

# Технологические процессы и оборудование

УДК 53.091 + 544.2

DOI: 10.14529/food160204

## К ВОПРОСУ ВЯЗКОПЛАСТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ГЕТЕРОГЕННЫХ КОМПОЗИЦИЙ В ПРОЦЕССЕ ИХ СМЕШИВАНИЯ

*Г.Д. Апалькова*

*Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск*

Тенденция расширения сырьевой базы и использование различных инертных и активных добавок характерны практически для всех отраслей производства, использующих процесс смешивания и рассматриваются исследователями в рамках различных научных направлений в соответствующих областях, в том числе и в пищевой промышленности для оценки технологических и потребительских характеристиках разнообразных продуктов с использованием различных методов и средств контроля. Смешивание жидкостей и твердых веществ, особенно в промышленных масштабах, имеет свои проблемы. Поиск решений, позволяющих избежать типичных проблем смешивания, сохраняя при этом низкие затраты на персонал, чистку, утилизацию и энергетические ресурсы составляют одну из задач системы менеджмента качества в части разработки эффективного набора оптимизационных элементов вязкопластических свойств гетерогенных композиций. Исследования наполнителя различного гранулометрического состава, выполненные с использованием симплекс-решетчатого метода планирования эксперимента, показали, что исследования вязкопластических свойств масс на стадии смешивания позволяют установить оптимальный гранулометрический состав, учитывающий как создание непрерывной пространственной сетки связующего в объеме композиции, так и плотность ее упаковки. Наряду с содержанием связующего его вязкость как компонента массы также оказывает влияние на вязкопластические свойства масс. Перспективными являются связующие повышенной степени ароматичности (высокотемпературные), так как низкомолекулярные составляющие при последующей термообработке преимущественно испаряются, ослабляя структуру материала. При смешивании эффективно использование пластификаторов и минеральных добавок, являющихся регуляторами хемосорбционного взаимодействия связующего и наполнителя, обеспечивающие улучшение физических свойств, лимитируемых плотностью, при снижении энергозатрат на процесс смешивания. Качество продукции на основе гетерогенных композиций, содержащих жидкую и твердую фазы, можно и целесообразно оценивать по корреляционным зависимостям между вязкопластическими свойствами масс на стадии смешивания и свойствами конечного продукта из этих масс.

**Ключевые слова:** смешивание, вязкопластические свойства, гетерогенные композиции, дисперсность твердой фазы, добавки.

При большом разнообразии технологических циклов в схемах производства как пищевой, так и непищевой продукции, процесс механического смешивания как типичный для большинства технологий, является одним из определяющих основные характеристики продукции.

При этом современные сырьевые компоненты любого производства характеризуются расширением используемых материалов. Так, в хлебобулочном и кондитерских производствах, в том числе лечебного и профилактического назначения, наряду с мукой различного качества используются отруби, диспергированное зерно, витаминно-минеральные смеси и т. п., имеющие различный гранулометрический состав и различные поверхностные свойства, обуславливающие характер адгезионно-когезионного взаимодействия со связующим.

Аналогичные тенденция расширения сырьевой базы и использование различных инертных и активных добавок характерны практически для всех отраслей производства, использующих процесс смешивания и рассматриваются исследователями в рамках различных научных направлений в соответствующих областях, в том числе и в пищевой промышленности для оценки технологических и потребительских характеристик разнообразных продуктов с использованием различных методов и средств контроля [1, 2]. Из стандартизованных методов оценки технологических свойств материалов, связанных с их реологическими характеристиками, можно отметить ISO 1133:2005, ISO 2577:2007, ASTM D955, ASTM D1238 [3–6]. Эти методы разрабатывались преимущественно для полимерных материалов, и для каждой методики ха-

рактен свой реологический показатель. В исследовательской практике также используется довольно широкий набор методов и средств измерения, но и здесь для каждой методики характерен свой реологический показатель для узкого класса материалов [1].

