Characterization of Food Quality and Structural Stability by Analytical Centrifugation

การวิเคราะห์คุณลักษณะของคุณภาพอาหารและความคงสภาพทางโครงสร้างโดยเครื่องวิเคราะห์แบบใช้แรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง

Introduction

Texture, sensory and nutritional value are important targets to the design of new food products and determine in great extend the quality of foods. Changes and alteration of these qualities over time due to processing (e.g. stirring, heat exchange), filling, transportation and storage may hamper the food product consistency and stability and therefore decrease its shelf life. Beside reduced nutritional quality (loss of nutrients and/or essential components) and impaired appearance and taste (e.g. syneresis, rancidity, off flavors or darkening) physical or colloid-chemical stability is a major problem of modern, complex food products. The physical stability of dispersions, as suspensions or emulsions, is characterized by classifying and quantifying the demixing behavior due to sedimentation, flotation or changes in the structure of the matrix.

บทนำ

เนื้อสัมผัสของอาหาร ประสาทสัมผัสอื่นๆ ของคนเราในการรับรส รูป กลิ่นของอาหาร และคุณค่าทางโภชนการของอาหาร เป็นปัจจัยสำคัญในการกำหนดเป้าหมายของการพัฒนาหรือคิดค้นผลิตภัณฑ์อาหารใหม่ๆ คุณภาพของอาหาร (ความคงเส้นคงวาหรือความคงสภาพของรูป รส กลิ่น คุณค่าทางโภชนการ) มักถูกทำให้ลดลงจากเวลาที่ผ่านไปเริ่มตั้งแต่กระบวนการการผลิต (ต.ย. การกวน การแลกเปลี่ยนความร้อน) การเติมบรรจุในบรรจุภัณฑ์ การขนส่ง จนถึงการจัดเก็บ การเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของอาหารโดยเฉพาะความคงสภาพของคอลลอยด์อาหารได้แก่ อิมัลชัน สารแขวนลอย โฟม เป็นปัญหาหลักใหญ่ของผลิตภัณฑ์อาหารที่มีความซับซ้อนมากขึ้น การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงหรือพฤติกรรมการไม่ผสมกันเป็นเนื้อเดียว หรือเกิดการแยกชั้นได้แก่การตกตะกอน การลอยตัวเป็นชั้นครีม จึงมีความสำคัญต่อการควบคุมคุณภาพ การผลิต ตลอดจนการค้นคว้าและวิจัยของผลิตภัณฑ์อาหารและเครื่องดื่ม

Stability may be tested by direct or indirect techniques. Classification and quantification of food stability are often made by direct methods like the simple “test tube test” detecting demixing by naked eye or by special fixed or moving sensors. While the application of

sensors yields a more objective, traceable and sensitive reading compared to naked eye observation, it does not solve the time problem, especially in case of rather stable dispersions. Therefore, indirect methods like particle size or electrophoretic mobility, which determine physicochemical parameters related to stability, are often employed.

เราสามารถวิเคราะห์ความคงสภาพของอาหารทั้งทางตรงและทางอ้อม การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณสามารถกระทำแบบโดยตรง โดยการเก็บตัวอย่างใส่ในหลอดทดสอบ ตั้งทิ้งไว้และรอเวลาจนกว่าตัวอย่างอาหารหรือเครื่องดื่มนั้นเกิดการแยกชั้นจากการสังเกตด้วยตาหรือด้วยเซ็นเซอร์พิเศษแบบอยู่กับที่หรือเคลื่อนที่ได้ กรณีอาหารหรือเครื่องดื่มที่มีการกระจายตัวอนุภาคค่อนข้างคงที่ หรือมีความคงสภาพสูงไม่เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่ผ่านไปยาวนาน การวิเคราะห์ทางอ้อมโดยการเร่งการเกิดการแยกชั้นและดูขนาดและความเร็วของอนุภาค หรือวิธีการดูความเคลื่อนไหวของอนุภาคในสนามแม่เหล็ก จึงถูกนำมาใช้วิเคราะห์ในเชิงเคมีกายภาพของความคงสภาพ การกระจายตัวอนุภาค และการทำนายอายุการเก็บรักษา

In this paper, we report about a new technique to measure the demixing behavior of particles or droplets during centrifugation. By means of a Stability Analyzer, the LUMiFuge, the position of the interface particle free fluid/dispersion or sediment can be automatically measured as a function of centrifugation time. Sedimentation and consolidation (packing) of different food material (milk, yogurt, curd, and ketchup) was investigated by the above described approach and partly compared to rheological studies. It was shown that the demixing behavior and the ability to keep the fluid phase depends strongly on the type of material, processing and the fat content.

