



## Propozycja szybkiej metody oznaczania wody w wybranym produkcie tłuszczowym typu margaryna

The proposition of fast method for water determination in selected fat product of margarine type

Małgorzata  
KOWALSKA

Sławomir  
JANAS

### Streszczenie

Jednym z parametrów określających jakość tłuszczów czy tłuszczowych produktów spożywczych jest zawartość wody. Celem pracy jest pokazanie alternatywnej metody oznaczania wody w produktach tłuszczowych. Zawartość wody dla wybranej margaryny zbadano metodą znormalizowaną. Tłuszcz suszono z wykorzystaniem pumeksu jako podłoża w temperaturze 102°C. Otrzymano zawartość wody w margarynie 19,33%. Następnie tę samą próbkę suszono, wykorzystując wagosuszkę. Zastosowano przy tym dwa typy podłoża nośnego: pumeks oraz piasek kwarcowy. Zawartość wody jaką otrzymano z wykorzystaniem wagosuszarki to 19,83% (podłoże – pumeks), 19,30% (podłoże – piasek). Porównano również całkowity czas potrzebny na zrealizowanie jednostkowego badania, który dla metody znormalizowanej wynosił średnio 3 godziny, dla metody z wykorzystaniem wagosuszarki – 27 minut (podłoże – pumeks) i 17 minut (podłoże – piasek kwarcowy).

### Słowa kluczowe

margaryna, zawartość wody, proces suszenia, wilgotność, wagosuszkarka

### Summary

One of the parameters determining the quality of the fat or fat content of food fatty products is water. The aim of this work is to show an alternative method of moisture (water) content determination in products containing fats. Moisture content in chosen margarine sample was tested using standard. Margarine was dried using pumice stone as a bottom in temperature 102°C. Obtained moisture content in margarine was 19,33%. Next, the same sample was dried using moisture analyzer. Two types of drying surface were used: pumice stone and high silica sand. Moisture content determined using moisture analyzer was 19,83% (using pumice stone) and 19,30% (using high silica sand). The realization (complete time) of single test took 3 hours for standard method, 27 minutes (pumice stone) and 17 minutes (high silica sand) using moisture analyzer.

### Keywords

margarine, content of water, drying process, humidity, moisture analyser

## Wprowadzenie

Parametry jakościowe oraz użytkowe wielu produktów spożywczych są zależne od zawartości wody w gotowym produkcie [2]. Informacja o jej wartości pozwala na określenie kilku ważnych cech gotowego produktu takich jak, np. stabilność mikrobiologiczna w czasie, czystość, spełnienie wymagań prawnych lub branżowych, możliwość zastosowania w procesie technologicznym itd. Tym samym informację o zawartości wody, jaka znajduje się w próbce, można wykorzystywać w wielu różnych aspektach, również i tych prawnych.

W tłuszczowych produktach spożywczych bądź samych tłuszczach obecność wody wpływa bezpośrednio na jakość tych produktów. Niektórzy autorzy również twierdzą, że nasiona roślin oleistych charakteryzujące się wysoką wilgotnością należy uznać jako niedoskonałe, czyli jakościowo nieodpowiednie

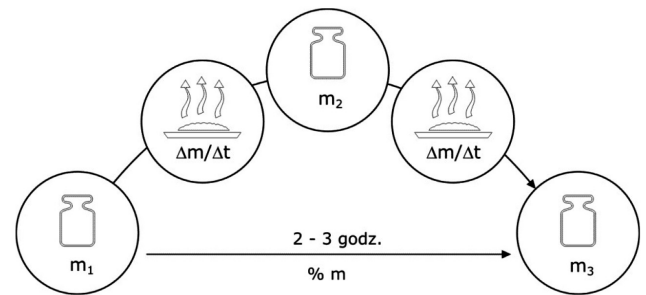
do procesu technologicznego, w wyniku którego otrzymuje się docelowo olej [14]. Według tych samych autorów nasiona takie są źródłem zachodzących w nim przemian hydrolytycznych i oksydacyjnych, a tym samym przyczyniają się do otrzymania oleju niskiej jakości, charakteryzującego się niską stabilnością oksydacyjną. Inni autorzy twierdzą, że obecność wody w tłuszczu przyczynia się do hydrolyzy tych związków, a więc zmniejszeniem właściwej frakcji triacyloglicerolowej z jednoczesnym wzrostem takich związków jak mono i diacyloglicerole oraz wolne kwasy tłuszczowe [5]. Znajomość tego parametru zatem pozwala na ocenę jakościową produktu tłuszczowego pod względem technologicznym, żywieniowym, a także aplikacyjnym.

