

УДК 633.3:658.562

КУЗНЄЦОВА І.В., кандидат техн. наук, с.н.с.

Інститут біоенергетичних культур і цукрових буряків НААН

e-mail: ingaV@ukr.net

ВИЗНАЧЕННЯ ОСНОВНИХ ПОКАЗНИКІВ ПОРИСТОСТІ ЛИСТКІВ СТЕВІЇ (*STEVIA REBAUDIANA* BERTONI)

*Вперше представлено методику визначення основних показників пористості листків стевії (*Stevia rebaudiana* Bertoni). Підібрано імерсійну рідину для виконання методики та опрацьовано режим вакуумування зразків листків стевії. Запропоновано порядок обробітку отриманих даних для визначення максимального значення пор, відкритої пористості, удаваної щільності, питомої поверхні, ефективного об'єму пор та коефіцієнту відкритої пористості.*

Ключові слова: пористість, листки, технологічна якість, імерсійна рідина, метод насичення

Вступ. Значну роль при зберіганні сировини мають умови, за яких здійснюється даний процес. Від технологічної оцінки рослинної сировини залежить проектування сховища та технологічного обладнання для її перероблення, а також допоміжних і пакувальних матеріалів. Технологічна оцінка полягає у визначенні коефіцієнту водопоглинання, насипної щільності, фракційного складу, сипучості, пористості рослинної сировини, коефіцієнту утвореного внутрішнього соку, ступеню набухання сировини. Одним із вагомих показників технологічної оцінки є пористість, яка визначає гідродинамічний опір та міжфазову ефективну поверхню. Розрізняють внутрішню (пори всередині часток листка) та зовнішню (об'єм між частками листка у певній товщині шару).

Сьогодні технологічну оцінку рослинної сировини здійснюють для зернових та овочевих культур, лікарських рослин [1, с. 147-149] у хлібопекарському виробництві для встановлення поживної характеристики [2, с. 39], олієвидобувному для встановлення оптимальних умов екстрагування олії [3] тощо. Крім того, значення пористості є вагомим показником якості для цементу, вугілля, вогнестійких матеріалів [4, 5], твердого виду палива тощо. Для визначення технологічної оцінки стевії сьогодні немає відповідних методик, що сприяє їх розробленню та впровадженню.

Аналіз останніх публікацій. При визначенні пористості зазвичай використовують методи: прямий, оптичний, заснований на вимірюванні щільності, розширення газу, ртутної порометрії, насичення тощо [6, 7]. Більш прийнятним є метод насичення, який заснований на насиченні пористого матеріалу імерсійною рідиною, зважуванні сухого зразку та додаткової маси при його зануренні у рідину, якою він був насичений. В якості імерсійної рідини застосовують: дистильовану воду, спирт етиловий, спирт ізопропіловий, гексан, керосин, бензол, ртуть тощо. Імерсійна рідина під час визначення не повинна: змінювати основні властивості зразку, викликати набрякання або відшарування частинок та деформації зразку, бути токсичною та занадто легкою. Дистильована вода сприяє набухання листка, а бензол та гексан мають низький коефіцієнт летючості, що буде призводити до високої похибки вимірювання. Отже, серед можливих імерсійних рідин більш прийнятним є спирт етиловий, коефіцієнт летючості якого становить 0,51.

Враховуючи існуючий досвід щодо визначення основних показників пористості вирішено для розроблення методики визначення основних показників пористості листків стевії (*Stevia rebaudiana* Bertoni) застосувати метод насичення з використанням в якості імерсійної рідини спирту етилового.

Метою роботи є розроблення методики визначення основних показників пористості листків стевії (*Stevia rebaudiana* Bertoni).

Матеріали і методика досліджень. Вирощену на дослідній ділянці Агрофірми «Веселиновка» (Київська обл.) стевію скошували 9-12 вересня 2013 р., очищали від домішок

та сушили. У дослідженні використовували листки цілі (свіже та сушене за різних температур: 28-30, 40, 60, 70, 80 і 100°C) та листки різної дисперсності (10 зразків). Подрібнення листків стевії здійснювали на кульовому млині, які відситували та отримали 10 зразків листків стевії з різною дисперсністю. Підготовку зразків до аналізу здійснювали шляхом сушіння до сталої ваги при температурі 105-110°C з наступним їх охолодженням. Під час дослідження застосовували капронову фільтрувальну тканину, з якої готували мішечки розміром 3×7 см з нитками для зав'язування різного кольору.

Результати досліджень. Насичення зразків імерсійною рідиною зазвичай проводять двома методами: вакуумуванням або кип'ятінням з рідиною. Оскільки застосування другого методу порушить структуру листків стевії застосовували метод вакуумування. Принципову схему установки для насичення зразків листків стевії імерсійною рідиною представлено на рис. 1 [8].

