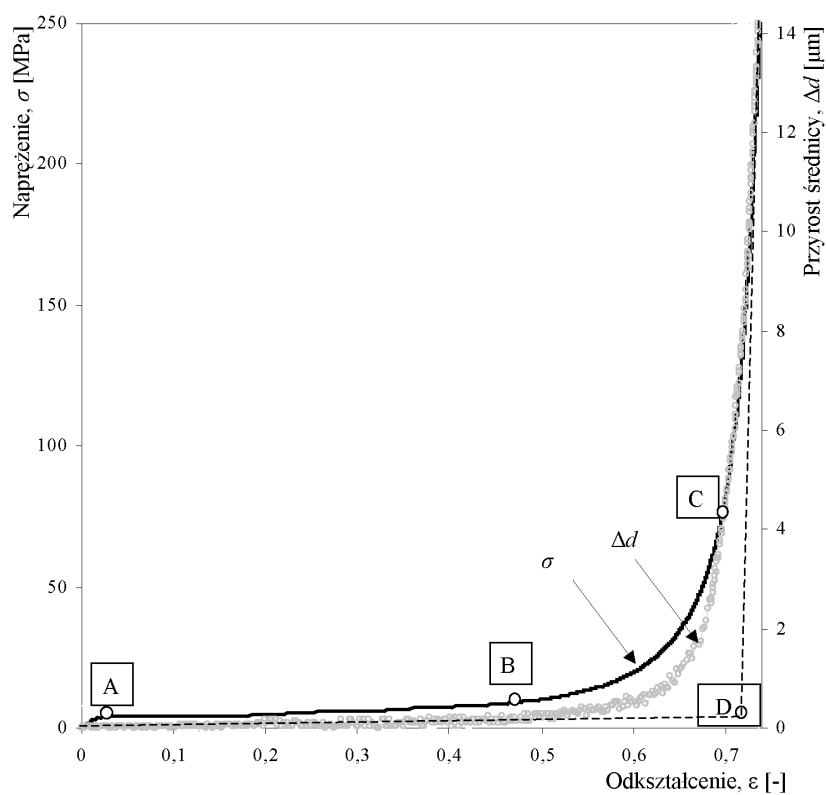
$\rho_i = \rho_s; \rho_r$ – gęstości próbki w stanie sprężenia i rozprężenia,

$\Phi_i = \Phi_r; \Phi_s$ – wartości współczynnika porowatości odpowiadające stanowi sprężenia i rozprężenia. Wartości $\Phi_r; \Phi_s$ określają względny ubytek objętości fazy gazowej, wywołany deformacją tkanki, obciążonej do zadanej wartości naprężenia σ .

Skutki deformacji tkanki chrzanu badano na mikroskopie skaningowym Zeiss typ 435 VP oraz na mikroskopie optycznym Nikon C-DSS230. Wyniki testów ściskania próbek opracowano z wykorzystaniem programu Statistica 7.0.