สำหรับบทความนี้ เครื่องวิเคราะห์การกระจายตัวอนุภาคเพื่อดูพฤติกรรมการแยกชั้นแบบใช้แรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางที่มีชื่อว่า LUMiFuge ถูกนำมาใช้วิเคราะห์การตกตะกอน การลอยตัวเป็นชั้นครีมของผลิตภัณฑ์อาหารต่างๆ ได้แก่ นม โยเกิร์ต ลิ่มนม (กึ่งแข็งกึ่งเหลวคล้ายเจล) และซอสมะเขือเทศ ผลการวิเคราะห์ปรากฏว่า ความคงสภาพของอาหารที่ถูกทดสอบดังกล่าวขึ้นอยู่กับวัตถุดิบ กระบวนการผลิต และ ปริมาณไขมัน

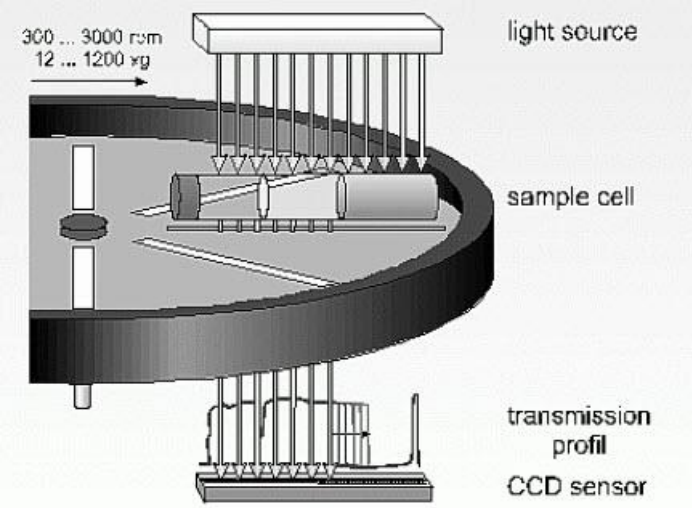

Figure 1: Measuring principle of analytical centrifuge.

Methods

Demixing and consolidation of food products were studied by the stability analyzer LUMiFuge (LUM GmbH, Berlin). The microprocessor controlled, analytical centrifuge operates at programmable acceleration profiles between 300 and 3,000 rpm. Corresponding to Relative Centrifugal Forces at the bottom cells (RCF= Centrifugal Acceleration to Earth Acceleration) of 11 to 1,140. Measurement intervals of 10 to 600 s may be set. A transmission profile of up to 8 individual samples is recorded by a CCD-line sensor, displayed as a sequence on the screen (Figure 2: Top is sedimentation, below is flotation) and stored on a PC.

วิธีการ

การศึกษาการแยกตัวและรวมตัวเป็นก้อนของอนุภาคในอาหารโดยเครื่องวิเคราะห์ความคงสภาพ LUMiFuge จากบริษัท LUM เยอรมนีนี้ ควมคุมโดยหน่วยประมวลผลที่ต่อเข้ากันกับซอฟท์แวร์เฉพาะที่สามารถตั้งค่าโปรแกรมการหมุนของโรเตอร์เพื่อให้เกิดแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง หรือ ค่าแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลางสัมพัทธ์ (RCF-Relative Centrifugal Forces ซึ่งเป็นค่าการเร่งแรงเหวี่ยงที่สัมพันธ์กับแรงโน้มถ่วงโลก) ความเร็วรอบของจานหมุน 300 ถึง 3,000 rpm สัมพันธ์กับค่า RCF ที่กระทำต่อก้นหลอดทดสอบที่ 11 ถึง 1,140 ช่วงเวลาการยิงแสงตั้งค่าได้ระหว่าง 10 ถึง 600 วินาที โพรไฟล์ของปริมาณแสงที่ยิงผ่านอนุภาคของตัวอย่างอาหารในหลอดทดสอบแสดงเป็นเปอร์เซ็นต์ของการดูดซับแสงของอนุภาค เซ็นเซอร์ตัวรับบันทึกเป็นเปอร์เซ็นแสงที่ผ่านมาได้ ดังตัวอย่างโพรไฟล์รูปที่ 2 (รูปบนเป็นโพรไฟล์การตกตะกอน รูปล่างเป็นโพรไฟล์การลอยตัวเป็นชั้นครีม)