Przeprowadzanie badań dotyczących zawartości wody w tłuszczowym produkcie spożywczym ma na celu uzyskanie informacji dokładnej, precyzyjnej, powtarzalnej. Niejednokrotnie oznacza to

długi czas badania. Jednak postępowanie takie jest zgodne z procedurami i przepisami, które stanowią normy, standardy czy też akty normatywne dotyczące danego produktu. Ogólnie można wymienić kilka etapów podczas postępowania analitycznego. Są to: pobór próbki, przygotowanie do analizy, pomiar, opracowanie wyników, sprawozdanie (raport). Biorąc pod uwagę oznaczanie zawartości wody w produktach czy substratach spożywczych, mamy do czynienia z tymi samymi czynnościami, które w całości pozwalają uzyskać wynik ostateczny. W skład badania zawartości wody wchodzi takie czynności, jak: pobranie próbki, przygotowanie próbki do suszenia, suszenie w ustalonych warunkach oraz dosuszanie. Niestety, często tego rodzaju oznaczenie wymaga bardzo długiego czasu – rzędu 2–3 godzin [7,10]. Proces pobrania i przygotowania próbki może wymagać jej rozdrobnienia, homogenizacji lub innej czynności zalecanej przez normę. Naczynia wagowe są suszone do uzyskania stałej masy, a następnie stabilizowane termicznie do warunków otoczenia. Zalecany czas suszenia próbki analitycznej – jak wspomniano wcześniej – wynosi kilka godzin, jednak może on być dłuższy, jeżeli po tym okresie nie uzyskuje się stabilności masy końcowej próbki [7]. Pewnym alternatywnym rozwiązaniem są tzw. metody techniczne, które skracają czas analizy do około 1–2 godzin [8]. Są to metody stosowane przez laboratoria oceniające zawartość wody dla próbek pobranych bezpośrednio z produkcji. Wiedza taka pozwala często technologom na szybką reakcję i niedopuszczenie do uzyskania wadliwego produktu bądź produktu o zdecydowanie krótszym terminie przydatności do spożycia. Zatem umiejętne sterowanie procesem poprzez odpowiednie kontrole międzyprocesowe jest możliwe tylko wtedy, kiedy wynik takiej kontroli otrzymujemy szybciej niż w standardowych oznaczeniach laboratoryjnych. Przedstawione powyżej rozwiązania wymagają nie tylko biegłości i znajomości badanego produktu, ale przede wszystkim odpowiedniego zaplecza technicznego. W bardzo ogólnym ujęciu proces taki składa się z dwukrotnego ważenia i suszenia oraz procesu dosuszania. Zaproponowane rozwiązanie przedstawia rysunek 1.

Zasadniczą wadą takiego rozwiązania jest konieczność posiadania dwóch niezależnych systemów, które muszą działać dokładnie. Jest to waga, czyli urządzenie działające w zakresie pomiaru masy próbki, oraz suszarka laboratoryjna, działająca w zakresie dokładności i stabilności temperatury suszenia. Poza tym, istotnym elementem świadczącym o spójności pomiarowej tych dwóch wspólnie działających systemów są charakterystyki zastosowanych urządzeń, czyli świadectwa wzorcowania wydane przez laboratorium akredytowane.