Смешивание жидкостей и твердых веществ, особенно в промышленных масштабах, имеет свои проблемы, к числу которых можно отнести образование агломератов (непромесов), попадание воздуха в смесь, чрезмерное пылеобразование, выделение паров и др., что не исключает отклонений качества в отдельных партиях произведенной продукции или потери сырья.

Повышение уровня качества в условиях расширения сырьевой базы, вариации свойств и состава компонентов возможно при создании гибкого технологического процесса, обеспечивающего путем целенаправленного изменения технологических параметров нивелирование отклонений в составе рецептуры, формирование бездефектной структуры материала.

Поиск решений, позволяющих избежать типичные проблемы смешивания, сохраняя при этом низкие затраты на персонал, чистку, утилизацию и энергетические ресурсы, составляют одну из задач системы менеджмента качества в части разработки эффективного набора оптимизационных элементов на основе научно обоснованных представлений о механизме совокупности сложных физико-химических процессов структурной эволюции на различных стадиях формирования материала, вещества, продукции [7, 8].

Стадия смешивания в решающей степени определяет формирование структуры и свойств продукции.

В рамках данной работы приводятся результаты исследований с использованием для количественной оценки вязкопластических свойств масс пластографа типа PI фирмы Grabender (Германия).

В качестве модельных использованы углеродные материалы как типичные представители широкого класса органических и неорганических материалов.

Исследования вязкопластических свойств масс на монофракциях показали, что оптимальному содержанию связующего соответствует увеличение энергии смешивания. Прочная структурно-механическая связь, заложенная на стадии смешивания масс, сохраняется и на готовых изделиях [7].

Исследовали вязкопластические свойства гетерогенных композиций, содержащих жидкую и твердую фазы различной степени измельчения, связующего различной структуры и вязкости, состояния поверхностных свойств (связующее и наполнитель) в процессе их смешивания.

Исследования наполнителя различного гранулометрического состава, выполнены с использованием симплекс-решетчатого метода планирования эксперимента [9]. Экспериментальные точки представляли собой (3,2) решетку на симплексе, описание поверхности отклика искали в виде полинома второго порядка. В качестве аргументов использовали:  $X_1$ ,  $X_2$ ,  $X_3$  – относительное содержание фракции (–1,2+0,3) мм, (–0,5+0,09) мм, (–0,09+0) мм в шихте наполнителя, моделирующие крупные, средние и мелкие зерна наполнителя. Откликом служило сопротивление смешиванию в виде величины момента вращения  $M_{вр}$  на массах, содержащих 18 % связующего.

Уравнение регрессии имеет следующий вид:

$$M_{вр} = 5,5 X_1 + 8,5 X_2 + 13,0 X_3 + 10,0 X_1 X_2 + 39,0 X_1 X_3 + 21,0 X_2 X_3.$$

Проверка адекватности модели по критерию Стьюдента показала, что уравнение регрессии адекватно, и поверхность отклика может быть описана уравнением второго порядка.

Поверхность отклика представлена на рис. 1.

Можно отметить, что сопротивление смешиванию не является аддитивной величиной, и момент вращения композиций на основе монофракций ниже, чем на основе их смеси. Невысокие значения момента вращения для компонентов  $X_1$  и  $X_2$  указывают на избыток связующего, а для  $X_3$  – на его недостаток. Видно, что основной вклад в реологию смешивания вносит мелкозернистый наполнитель, и даже незначительное его содержание резко увеличивает сопротивление смешиванию. Значительную роль играет также и крупнозернистый наполнитель  $X_1$ . Введение промежуточных фракций  $X_2$  приводит к более значительному снижению момента вращения, чем при введении крупнозернистого наполнителя  $X_1$ .

Таким образом, исследование вязкопластических свойств гетерогенных композиций, содержащих жидкую и твердую фазы различной степени измельчения, позволяет установить оптимальный гранулометрический со-

став, учитывающий как создание непрерывной пространственной сетки связующего в объеме композиции, так и плотность ее упаковки.