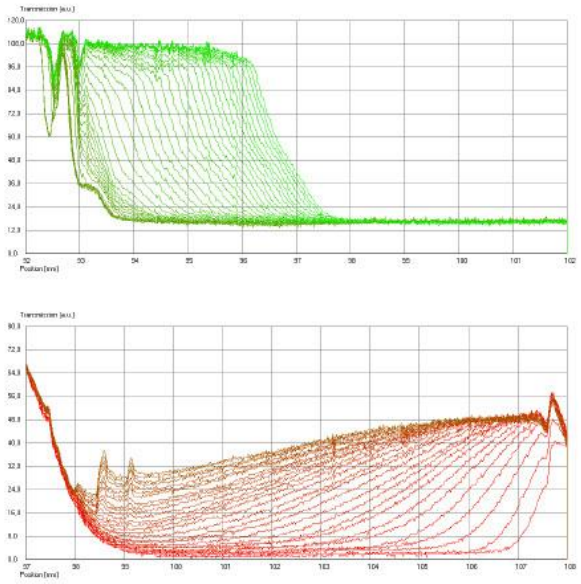

Figure 2: Transmission profiles of ketchup (top, RCF=1160, centrifugation time = 2250 s) and raw cow milk (bottom, RCF=300, centrifugation time =1500 s). The meniscus is characterized by the dip on the left side. The cell bottom is at the rotor position 108 mm.

Sample volume of 2 cm3 were used. Quantitative data are available by integration of the transmission profiles. The total integrated area is plotted against the centrifugation time (Figure 3). The slope of such graphs is related to separation rates and thus stability. This graph can be used to calculate the sedimentation or flotation velocity. Measurements were done at room temperature (22-26 °C)

ใช้ปริมาณตัวอย่างทดสอบ 2 cm3 ทดสอบ ณ อุณหภูมิห้อง (22-26 °C) การวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณโดยการรวมโพรไฟล์แสงที่ผ่านอนุภาค พล็อตกับเวลาโรเตอร์หมุน ดังรูปที่ 3 ความชันกราฟบอกอัตราการแยกชั้นหรืออีกนัยหนึ่งบอกความคงสภาพ จากกราฟนี้เครื่องวิเคราะห์นี้ยังสามารถคำนวณหาความเร็วการตกตะกอนหรือความเร็วการลอยตัว

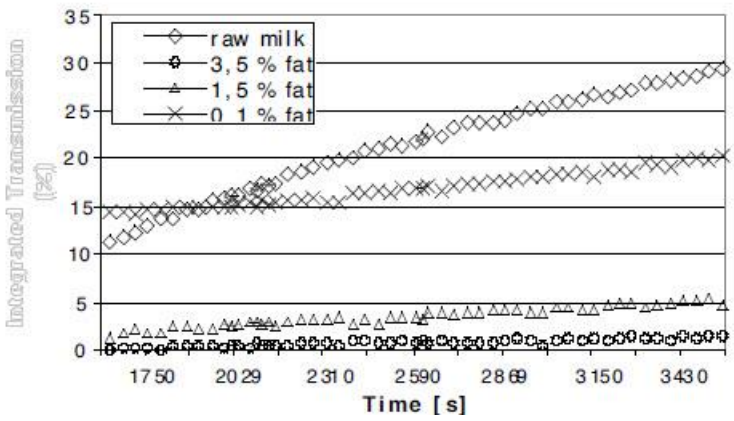

Figure 3: Integral of transmission profiles (RCF = 1140) over the entire sample height for raw cow milk, pasteurized milk of 3.5% fat, 1.5% fat and strongly skimmed milk (0.1% fat).