Alternatywnym systemem stosowanym przez wielu użytkowników dla oznaczeń zawartości wody jest wagosuszarka. Łączy ona w sobie obie cechy poprzednio opisanego rozwiązania, mierząc masę próbki w czasie jej suszenia. Jest to urządzenie mobilne o niedużych



Rys. 1. Ogólny schemat badania zawartości wody próbki metodą znormalizowaną

Źródło: opracowanie własne

Legenda:

$m_1$  – masa początkowa próbki analitycznej

$m_2$  – masa próbki analitycznej po pierwszym suszeniu

$m_3$  – masa próbki analitycznej po dosuszeniu

$\%m$  – zawartość wody w próbce analitycznej

$\Delta m/\Delta t$  – zmiana masy próbki analitycznej podczas jej ogrzewania

gabarytach, w którym najczęściej element grzewczy jest zabudowany ponad szalką wagi. Pozwala to w trybie ciągłym ważyć i ogrzewać próbkę, a na podstawie uzyskanych wyników wyliczyć zawartość wody, według poniższej zależności:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100 \%$$

gdzie:

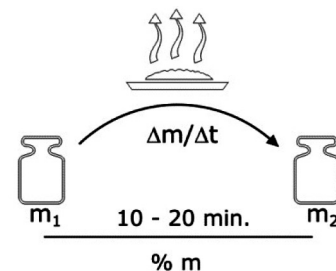
$w$  – zawartość wody w próbce

$m_1$  – masa początkowa próbki

$m_2$  – masa końcowa próbki

Na rysunku 2. przedstawiono schematycznie zasadę działania wagosuszarki.

W przypadku wagosuszarki ciepło jest transmitowane do próbki poprzez promieniowanie oraz ogrzewanie konwekcyjne. Pozwala to znacznie skrócić czas suszenia nawet do 50% względem metod znormalizowanych, które wykorzystują tylko ogrzewanie konwekcyjne [9]. Z tego też powodu wielu użytkowników metod znormalizowanych i technicznych zastępuje je znacznie krótszymi metodami



Rys. 2. Schemat działania wagosuszarki

Źródło: opracowanie własne

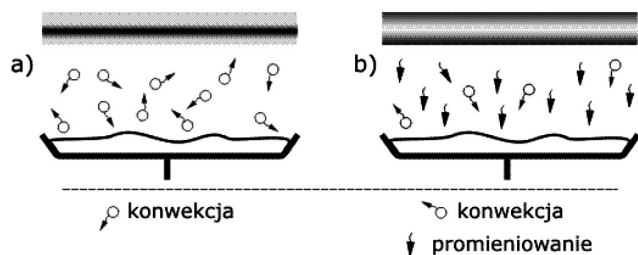
Legenda:

$m_1$  – masa początkowa próbki analitycznej

$m_2$  – masa końcowa próbki analitycznej

$\%m$  – zawartość wody w próbce analitycznej

$\Delta m/\Delta t$  – zmiana masy próbki analitycznej podczas jej ogrzewania



Rys. 3. Transmisja ciepła do próbki

Źródło: opracowanie własne

wykorzystującymi jako narzędzie wagosuszarkę. W bardzo ogólnym ujęciu obydwa systemy (znormalizowany oraz wagosuszarka) wydają się być do siebie podobne (ważenie, suszenie, ważenie). Kierując się tymi zasadami, część użytkowników przenosi parametry suszenia z metody normatywnej do wagosuszarki. Często prowadzi to do uzyskiwania wyników nieoczekiwanych, niepożądanych, jak również takich, które dyskwalifikują produkt. Obserwowane odchylenia w uzyskiwanych wynikach są głównie efektem odmiennej konstrukcji obydwu systemów pomiarowych, a co za tym idzie – innych mechanizmów w dostarczaniu ciepła do próbki, głównie promieniowania podczerwonego IR lamp grzejnych [8]. Na rysunku 3. przedstawiono różnice pomiędzy transmisją ciepła na sposób konwekcyjny (a) oraz skojarzony konwekcyjny z promieniowaniem (b). Próbką (a), suszona według zaleceń normatywnych, otrzymuje ciepło wyłącznie poprzez konwekcję, więc ogrzewa się powoli – od warstw powierzchniowych do wnętrza. Natomiast próbka (b), suszona przez wagosuszarkę, jest penetrowana przez promieniowanie podczerwone, co znacznie przyspiesza proces usuwania wody z próbki.