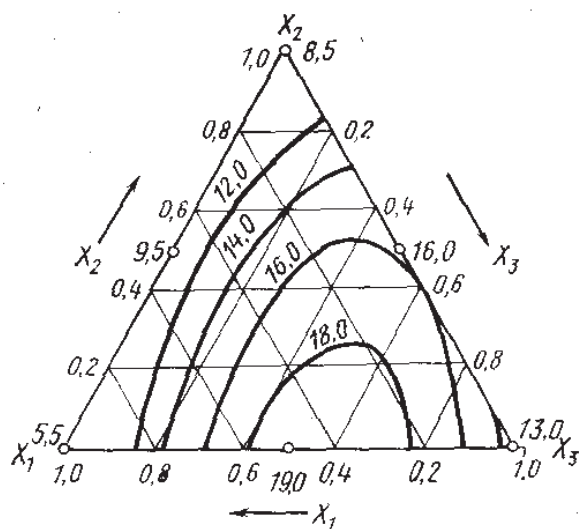


Рис. 1. Поверхность отклика для момента вращения. Цифры около экспериментальных точек и над кривыми, представляющими собой проекции линий уровня, означают величины  $M_{вр}$  (Н.м)

Наряду с содержанием связующего его вязкость как компонента массы также оказывает влияние на вязкопластические свойства масс.

Связующие материалы, в том числе углеродные, как правило, практически не являются индивидуальными веществами, а состоят из набора фракций с различной молекулярной массой, т. е. являются многокомпонентными смесями, среди которых выделяют  $\alpha$ -,  $\beta$ - и  $\gamma$ -фракции, отличающиеся степенью ароматичности. Пластифицирующей составляющей является  $\gamma$ -фракция, состоящая преимущественно из низкомолекулярных масляных фракций, содержание которой снижается в ряду низкотемпературные связующие – высокотемпературные связующие.

Исследования связующих углеродных материалов различной степени ароматичности показали, что с повышением степени ароматичности с 0,9 до 1,4 отн. ед. сопротивление смешиванию увеличивается в 4 раза. Это обусловлено снижением в связующем пластифицирующей  $\alpha$ -фракции.

Перспективными являются связующие повышенной степени ароматичности (высокотемпературные), так как низкомолекулярные составляющие при последующей термообра-

ботке преимущественно испаряются, ослабляя структуру материала. Использование таких связующих диктует соответствующие требования к мощности силового оборудования смешильного и прессового оборудования для получения бездефектной заготовки с высоким уровнем физико-механических характеристик. Прототипом смесителей интенсивного типа могут быть разработки фирмы «EIRICH», используемых сегодня во многих странах в различных отраслях для обработки сырья и приготовления смесей<sup>1</sup>.

Целесообразно отметить, что при смешивании, в том числе и при использовании высокотемпературных связующих, эффективно использование пластификаторов. Применение поверхностно-активных веществ в количестве до 0,2 % существенно повышает пластичность масс. В основе механизма пластификации при их применении лежит адсорбция молекул на поверхности высокодисперсных твердых частиц, что снижает внутреннее трение в массах<sup>2</sup>. Так, при использовании олеиновой кислоты угол смачивания наполнителя связующим уменьшается в 2 раза, что свидетельствует об улучшении смачиваемости наполнителя связующим.

Как наполнитель, так и связующее не являются, как правило, инертными материалами, что обуславливает сложный характер адсорбционного и хемосорбционного взаимодействия связующего с активной поверхностью наполнителя при формировании прослойки связующего. При исследовании этих процессов используется широкий комплекс физико-химических методов исследования: тепловая и ультразвуковая экстракция масс растворителями, определение степени удерживания компонентов прослойки связующего поверхностью наполнителя путем центробежной термофльтрации массы, определение степени ароматичности пеков с помощью протонного магнитного резонанса широких линий, определение теплоты смачивания с использованием микрокалориметрии, термогравиметрического анализа в различной атмосфере, методы ИК- и ЭПР-спектроскопии, определение удельной поверхности (БЭТ и воздухопроницаемости), определение адсорбции

<sup>1</sup> Интенсивные смесители фирмы АЙРИХ (EIRICH, GERMANY) (Рекламный проспект – техническое описание).