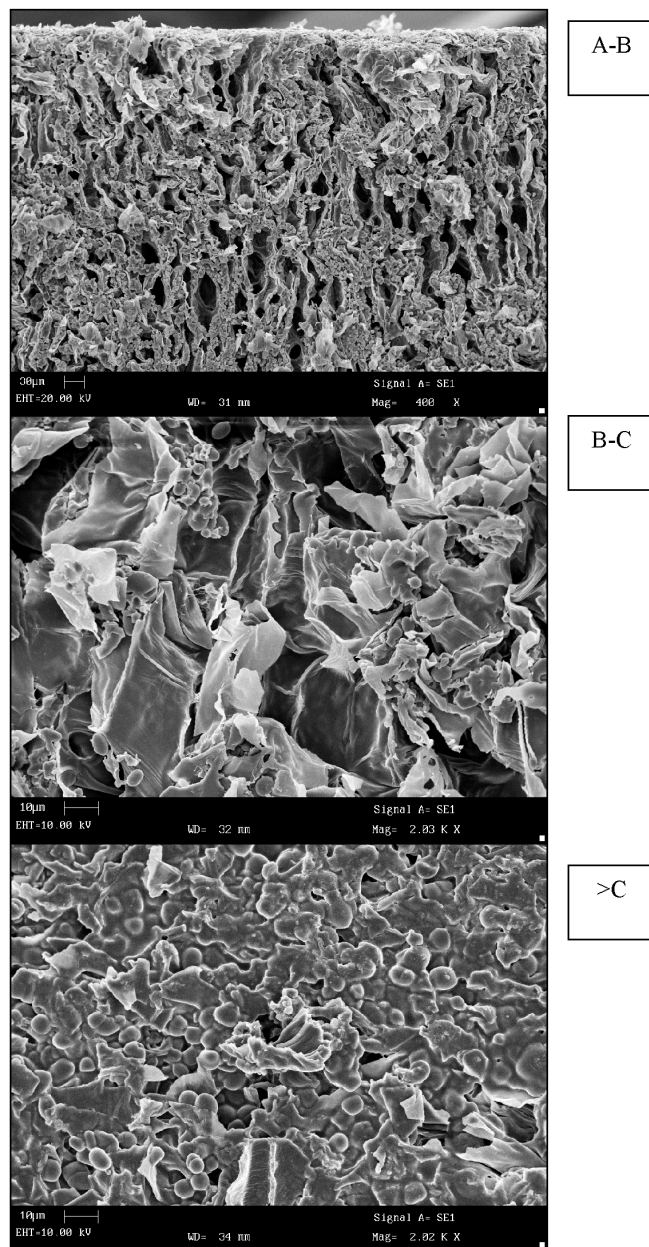
Wyniki

Na rysunku 1 przedstawiono przykładowe zestawienie dwóch przebiegów: $\sigma = f(\varepsilon)$ oraz $\Delta d = f(\varepsilon)$, sporządzone dla próbki obciążonej do 250 MPa. Natomiast na rysunku 2 zaprezentowano wyniki analizy mikrostruktury tkanki chrzamu na poszczególnych etapach jej deformacji. Na rysunku 3 zestawiono zmiany wartości współczynników porowatości Φ_s ; Φ_r oraz wskaźnika $\Delta\Phi$ w zależności od poziomu naprężenia σ . Wskaźnik $\Delta\Phi$ definiowano jako różnica wartości współczynników porowatości Φ_s ; Φ_r , czyli $\Delta\Phi = \Phi_s - \Phi_r$.



Rys. 1. Przykładowe zestawienia przebiegów $\sigma = f(\varepsilon)$ oraz $\Delta d = f(\varepsilon)$ dla próbki obciążonej do 250 MPa z zaznaczeniem charakterystycznych punktów

Fig. 1. Exemplary courses of $\sigma = f(\varepsilon)$ and $\Delta d = f(\varepsilon)$ for the sample loading of up to 250 MPa, the characteristic points being marked



Rys. 2. Charakterystyczne obrazy stanu struktury tkanki chrzanu w poszczególnych etapach jej deformacji

Fig. 2. Characteristic pictures of the state of the horseradish tissue in individual phases of its deformation

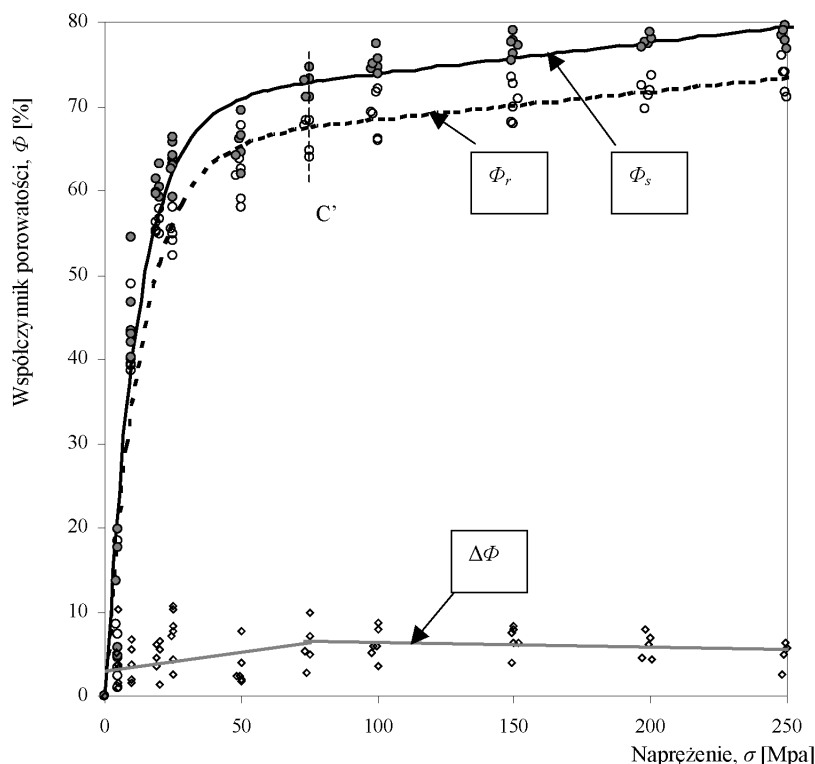
Zestawienie dwóch przebiegów $\sigma = f(\varepsilon)$ oraz $\Delta d = f(\varepsilon)$ na jednym wykresie (rys. 1), umożliwiło lokalizację punktów charakterystycznych A, B, C, D. Dodatkowo analizowano mikrostruktury zdeformowanych tkanek (rys. 2). Na podstawie tych informacji wydzielono następujące fazy procesu konsolidacji próbki:

0-A - faza sprężystej reakcji szkieletu przechodzącej w plastyczną deformację warstwy wierzchniej;

A-B – faza plastycznej deformacji tkanki chrzamu, w której następuje systematyczny zanik makropor (o średnicy zastępczej zawierającej w przedziale od 10 do 30 μm), bez zasadniczego kruszenia szkieletu, brak widocznej reakcji ścianki cylindra ($\Delta d = 0$);

B-C – faza pozornego umacniania się tkanki, w której następuje kruszenie elementów szkieletu, przejście od stanu makropor do mikropor;

>C – faza postępującej homogenizacji materii chrzamu, przejawiająca się systematycznym kruszeniem fragmentów szkieletu oraz zanikaniem mikropor, średnica zastępcza por zmniejsza się od 10 do 1 μm . Powyżej umownego punktu C uwidacznia się proporcjonalność odkształcenia poprzecznego Δd do wywołującego go naprężenia σ . Tym samym właściwości materii próbki i cylindra są porównywalne a próbka uzyskała stan homogenizacji.



Rys. 3. Zmiany wartości współczynników porowatości Φ_s ; Φ_r oraz wskaźnika $\Delta\Phi$ w zależności od poziomu naprężenia σ

Fig. 3. Changes in the values of the porosity coefficients Φ_s ; Φ_r and the index $\Delta\Phi$, depending on the level of the stress σ

W oparciu o estymację nieliniową opisano zależności wartości współczynników porowatości Φ_s i Φ_r od poziomu naprężenia σ równaniem:

$$y = a \cdot (1 - \exp(x \cdot b)) + c \cdot x \quad (2)$$

Zależność wartości wskaźnika $\Delta\Phi$ od poziomu naprężenia σ wyrażono równaniem:

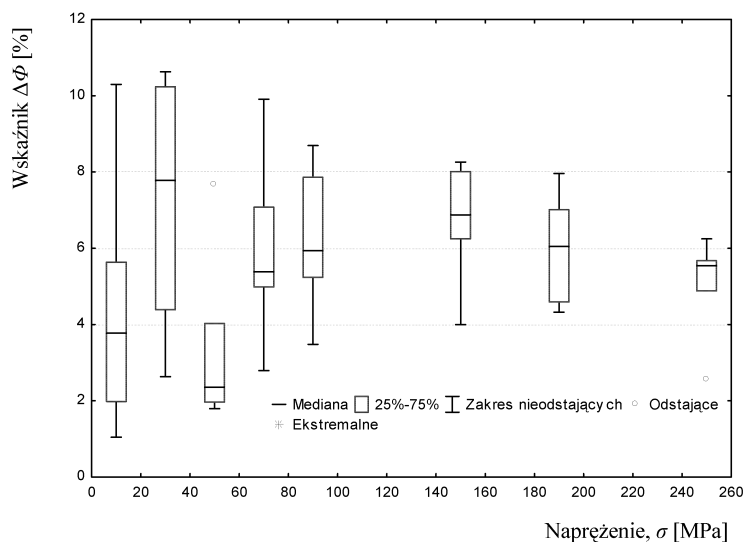
$$y = a \cdot x + b \quad (3)$$

Wartości współczynników równań (2) i (3) zestawiono w tabeli 1. Na rysunku 4 przedstawiono wyniki analizy statystycznej dla zależności $\Delta\Phi = f(\sigma)$.

Tabela 1. Zestawienie wartości współczynników równań (2) oraz (3)

Table 1. Values of the coefficients of the equations (2) and (3)

Równanie	Zależność	Współczynniki równań			R ²
		a	b	c	
(2)	$\Phi_s = f(\sigma)$	70,2	$-8,3 \cdot 10^{-2}$	$3,7 \cdot 10^{-2}$	0,959
	$\Phi_r = f(\sigma)$	65,2	$-7,5 \cdot 10^{-2}$	$3,3 \cdot 10^{-2}$	0,917
(3)	$\Delta\Phi = f(\sigma)$ (0 ÷ 75 MPa)	$4,4 \cdot 10^{-2}$	3,05		0,116
	$\Delta\Phi = f(\sigma)$ (75 ÷ 250 MPa)	$-5,4 \cdot 10^{-3}$	6,84		0,037



Rys. 4. Wykres rozkładu wartości wskaźnika $\Delta\Phi$ na zadanych poziomach naprężenia σ

Fig. 1. Distribution of the values of the index $\Delta\Phi$ at the set levels of the stress σ

Z analizy przebiegu funkcji (2) wynika, że zmiany wartości Φ stabilizują się po przekroczeniu punktu C' o współrzędnej 75 MPa (rys.3). Dalszy wzrost wartości współczynników porowatości Φ_s oraz Φ_r jest proporcjonalny do wartości naprężenia σ . Intensywność ich przyrostów jest opisana wartością współczynnika c równania (2). Porównywalne wartości współczynnika c wyznaczonego dla Φ_s i Φ_r (tabela 1), wskazują na stabilizację właściwości materii próbki, przejawiającą się stałością jej reakcji po rozprężeniu. W przedziale od 75 do 250 MPa wartości wskaźnika $\Delta\Phi$ stabilizują się na poziomie 6% (rys.3). Także analiza statystyczna potwierdza tą stabilizację (rys. 4).