Świadomość takich zależności jest konieczna dla uzyskiwania wyników dokładnych, czyli takich, na podstawie których można określać jakość produktu. Wszelkie wątpliwości w tym zakresie należy wyjaśniać, wykorzystując procedurę walidacji, która jest

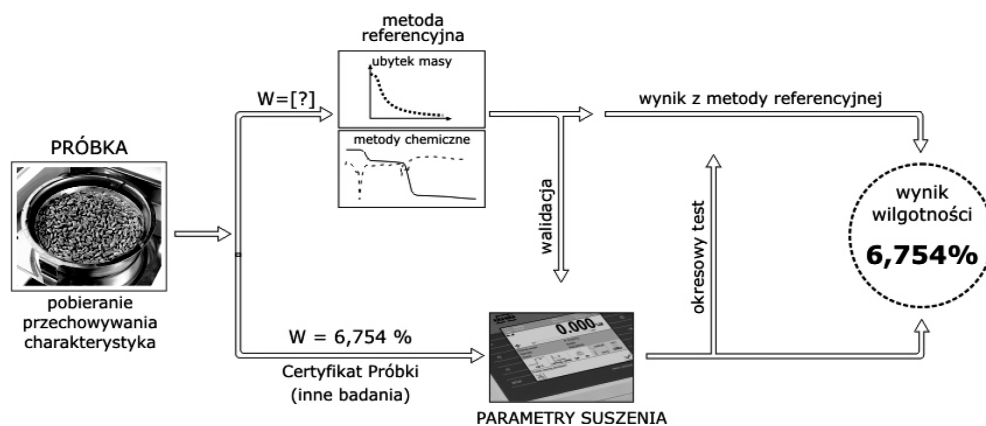
koniecznością, wówczas gdy w miejsce metod znormalizowanych wprowadza się wagosuszarki.

## Walidacja systemów pomiarowych

Walidację definiuje się jako działanie mające na celu potwierdzenie w sposób udokumentowany i zgodny z założeniami, że procedury, procesy, urządzenia, materiały, czynności i systemy rzeczywiście prowadzą do zaplanowanych wyników [3]. Przyjmuje się, że najważniejszym, ale zarazem chyba najtrudniejszym aspektem tego procesu, jest tzw. „zaplanowany wynik”. W odniesieniu do pomiarów wilgotności, zaplanowany rezultat to wynik pokazujący „rzeczywistą” zawartość wody w próbce, czyli taki, który uzyskano za pomocą metod znormalizowanych. Chcąc zatem wykonać poprawnie proces walidacji dla wagosuszarki, należy znać rezultat oczekiwany. Zazwyczaj jest on efektem badań, aczkolwiek może być to wartość pobrana z certyfikatu próbki. W przypadku gdy znana jest wartość referencyjna zawartości wody w próbce, użytkownik wagosuszarki powinien dążyć do tzw. optymalizacji. Poprzez szereg prób ustala się takie parametry suszenia, dzięki którym uzyskany wynik jest zbliżony z wynikiem referencyjnym. Praktycznie dla każdego produktu lub grupy produktów należy przeprowadzić ten proces. Może to być kłopotliwe dla tych, którzy oceniają nie jeden produkt, ale całą gamę wyrobów o zróżnicowanym składzie. Niestety wielu użytkowników wagosuszarek nie zauważa tego problemu w takim aspekcie. Rodzi to szereg problemów jakościowych i funkcjonalnych, które prawie zawsze trafiają do Laboratorium Badawczego producenta. Laboratorium ustala z potencjalnym klientem (partnerem) zakres badań dotyczących próbek oraz możliwe do zastosowania metody normatywne. W przypadkach gdy takowe nie istnieją, wykorzystuje się ogólną wiedzę na temat produktu, dobierając odpowiednią metodę suszenia, na którą składa się nie tylko proces suszenia, ale również sposób pobrania i przygotowania próbki. Jest to pierwszy etap, który w sposób obiektywny

daje informację o rzeczywistej ilości wody w analizowanej próbce. Uznaje się go również jako punkt wyjściowy dla procesów suszenia, jakie mogą być wykonywane za pomocą wagosuszarki. Traktuje się to jako „zaplanowany wynik”, czyli taki, który powinno się uzyskać w wyniku walidacji metody suszenia (Rys. 4).