The pasteurized milk, yogurt, curds, and ketchup were obtained from the supermarket and the raw cow milk directly from a farm. Products were stored in a refrigerator. In general, each package was used only for one experiment and before the specified expiration date. For analytical centrifugation, the samples were taken as gently as possible by a filling aid (syringe type device with an inner diameter of 5 mm (yogurt) or 10 mm (curd) and transferred slowly into cylindrical plastic cells (LUM GmbH).

ตัวอย่างอาหารที่นำมาวิเคราะห์ ได้แก่ นมพาสเจอไรซ์ โยเกิร์ต ลิ่มนม (ตะกอนโปรตีนนมเคซีน) และซอสมะเขือเทศ ได้มาจากซูเปอร์มาร์เก็ต ส่วนนมวัวสด ได้มาจากฟาร์ม นำตัวอย่างอาหารทั้งหมดเก็บเข้าตู้เย็น ปกติตัวอย่างอาหารแต่ละบรรจุภัณฑ์ถูกใช้วิเคราะห์เพียงหนึ่งครั้งและต้องมั่นใจว่ายังไม่หมดอายุ การทดสอบในเครื่องวิเคราะห์ LUMiFuge นี้ใช้หลอดฉีดยาขนาด 5 mm สำหรับดูดตัวอย่างอาหารประเภทโยเกิร์ต และขนาด 10 mm สำหรับดูดตัวอย่างลิ่มนม จากนั้นค่อยๆ กดหลอดฉีดยาที่มีตัวอย่างอาหารที่ดูดมาแต่ละชนิดลงในหลอดทดสอบพลาสติเฉพาะ (จากบริษัท LUM) ของเครื่องวิเคราะห์ LUMiFuge

Cylindrical Plastic Cell of LUM GmbH

Results

Figure 2 displays typical demixing behaviors of a ketchup sample and an unpasteurized cow milk. In case of the ketchup, a distinct clarification starts at the left side (below the meniscus, 92.5 mm) and progresses towards the bottom, i.e., sedimentation takes place. For the sedimentation velocity a value of 2.39 (+/- 0.03) µm/s is determined. In contrast, fresh cow milk starts to clear up at the bottom as the whey separates from the casein/fat. Droplets which have a lower density than the serum cream to the top. Flotation velocity shows a broad distribution between 7.5 µm/s and 19.6 µm/s.

ผลการทดสอบ

รูปที่ 2 แสดงโพรไฟล์ของแสงที่ผ่านตัวอย่างซอสมะเขือเทศ (บน) และนมวัวดิบ (ล่าง) กรณีซอสมะเขือเทศการแยกชั้นเห็นชัดเจนจากตำแหน่งใต้ผิวของเหลวตัวอย่างด้านบน (ตำแหน่ง 92.5 mm เป็นต้นไป) ไปยังก้นหลอดทดสอบ (102 mm) เป็นการตกตะกอน ค่าความเร็วในการตกตะกอนที่ 2.39 (+/- 0.03) µm/s ส่วนนมวัวดิบโพรไฟล์แสดงการเกิดการลอยตัวของหยดอนุภาคโปรตีนเวย์ที่แยกออกจากโปรตีนเคซีน/ไขมัน ความเร็วของการลอยตัวอยู่ระหว่าง 7.5 µm/s ถึง 19.6 µm/s