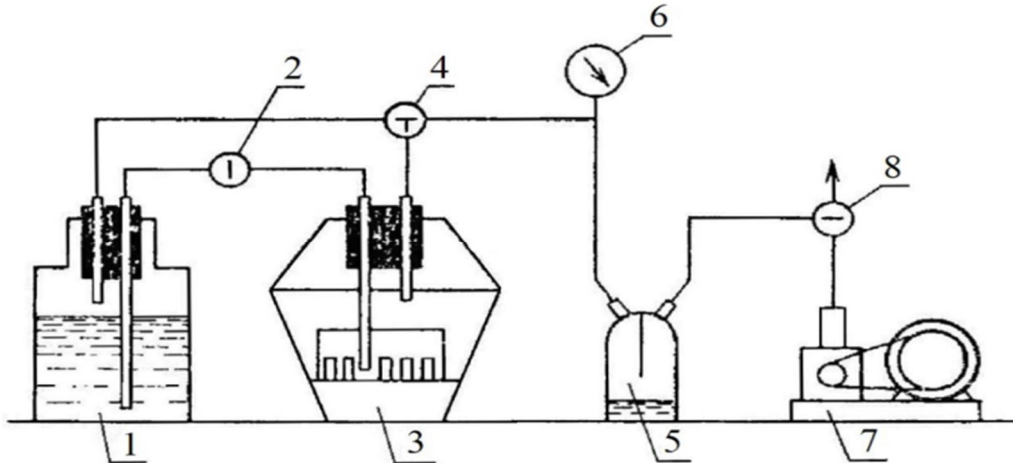


Рис. 1. Принципова схема насичення зразків листків стевії імерсійною рідиною вакуумуванням: 1 – ємність для імерсійної рідини; 2 – кран; 3 – ємність для насичення зразків; 4 – триходовий кран; 5 – пастка для краплин рідини; 6 – вакуумметр; 7 – вакуумний насос; 8 – кран вакуум-насосу та заповнення системи повітрям.

Визначення тривалості насичення здійснювали шляхом підбору тривалості, за який отримано сталий показник відкритої пористості залежно від фракційного складу (табл. 1). Отримані результати показують, що оптимальною загальною тривалістю вакуумування незалежно від розміру листка є 3 години.

Таблиця 1

Вплив тривалості вакуумування на значення відкритої пористості листків стевії, %

Листки	Тривалість вакуумування, год.				
	1	2	3	4	5
цілі	29,7	30,2	35,1	35,2	35,1
подрібнені:					
1< δ <2,5	32,1	33,4	35,8	35,8	35,7
0,4< δ <0,63	33,8	34,7	35,3	35,1	35,3
0,16< δ <0,25	33,5	35,1	36,5	36,5	36,5
0,05< δ <0,1	30,6	31,2	33,7	33,8	33,7

Методика визначення основних показників пористості листків стевії (*Stevia rebaudiana* Bertoni) полягає в наступному. Наважку (1±0,001 г) підготовленого зразку листків стевії (m_1) поміщали у мішечок з капронової фільтрувальної тканини (m_m). За кольором нитки для зав'язування якого зазначали номер досліджуваного зразку. У скляний стакан склали 4-5 підготовлені зразки і ставили у герметичну ємність 3. З ємності 1 заповнювали скляний стакан із зразками спиртом етиловим так, щоб зразки були повністю занурені в спирт. Після 1 год. вакуумування перекривали вакуум до ємності 1 для імерсійної рідини та

зливали рідину через кран 2. Після чого піднімали рівень спирту етилового на висоту не менше ніж на 1 см вище поверхні зразку та продовжували вакуумування. Загальна тривалість вакуумування становить 3 години. Після чого знімали вакуум та повільно відкривали кран 8 і витягували стакан із зразками. Оброблені зразки залишали при атмосферному тиску для до насичення, тривалість якого становила 30 хвилин. З отриманих зразків фільтрувальним папером знімали надлишкову імерсійну рідину та зважували з точністю до $\pm 0,001$ г (m'_2). Після чого висушували при температурі 105-110 °С у сушильній шафі, охолоджували та зважували зразки з точністю до $\pm 0,001$ г (m'_3).

Розрахунки здійснюють за формулами 1-10.