Z rysunku nr 4 wynika, że proces walidacji może wykorzystywać informacje będące wynikiem badania



Rys. 4. Schemat walidacji metody suszenia dla wagosuszarki

Źródło: opracowanie własne

próbki referencyjnej lub informację pochodzące z certyfikatu tej próbki. Preferuje się zazwyczaj to pierwsze rozwiązanie. Informacja o zawartości wody, jaką podaje certyfikat, powinna być uzupełniona o nazwę metody, jaka była zastosowana podczas badania.

## Materiał

W pracy wykorzystano margarynę typu MR o zawartości tłuszczu 80%, produkcji krajowej ZT Kruszwica, która jest dostępna w powszechnej sieci dystrybucji.

## Metoda badania normatywnego

W próbce oznaczono zawartość wody zgodnie z wytycznymi normy [10]. Odpowiednio przygotowane próbki były suszone wraz z pumeksem w temperaturze 102°C. Wraz z badaną próbką przeprowadzono badanie dla tzw. „próby ślepej”. Celem przeprowadzenia badania ślepej próby było wyeliminowanie wpływu higroskopijności pumeksu na wynik oznaczenia. Pumeks został wykorzystany jako podłoże, na którym suszona była próbka. Zawartość wody została wyliczona z poniższej zależności:

$$w_m = \frac{(m_2 - m_4) - (m_1 - m_3)}{(m_2 - m_0)} \times 100 \%$$

gdzie:

$w_m$  – zawartość wody w próbce, wyrażona jako ułamek masy w procentach

$m_0$  – masa przygotowanego naczynia w gramach

$m_1$  – masa przygotowanego naczynia, użytego w próbie „ślepej” przed suszeniem w gramach

$m_2$  – masa próbki analitycznej i naczynia przed suszeniem w gramach

$m_3$  – masa naczynia użytego w próbie „ślepej” po suszeniu w gramach

$m_4$  – masa próbki analitycznej i naczynia po suszeniu w gramach

## Metoda wagosuszkowa

Urządzeniem, które wykorzystano w czasie badań była wagosuszarka serii MAR 110.R2 produkcji Radwag Wagi Elektroniczne, Radom, Polska. Z informacji producenta wynika, że działka elementarna dla pomiaru wilgotności (zawartości wody) wynosi 0,001%, temperatura suszenia posiada możliwość regulacji w zakresie od 40°C do 160°C z interwałem 1°C, a masa próbki jest analizowana w sposób ciągły w całym cyklu pomiarowym. W początkowej fazie badań zastosowano taką samą metodę suszenia jak w metodzie znormalizowanej [10]. Jako podłoże dla badanej próbki użyto pumeksu w ilości około 20 g, który wstępnie suszono w wagosuszarce MAR 110.R2 do uzyskania stałej masy. Na wstępnie wysuszonym podłożu umieszczono próbkę margaryny i suszono ją w temperaturze 105°C przy wybranym

kryterium zakończenia 1 mg/60 sekund. Na tym etapie badań sprawdzono również dynamikę chłonięcia wilgoci przez wysuszony pumeks. Wysuszoną próbkę umieszczono na szalce wagi analitycznej, której działka elementarna wynosiła 0,1 mg. W trybie ciągłym z interwałem 10 sekund rejestrowano automatycznie zmienność masy próbki.

## Rezultaty i dyskusja wyników

Zawartość wody w badanej próbce sprawdzono z wykorzystaniem trzech metod. W każdej z nich mierzono zmiany masy próbki suszonej w stałej temperaturze 102°C–105°C. Otrzymano zbieżność wyników w zakresie zawartości wody w produkcie (Tabela 1).