<sup>2</sup> <http://www.findpatent.ru/patent/215/2155305.html>

онной способности наполнителя к компонентам связующего, эффективной вязкости связующего, криоскопический метод определения средней молекулярной массы экстрактов и термофугатов. С использованием комплекса методов показано, что в процессе смешивания происходит перераспределение компонентов связующего на поверхности частиц наполнителя [10, 11].

Исследовали вязкопластические свойства масс в присутствии минеральной оксидной добавки, используемой для регулирования структурообразования в процессе последующей термообработки. Экспериментальные данные (рис. 2, 3) показывают существенное изменение как вязкопластических свойств масс при смешивании, так и соответствующее увеличение плотности отпрессованных изделий, т. е. изменяется уплотняемость массы при прочих равных условиях.

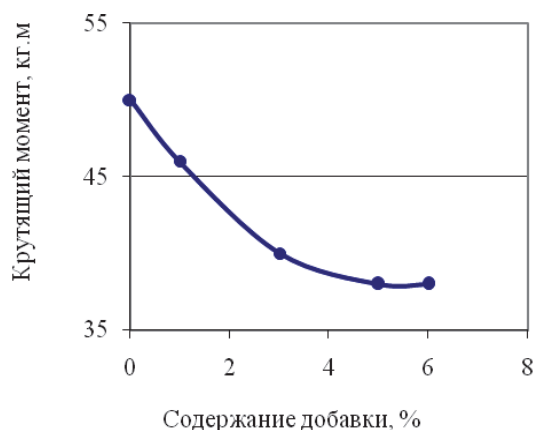


Рис. 2. Зависимость вязкопластических свойств масс от содержания минеральной добавки

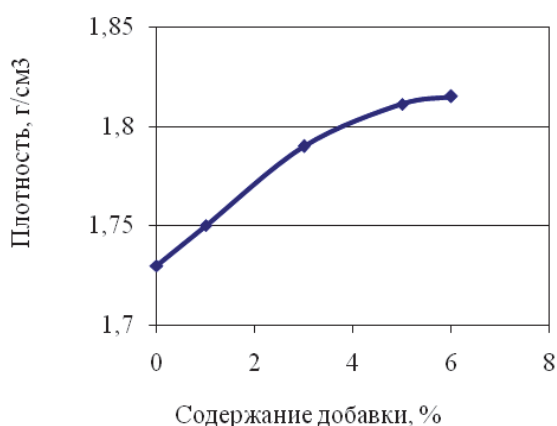


Рис. 3. Зависимость плотности изделий от содержания минеральной добавки

Изменение вязкопластических свойств масс и их уплотняемости в присутствии добавки увязывается с изменением их группового состава при смешивании, в том числе снижением полярной составляющей связующего  $\beta$ -фракции в массе при введении минеральной добавки (рис. 4).

Так как вязкое сопротивление возникает в результате работы, которая должна быть затрачена на преодоление молекулярного сцепления при перемещении одного слоя молекул по другому, связывание молекул, образующих своими функциональными группами «молекулярный ворс», способствует снижению величины молекулярного сцепления. В данном случае добавки, вводимые для направленного регулирования структурообразования в процессе последующей термообработки, действуют и как регуляторы хемосорбционного взаимодействия связующего и наполнителя при смешивании, обеспечивая улучшение физических свойств, лимитируемых плотностью, при снижении энергозатрат на процесс смешивания.