Маса підготовленого зразку m_1 до аналізу розраховується за співвідношенням:

$$m_1 = m'_1 + m_m \quad (1)$$

Маса насиченого зразку m_2 розраховується за співвідношенням:

$$m_2 = m'_2 + m_m \quad (2)$$

Маса насиченого висушеного зразку m_3 розраховується за співвідношенням:

$$m_3 = m'_3 + m_m \quad (3)$$

Відкрита пористість $\Pi_{op.}$ у відсотках розраховується за співвідношенням:

$$\Pi_{op.} = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100 \quad (4)$$

Загальна пористість Π_a у відсотках розраховується за співвідношенням:

$$\Pi_a = \frac{\rho - \rho_b}{\rho} \cdot 100 \quad (5)$$

Закрита пористість Π_f у відсотках розраховується за формулою:

$$\Pi_f = \Pi_a - \Pi_{op.} \quad (6)$$

Удавана щільність ρ_b у кг/м^3 розраховується за співвідношенням:

$$\rho_b = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot \rho_1, \quad (7)$$

де: ρ_1 – густина імерсійної рідини кг/м^3 .

Ефективний об'єм пор $V_{пор}$ у кубічних сантиметрах розраховується за співвідношенням:

$$V_{пор} = \frac{m_3 - m_1}{\rho_1} \quad (8)$$

Питома поверхня S в $\text{см}^2/\text{г}$ розраховується за співвідношенням:

$$S = \frac{(m_3 - m_1) \cdot N_A \cdot \omega_m}{M \cdot m_1}, \quad (9)$$

де: M – молекулярна маса імерсійної рідини;

N_A – число Авогадро;

ω_m – молекулярна площа молекули імерсійної рідини.

Максимальне значення пори d у мікрометрах розраховували за формулою:

$$d = \frac{4 \cdot 10^3 \cdot \delta_t}{P - \rho_t \cdot g \cdot h} \quad (10)$$

де: δ_t – поверхневий натяг, Н/м;

P – тиск, за якому проводять вакуумування, Па;

ρ_t – густина імерсійної рідини, г/см^3 ;

g – прискорення вільного падіння, м/с^2

h – висота стовпчика імерсійної рідини над зразком, мм.

Результати вимірювань наведено для цілого листка у таблиці 2, листка різної дисперсності у таблиці 3.

Отримані експериментальні дані показують, що на основні показники пористості має значний вплив температура сушіння та фракційний склад. У таблиці 2 представлено результати зміни основних показників пористості від температури сушіння, контроль – листки свіжозрізані. Наближені значення до контрольного зразку мають три зразки листків сушені за температур від 28 до 60 °С, загальна пористість яких становить від 77,4 до 83,8 %.

При цьому, максимальне значення пор становить 9,4-10,2 мкм, питома поверхня (S) становить 1104,1-1286,9 см²/г. Ефективний об'єм пор ($V_{пор}$) становить 9,2-10,5 см³. Зростання температури сушіння не впливає на ефективний об'єм пор, проте знижує значення відкритої та загальної пористості, і відповідно питомої поверхні пор листків.

Таблиця 2

Значення основних показників пористості листків стевії (*Stevia rebaudiana* Bertoni) залежно від умов сушіння

Листки	Макс. значення пор, (d) мкм	Відкрита пористість, (П _{ор}), %	Загальна пористість, (П _а), %	Закрита пористість, (П _з), %	Удавана щільність, (ρ_b), г/см ³	Питома поверхня, (S), см ² /г	Ефективний об'єм пор, (V _{пор}), см ³
Свіжезрізані	9,8	39,2	81,6	42,4	0,611	1375,02	10,8
Сушені:							
28-32 °С	9,4	45,2	79,4	34,2	0,573	1216,4	9,2
40 °С	9,4	33,4	77,4	44,0	0,616	1104,1	10,5
60 °С	10,2	35,7	83,8	48,1	0,667	1286,9	9,21
70 °С	10,1	31,0	67,5	36,5	0,661	1068,5	9,76
80 °С	9,6	30,3	58,9	28,6	0,688	1046,1	9,43
100 °С	9,3	23,3	55,9	32,6	0,621	930,7	9,35

Таблиця 3

Значення основних показників пористості подрібнених листків стевії (*Stevia rebaudiana* Bertoni) залежно від дисперсійного складу

Листки	Макс. значення пор, (d) мкм	Відкрита пористість, (П _{ор}), %	Загальна пористість, (П _а), %	Закрита пористість, (П _з), %	Удавана щільність, (ρ_b) г/см ³	Питома поверхня, (S), см ² /г	Ефективний об'єм пор, (V _{пор}), см ³	Коефіцієнт відкритої пористості, %
$\delta > 2,5$	10,52	33,8	79,4	45,6	0,78	1128,7	7,1	0,41
$1 < \delta < 2,5$	19,2	35,4	82,8	47,4	0,903	1213,4	11,4	0,87
$0,63 < \delta < 1$	16,9	43,5	86,8	43,3	0,803	1485,6	12,6	0,84
$0,4 < \delta < 0,63$	9,76	35,1	87,9	52,8	0,62	1208,8	17,5	0,81
$0,315 < \delta < 0,4$	10,41	49,7	89,4	39,7	0,623	1587,7	19,2	0,71
$0,25 < \delta < 0,315$	10,28	40,8	82,1	41,3	0,61	1374,2	15,9	0,70
$0,16 < \delta < 0,25$	12,24	36,5	81,1	44,6	0,59	1283,1	17,0	0,71
$0,1 < \delta < 0,16$	15,12	37,7	69,3	31,6	0,67	1393,4	18,2	0,72
$0,05 < \delta < 0,1$	9,14	33,7	64,7	31,0	0,68	1128,5	11,2	0,8
$0,05 > \delta$	13,81	22,8	68,0	45,2	0,81	993,9	12,5	0,73