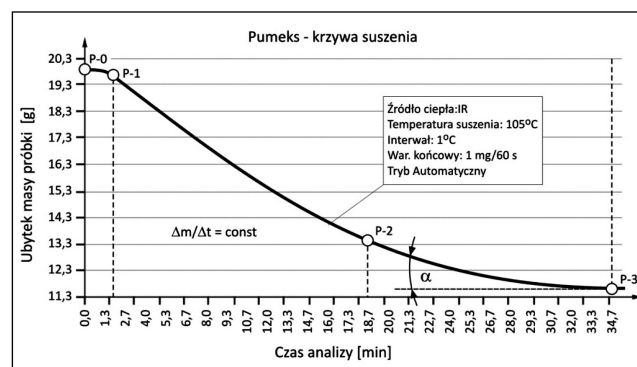
Tabela 1. Zestawienie wyników zawartości wody oraz czasów suszenia

|                    | PN-EN ISO 3727-1 | Wagosuszarka MAR 110.R2 (podłoże granulowany pumeks) | Wagosuszarka MAR110.R2 (podłoże piasek kwarcowy) |
|--------------------|------------------|--|--|
| Zawartość wody [%] | 19,33            | 19,83  | 19,30  |
| Czas analizy [min] | 150–180          | 27   | 17   |

Źródło: opracowanie własne

Badanie normatywne wykazało, że zawartość wody w margarynie wynosi 19,33%. Otrzymany wynik przyjęto jako wartość referencyjną dla dalszych testów z wykorzystaniem wagosuszkarki. Zastosowanie w metodzie wagosuszkowej pumeksu jako podłoża nośnego wymagało jego wstępnego suszenia. Średni czas suszenia pumeksu za pomocą wagosuszkarki w temperaturze 102°C wynosił 34 minuty, przy średniej zawartości wody 42,52%. Ubytek masy pumeksu w trakcie jego suszenia przedstawiono na rysunku 5.

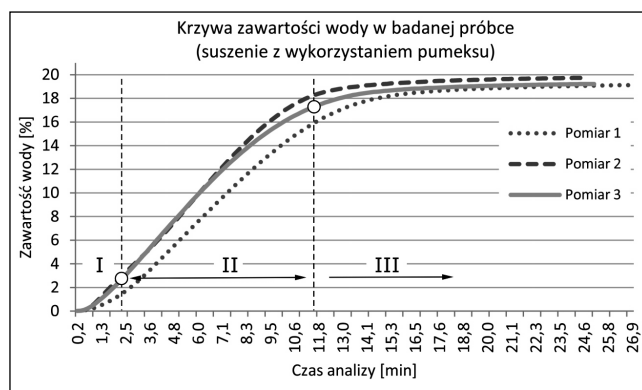
W początkowej fazie suszenia (krzywa w zakresie P-0, P1) zaobserwowano niewielkie nachylenie krzywej suszenia. Wynikało ono z małej ilości energii cieplnej, jaka została dostarczana w tym czasie



Rys. 5. Krzywa suszenia pumeksu

Źródło: opracowanie własne





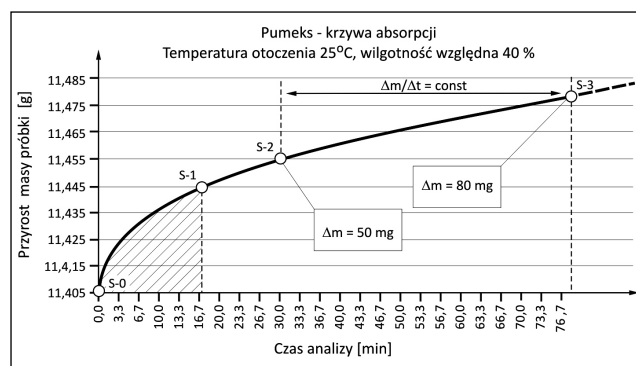
Rys. 6. Krzywa suszenia próbki margaryny z wykorzystaniem pumeksu jako podłoża nośnego