Рис. 4. Изменение содержания полярной составляющей связующего в массе при введении минеральной добавки

Таким образом, качество продукции на основе гетерогенных композиций, содержащих жидкую и твердую фазы, можно и целесообразно оценивать по корреляционным зависимостям между вязкопластическими свойствами масс на стадии смешивания и свойствами конечного продукта из этих масс. Рассмотренные факторы могут быть рассмотрены как эффективный набор оптимизационных элементов формирования структуры гетерогенных композиций.

### Литература

1. Малкин, А.Я. Реология: концепции, методы, приложения / А.Я. Малкин, А.И. Исаев; пер. с англ. – СПб: Профессия, 2007. – 560 с.
2. Потороко, И.Ю. Совершенствование реологических характеристик мясных эмульсий на основе пищевой сонохимии / И.Ю. Потороко, Л.А. Цирульниченко // Торгово-экономические проблемы регионального бизнес-пространства: сборник материалов XI Международной конференции, 22–24 апреля 2013 г. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2013. – С. 306–309.
3. ISO 1133:2005 Plastics – Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and the melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics.
4. ISO 2577:2007 Plastics – Thermosetting moulding materials – Determination of shrinkage.
5. ASTM D955 Standard Test Method of Measuring Shrinkage from Mold Dimensions of Thermoplastics.
6. ASTM D1238 Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer.
7. Апалькова, Г.Д. Вязкопластические свойства гетерогенных композиций в процессе их смешивания и закономерности их изменения. Инновации в области смесильного оборудования / Г.Д. Апалькова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Пищевые и биотехнологии». – 2014. – Т. 2, № 2. – С. 35–40.
8. Системы качества. Международные стандарты ИСО серии 9000: в 3 т. М., 1997 (ISO 9000 Quality management systems)
9. Зедгинидзе, И.Г. Планирование эксперимента для исследования многокомпонентных систем / И.Г. Зедгинидзе. – М.: Наука, 1976. – 390 с.
10. Balykin, V.P. Zum Einfluss der Mischbedingungen auf die Bildung der Bidemittelschicht in Kohlenstoff-Pech-Kompositionen / V.P. Balykin // Freiburger Forschungshefte: Vorträge zum Berg- und Hüttenmännischen Tag 1990 in Freiberg. – Leipzig, 1992. – S. 118-129.
11. Кинлок, Э. Адгезия и адгезивы: наука и технологии: пер. с англ. / Э. Кинлок. – М.: Мир, 1991. – 484 с.

**Апалькова Галия Давлетхановна.** Доктор технических наук, профессор кафедры «Экспертиза и управление качеством пищевых производств» Института экономики, торговли и технологий, Южно-Уральский государственный университета (г. Челябинск), apalkova@yandex.ru

Поступила в редакцию 5 мая 2016 г.

DOI: 10.14529/food160204

## ON VISCO-PLASTIC CHARACTERISTICS OF HETEROGENEOUS COMPOSITIONS IN THE PROCESS OF THEIR MIXING

**G.D. Apalkova**

*South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation*

The trend of expansion of the raw material base and the use of various inert and active additives are characteristic for almost all branches of production that use mixing process and are considered by researchers in the framework of various scientific areas in corresponding fields, including in the food industry to evaluate the technological and consumer characteristics of a variety of products using different methods and control means. The process of mixing of liquids and solids, especially on an industrial scale, has its problems. The search for solutions, which allow avoiding the typical problems of mixing, meanwhile maintaining lower labor costs, expenditures for cleaning, recycling and energy resources, generates one of the objectives of the quality management system in terms of the development of an effective set of optimization elements of viscoplastic properties of heterogeneous compositions. The research on filler with different grain-size content made with the use of simplex lattice method of experiment planning shows that the studies of mass visco-plastic properties at the stage of mixing allows determining an optimum grain-size content that takes into account both the creation of a continuous spatial network of the binder

in the composition and the density of its packing material. Along with the content of the binder, its viscosity as of the mass component also affects the visco-plastic properties of the mass. Promising binders are those of increased degree of aromaticity (high-temperature), because the low-molecular components are mainly evaporated during the subsequent treatment, weakening the structure of the material. During the process of mixing the use of plasticizers and mineral supplements, which are regulators of chemisorption interaction of the binder and filler, providing improved density-limited physical properties and reduction in energy consumption, is efficient. The quality of products on the basis of heterogeneous compositions containing liquid and solid phases can be assessed by the correlation dependences between visco-plastic properties of mass at the stage of mixing and the properties of the final product of these masses.