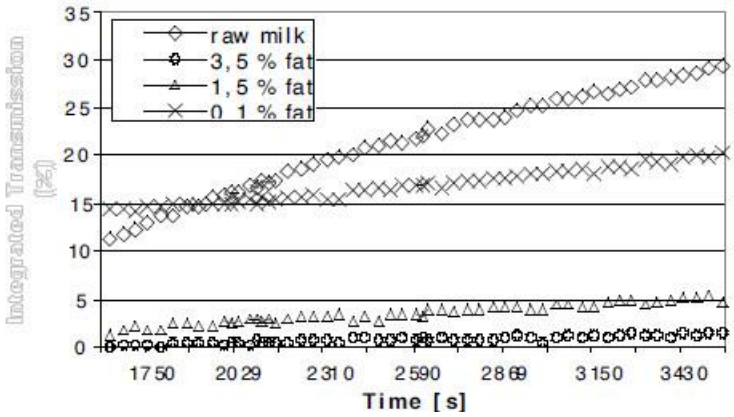

Figure 3: milk processed in different ways exhibit a range of clarification velocities or stabilities. In general, the higher the slope, the lower the stability. In the above case, raw cow milk demixed the fastest with a clarification velocity of 0.0092%/s. The pasteurized milk, homogenized during processing, is much more stable (slower creaming) and the clarification velocity depends inversely from the fat content.

รูปที่ 3 แสดงความเร็วของการแยกชั้นหรือความคงสภาพของผลิตภัณฑ์นม โดยทั่วไป เส้นกราฟที่มีความลาดชันสูงหมายถึงมีความคงสภาพต่ำ จากกราฟ นมวัวดิบแสดงการแยกชั้นเร็วที่สุดที่ความเร็ว 0.0092%/s สำหรับนมที่ผ่านกระบวนการพาสเจอไรซ์ และโฮโมจีไนซ์ มีความคงสภาพดีกว่า (เกิดชั้นครีมมิ่งช้ากว่า) นมวัวดิบ ถ้าพิจารณาปริมาณไขมันที่แตกต่างกันในนมพาสเจอไรซ์ ความเร็วการแยกชั้นแปรผกผันกับปริมาณไขมัน

Figure 4 displays a different demixing behavior of yogurts. These food products have a network like structure. Instead of the migration of individual particles or droplets only governed by the hydrodynamic interaction, the network consolidates, and the fluid will separate out giving rise to a supernatant. Noted that the gradually decreasing change in the position of the supernatant/yogurt interface for the same time interval at a given RCF and the very pronounced separation process after increasing the RCF further.

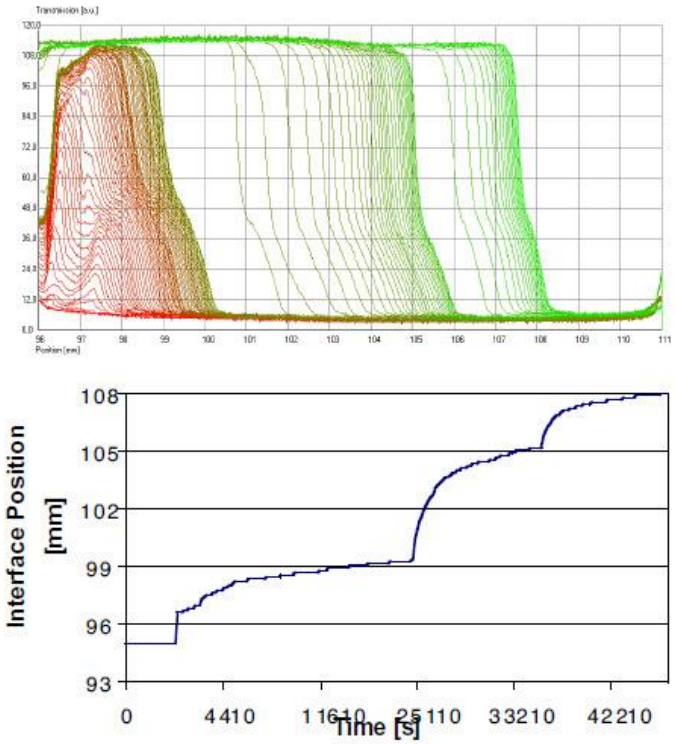

Figure 4: Demixing of a yogurt sample first spun at RCF of 32 until steady state is reached, then RCF was stepwise increased to 290 and 1140. Top: Transmission profiles; Bottom: Position of the interface versus centrifugation time.