Podsumowanie

Struktury uzyskane w wyniku sublimacyjnego suszenia tkanki chrzanu cechują się bardzo dużą porowatością i nieregularnością. Dlatego określenie wartości współczynnika porowatości metodami analizy mikrostruktury jest pracochłonne, a uzyskane wyniki są wiarygodne w odniesieniu do małych fragmentów tkanki. Wykorzystana metoda deformacji objętościowej pozwalała modelować zmiany właściwości struktury obiektu w skali całej próbki. Zestawienie wyników testu w postaci dwóch przebiegów $\sigma = f(\varepsilon)$ oraz $\Delta d = f(\varepsilon)$ na jednym wykresie z obrazami struktur uzyskanych po ich obciążeniu, pozwoliło wydzielić charakterystyczne fazy deformacji próbki. Najistotniejsza jest faza homogenizacji charakteryzująca się gwałtownym wzrostem oporów kruszenia elementów szkieletu. Następuje stopniowy zanik mikropor oraz stabilizacja sprężystości materii próbki. Do opisu przebiegu zmian wartości współczynników porowatości Φ_s i Φ_r w zależności od naprężenia σ zaproponowano model empiryczny zapisany w postaci $\Phi_i = a \cdot (1 - \exp(-\sigma \cdot b)) + c \cdot \sigma$. Dla wyznaczonych wartości współczynników a , b , c określono przedział, w którym zmiany Φ_s i Φ_r zachodzą z jednakową intensywnością. Określono graniczną wartość współczynnika porowatości Φ_s równą $72 \pm 2,7\%$.

Bibliografia

- Czachor G.** 2007. Przyrząd do wyznaczania współczynnika porowatości próbek oraz sposób jego wyznaczania. Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu. Wrocław. Polska. Opis zgłoszenia patentowego P-381393 z 27.12.2006. Opubl. BUP. 13. s. 23.
- Furkas B. E., Singh R. P.** 1991. Physical properties of air-dried and freeze-dried chicken white meal. *Journal Food Sci.* 56. 3. s. 611-615.
- Konstankiewicz K.** 2003. Optyczny mikroskop konfokalny w badaniach agrofizycznych. Materiały konferencji PTA. Właściwości geometryczne, mechaniczne i strukturalne surowców i produktów spożywczych. Olsztyn. s. 14-16.
- Kramkowski R., Gawlik P., Banasik K., Czachor G.** 2001. Kinetyka rehydracji warzyw korzeniowych suszonych sublimacyjnie. *Inżynieria Rolnicza.* 12. s. 137-143.
- Nowak D., Witrowa-Rajchert D., Lewicki P.P.** 1998. Skurcz objętościowy i zmiana gęstości marchwi i ziemniaka podczas suszenia konwekcyjnego. *Zesz. Prob. Post. Nauk Roln.* 454. s. 461-468.
- Thimm J. C., Burritt D. J., Ducker W. A., Melton L. D.** 2000. Celery (*Apium graveolens* L.) parenchyma cell walls examined by atomic force microscopy: effect of dehydration on cellulose microfibrils. *Planta*, 212, s. 25-32.
- Witrowa-Rajchert D.** 2003. Badanie zmian objętości suszonej tkanki roślinnej podczas rehydracji. *Acta Agrophysica.* 2(4). s. 867-878.

MODELLING OF CHANGES IN THE PROPERTIES OF THE SUBLIMATION-DRIED HORSERADISH TISSUE STRUCTURE

Abstract. To model the properties of the dried horseradish tissue structure the volumetric deformation method was used. Changes in the magnitude of the force as well as axial and transverse dislocations were registered. The results were processed to the form of the stress-deformation relationship. The relationship between transverse dislocation and axial dislocation was determined as well. The diagrams produced were compared with pictures of the deformed structures. Characteristic phases of deformation were distinguished and their limits were determined. The effect of stress on the values of the porosity coefficient was modelled.

Key words: porosity coefficient, sublimation, horseradish tissue

Adres do korespondencji:

Gabriel Czachor; e-mail: czachor@imr.ar.wroc.pl
Instytut Inżynierii Rolniczej
Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu
ul. Chełmińskiego 37/41
51-630 Wrocław