Źródło: opracowanie własne

do próbki, a także istotne znaczenie miał proces nagrzewania powierzchni próbki. Część energii emitowanej przez element grzewczy jest absorbowana również przez elementy konstrukcyjne komory suszenia. Zadana temperatura suszenia jest osiągnięta po czasie około 60 sekund, czyli nieco powyżej punktu P-1. Po przekroczeniu punktu P-1 zaobserwowano znaczne zwiększenie dynamiki oddawania wilgoci z próbki. Proces ten można przyspieszyć, zwiększając temperaturę suszenia. Istnieje jednak realne niebezpieczeństwo częściowego spalania próbki, uzyskanie stałej masy końcowej próbki okazałoby się wtedy niemożliwe. W zakresie punktów P-1, P-2 zaobserwowano stałą zmianę masy próbki w czasie. Jest to okres, w którym usuwana jest największa ilość wody z próbki. Poniżej punktu P-2 zaobserwowano zmianę charakteru krzywej suszenia. Przebieg krzywej kształtem przypominał linię prostą. Rejestrowany ubytek masy w założonych odstępach czasu był coraz mniejszy. Punkt P-3 krzywej suszenia to punkt, w którym nastąpił koniec procesu suszenia, w którym uzyskano stałą masę próbki. Pojęcie stałości masy oznacza niezmiennosc jej masy w zakresie 1 mg w czasie 60 sekund. Jest to warunek zakończenia procesu suszenia określany przez opcję Auto zakończenia nr 3 wagosuszarki.

Na wstępnie wysuszonym podłożu (pumeksie) umieszczono około 5 g badanej próbki, którą następnie poddano procesowi suszenia wg przyjętego schematu: profil suszenia standardowy, temperatura suszenia 105°C, warunki zakończenia procesu suszenia jako kontrola zmiany masy 1 mg w czasie 60 sekund. Otrzymano średni wynik zawartości wody w badanej próbce 19,83%. Czas analizy, przy założonych powyżej parametrach suszenia, wyniósł około 27 minut. Przebieg tego procesu przedstawiono na rysunku 6.

Na podstawie uzyskanych wyników (krzywych suszenia) stwierdzono, że cały cykl badania składał się z trzech etapów. Na wykresie oznaczono je symbolami I, II, III. W początkowym okresie suszenia (I) zaobserwowano niewielkie opóźnienie w procesie uwalniania wody. Wynikało to z czasu, jaki był



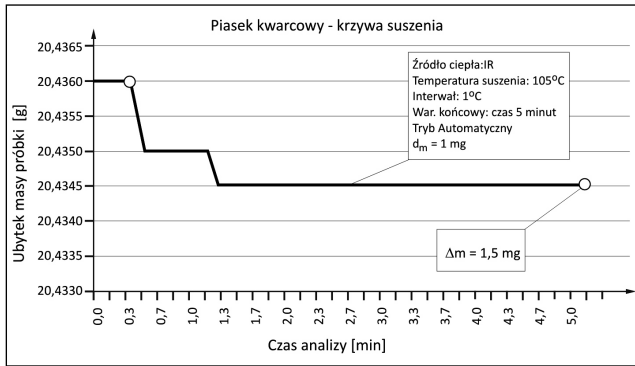
Rys. 7. Krzywa absorpcji wilgotności przez wysuszony pumeks

Źródło: opracowanie własne

potrzebny do zwiększenia temperatury powierzchni próbki do takiego stanu, w którym można już rejestrować ubytki masy. W obszarze oznaczonym jako (II) zaobserwowano ustaloną dynamiką uwalniania wody, co pozwalało sądzić, że próbka jest ogrzewana równomiernie, a jej temperatura osiągnęła ustalony stan termiczny. W ostatnim etapie suszenia (III) zaobserwowano duży spadek dynamiki uwalniania wody aż do momentu ustalenia stabilności masy końcowej dla ustalonego warunku, tzn. 1 mg/60 sekund.