รูปที่ 4 แสดงโพรไฟล์การไม่คงสภาพของผลิตภัณฑ์โยเกิร์ต ปกติโครงสร้างภายในของโยเกิร์ตเป็นเหมือนโครงข่าย การแยกชั้นมักเกิดจากกลุ่มก้อนโครงข่ายรวมตัวกันตกตะกอนแล้วทำให้เกิดชั้นของเหลวใสเหนือตะกอนที่เรียกว่า Supernatant

Different types of curd (skimmed, 20% fat and 40% fat) from 6 different suppliers were investigated. It is important to analyze only samples taken from the middle part of the container. Samples from the edges and near the wall have a different demixing behavior. In the case of the skimmed curd samples taken from the edge, the supernatant layer starts to form about two times quicker than that of taken from the middle part. The speed of the demixing behavior reflects the fact that during the filling of the container, a partial separation occurs. Whey flows more quicker from the middle to the walls as the dispersed phase and an inhomogeneity in the volume concentration is created. Therefore, samples taken from the middle have a higher volume concentration and thus show a correspondingly slower demixing velocity. In general, demixing behavior of curd depends on the first order on the fat content as shown in Figure 5.

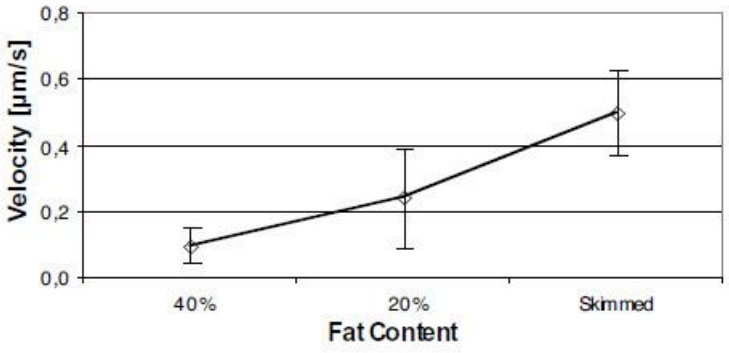

Figure 5: Mean sedimentation/consolidation velocity of different types of curd obtained at RCF = 129

ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ลิ่มนม (นมสกิม นมไขมัน 20% และนมไขมัน 40%) ที่นำมาทดสอบได้จากแหล่งผลิตต่างกัน 6 แห่ง การวิเคราะห์ลิ่มนมจำเป็นต้องตักตัวอย่างจากส่วนที่อยู่ข้างในตรงกลางภาชนะ ผลการทดสอบพบว่า ตัวอย่างนมสกิมที่ตักจากขอบหรือใกล้ผนังภาชนะบรรจุจะเกิดชั้น supernatant เร็วกว่าสองเท่าของตัวอย่างที่ตักจากข้างในตรงกลางภาชนะ เนื่องจากในขั้นตอนการเติมบรรจุลงภาชนะ เกิดปรากฏการณ์การแยกชั้นขึ้นแล้วบางส่วน อนุภาคโปรตีนเวย์ในลิ่มนมเคลื่อนที่อย่างรวดเร็วจากภายในสู่ผนังภาชนะทำให้เกิดภาวะการไม่เป็นเนื้อเดียวกันในความเข้มข้นเชิงปริมาตร ดังนั้นบริเวณส่วนกลางจึงมีความเข้มข้นเชิงปริมาตรสูงกว่า ทำให้เกิดความเร็วการแยกชั้นช้ากว่า โดยทั่วไป การเกิดการแยกชั้นของผลิตภัณฑ์ลิ่มนมขึ้นกับปริมาณไขมัน ดังแสดงในรูปที่ 5

Excerpt from "Characterization of Food Quality and Structural Stability by Analytical Centrifugation" D. Lerche, L. Piesendel, B. Senge (LUM GmbH and Technical University Berlin, Department of Food Rheology)

สอบถามเพิ่มเติมเกี่ยวกับเครื่อง LUMiFuge, LUMiSizer สำหรับการวิเคราะห์ความคงตัวผลิตภัณฑ์อาหาร อิมัลชั่นที่

บริษัท อีเนอจีติก ซัน จำกัด

โทร. 095 8562473, 089 5362485

อีเมล์ : sales@energeticsun.tech

เว็บ : www.energeticsun.tech