**Keywords:** mixing, visco-plastic properties, heterogeneous compositions, dispersion of solid phase, additives.

### References

1. Malkin A.Ya., Isaev A.I. *Reologiya: kontseptsii, metody, prilozheniya* [Rheology: concepts, methods, and applications]. Transl. from English. St. Petersburg, Professiya, 2007. 560 p.
2. Potoroko I.Yu., Tsurul'nichenko L.A. [Improvement of the rheological characteristics of meat emulsions based food sonochemistry]. *Torgovo-ekonomicheskie problemy regional'nogo biznes-prostranstva: sbornik materialov XI Mezhdunarodnoy konferentsii, 22–24 aprelya 2013 g.* [Trade and economic issues of regional business space: collection of materials of XI International Conference, 22–24 April, 2013]. Chelyabinsk, South Ural St. Univ., 2013, pp. 306–309. (in Russ.)
3. *ISO 1133:2005 Plastics – Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and the melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics*. DOI: 10.3403/30183436U
4. *ISO 2577:2007 Plastics – Thermosetting moulding materials – Determination of shrinkage*. DOI: 10.3403/01728104u
5. *ASTM D955 Standard Test Method of Measuring Shrinkage from Mold Dimensions of Thermoplastics*. DOI: 10.1520/d0955-00
6. *ASTM D1238 Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer*. DOI: 10.1520/d1238
7. Apalkova G.D. Viscoplastic Properties of Heterogeneous Compositions During their Mixing and Regularities of their Change. Innovations in the Field of Mixing Facilities. Bulletin of the South Ural State University. Ser. Food and Biotechnology, 2014, vol. 2, no. 2, pp. 35–40. (in Russ.)
8. *Sistemy kachestva. Mezhdunarodnye standarty ISO serii 9000* [ISO 9000 Quality management systems], in 3 volumes. Moscow, 1997.
9. Zedginidze I.G. *Planirovanie eksperimenta dlya issledovaniya mnogokomponentnykh sistem* [Experiment planning for the research of multiple-component systems]. Moscow, Nauka Publ., 1976. 390 p.
10. Balykin V.P. Zum Einfluss der Mischbedingungen auf die Bildung der Bidemittelschicht in Kohlenstoff-Pech-Kompositionen. *Freiberger Forschungshefte: Vorträge zum Berg- und Hüttenmännischen Tag 1990 in Freiberg*. Leipzig, 1992, pp. 118–129.
11. Kinlokh A. *Adgeziya i adgezivy: nauka i tekhnologii* [Adhesion and Adhesives: science and technology]. Transl. from English. Moscow, Mir Publ., 1991. 484 p.

**Galia D. Apalkova.** Doctor of Sciences (Engineering), Professor of the Department of Food Production Expertise and Quality Control of the Institute of Economics, Trade and Technology, South Ural State University (Chelyabinsk), apalkova@yandex.ru

Received 5 May 2016

### ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Апалькова, Г.Д. К вопросу вязкопластических характеристик гетерогенных композиций в процессе их смешивания / Г.Д. Апалькова // Вестник ЮУрГУ. Серия «Пищевые и биотехнологии». – 2016. – Т. 4, № 2. – С. 30–35. DOI: 10.14529/food160204

### FOR CITATION

Apalkova G.D. On Visco-Plastic Characteristics of Heterogeneous Compositions in the Process of their Mixing. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Food and Biotechnology*, 2016, vol. 4, no. 2, pp. 30–35. (in Russ.) DOI: 10.14529/food160204