Вивчення основних показників пористості різного фракційного складу листків стевії показує відмінність зразків за загальною та відкритою пористістю і питомою поверхні пор. Максимальні значення загальної пористості (від 81 до 89,4 %) мають зразки із дисперсністю від 0,16 до 2,5 мм, що свідчить про високу ефективність подальшого проведення процесу екстрагування. Дрібні фракції мають більш низьку загальну пористість (64-69,3 %). При цьому майже всі зразки мають високе значення ефективного об'єму пор, що характеризує інтенсивність проходження процесів «дихання» при їх зберіганні.

Висновок. Підібрано імерсійну рідину та спосіб визначення основних показників пористості листків стевії (*Stevia rebaudiana* Bertoni). Відпрацьовано алгоритм визначення основних показників пористості таких як: максимальне значення пор, відкрита і закрита пористість, загальна пористість, удавана щільність, питома поверхня пор, ефективний об'єм пор та коефіцієнт відкритої пористості. Розроблену методику використано для визначення основних показників пористості листків стевії цілих та подрібнених. Установлено, що

температура сушіння впливає на загальну пористість листків, знижуючи її на 30 %. Показано вплив фракційного складу листка стевії на значення основних показників пористості.

Список використаних літературних джерел

1. Государственная фармакопея СССР. – Вып. 2. Общие методы анализа. Лекарственное сырьё. – [11-е изд.]. – М.: Медицина, 1990. – 385 с.
2. Методы исследования качества хлебобулочных изделий: уч.-метод. пособие для вузов / С.Я. Корячкина, Н.А. Березина, Е.В. Хмелёва. – Орёл: Орёл ГТУ, 2010. – 166 с.
3. МВВ 24/13-00334882-01 Методика виконання вимірювань визначення відкритої пористості, удаваної щільності, ефективного об'єму пор і питомої поверхні макухи олійних культур / В.В. Гірман, О.В. Мазур, С.Л. Євтушенко, Н.Г. Катасонова. – Харків: УкрНДІОЖ НААН, 2013. – 15 с.
4. Материалы порошковые. Метод определения величины пор: ГОСТ 26849-86 . – [Действительный от 1989-10-01]. – М.: Государственный стандарт СССР, 1989. – 11 с. – (Государственный стандарт СССР).
5. Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения: ГОСТ 2409-93. – [Действительный от 1998-07-01]. – М.: Государственный стандарт РФ, 1998. – 12 с. – (Государственный стандарт РФ).
6. Грег С. Адсорбция, удельная поверхность, пористость / С. Грег, К. Син. – М.: Мир, 1984. – 186 с.
7. Плаченев С.Д. Порометрия / С.Д. Плаченев, Т.Г. Колосенцев. – М.: Химия, 1988. – 176 с.
8. Породы горные. Метод определения коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением: ГОСТ 26450.1-85. – [Действительный от 1986-07-01]. – М.: Госстандарт СССР, 1986. – 12 с. – (Государственный стандарт СССР).

Аннотация

Кузнецова И.В.

Определение основных показателей пористости листьев стевии (*Stevia rebaudiana* Bertoni)

*Впервые представлено методику определения основных показателей пористости листьев стевии (*Stevia rebaudiana* Bertoni). Подобрано иммерсионное вещество для выполнения методики и отработано режим вакуумирования образцов листьев стевии. Предложено последовательность обработки полученных данных для определения максимального значения пор, открытой пористости, кажущейся плотности, эффективного объёма пор и коэффициента открытой пористости.*

Ключевые слова: пористость, листки, технологическое качество, иммерсионное вещество, метод насыщения

Annotation

Kuznietsova I.

Determination of the main parameters of porosity in stevia leaves

*For the first time, the determination technique for main indicators of porosity in stevia leaves (*Stevia rebaudiana* Bertoni) is presented. Selected was immersion liquid for this method and mode of vacuum processing of samples. A procedure for data processing to determine the maximum pore, open porosity, false density, specific surface area, pore volume and the ratio of open porosity was proposed.*

Keywords: porosity; leaves; technological quality; immersion liquid; saturation method

Отримано редакцією – 12.05.2014 р.