Stwierdzono, że całkowity czas analizy wyniósł około 60 minut, głównie w wyniku suszenia wstępnego pumeksu. Wyeliminowanie tego etapu pozwoliłoby na znaczne skrócenie całkowitego czasu analizy. Warunkiem koniecznym było zatem sprawdzenie stabilności masy wysuszonego pumeksu w czasie. Zrealizowano to poprzez automatyczny pomiar jego masy z interwałem 10 sekund. W czasie około 70 minut zarejestrowano przyrost masy w wielkości 80 mg. Dynamikę tego procesu przedstawiono na rysunku 7.

Punkt S-0 wskazywał początek procesu absorpcji, względem którego rejestrowano kolejne przyrosty masy próbki. Na podstawie wyznaczonej krzywej absorpcji stwierdzono, że po czasie około 17 minut (krzywa między punktami S-0, S-1) następowała stabilizacja szybkości absorpcji. Krzywa wyznaczona punktami S-1, S-2, S-3 cechowała się stałym przyrostem masy próbki. Dla tego zakresu stwierdzono stałą wartość wzrostu masy próbki w czasie jako 0,2 mg/10 sekund. Taka dynamika utrzymywała się w całym okresie badania pomiędzy punktami S-1, S-3. Obserwacja krzywej absorpcji w pobliżu punktu końcowego S-3 pozwoliła stwierdzić, że proces ten nie miał tendencji do stabilizacji. Można przypuszczać, że czas jego trwania mógł osiągać wartość godzin. Znaczne ograniczenie tego zjawiska można otrzymać poprzez umieszczenie i przechowywanie próbki w zamkniętym pojemniku. Pozornie wydaje się to rozwiązanie za wystarczające, jednak należy zaznaczyć, że nie eliminuje ono całkowicie efektu absorpcji wilgoci przez podłoże (pumeks). Suszenie próbki docelowej na niecałkowicie suchym podłożu powoduje niestety zafałszowanie



Rys. 8. Krzywa suszenia piasku kwarcowego

Źródło: opracowanie własne

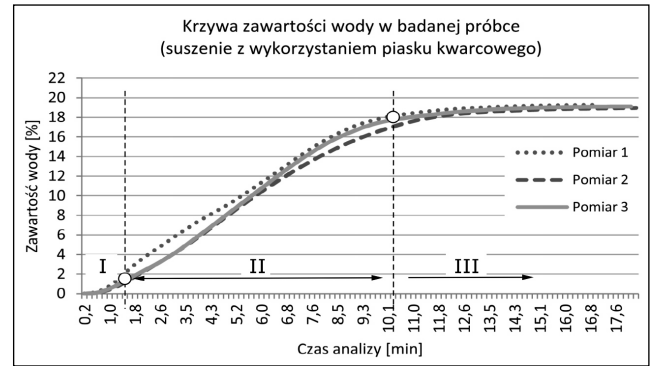
wyniku końcowego, dlatego suszenie wstępne pumeksu jest koniecznością. Poza aspektem czysto metrologicznym (błąd pomiaru) należy stwierdzić, że istnieje również aspekt ekonomiczny. Dotyczy on czasu niezbędnego na wysuszenie pumeksu oraz energii, którą należy dostarczyć w tym celu.

Alternatywnie taką samą analizę zrealizowano, zmieniając typ podłoża z pumeksu na piasek kwarcowy, niewykazujący cech higroskopijności. Poprawność tego założenia sprawdzono poprzez suszenie masy około 20 g piasku w czasie 5 minut. Wyniki z tego badania przedstawiono na rysunku 8.

Działka elementarna dla pomiaru masy wagosuszarki wynosiła 1 mg, natomiast całkowity ubytek masy próbki około 20 g piasku kwarcowego suszonego w temperaturze 105°C w czasie 5 minut wynosił tylko 1,5 mg. Krzywa suszenia już po czasie około 90 sekund miała wartość stałą, a rejestrowany ubytek masy piasku kwarcowego mógł wynikać ze zjawisk cieplnych, jakie występują wewnątrz komory suszenia (efekt unoszenia szalki). Z wykresu zaobserwowano, że możliwe jest utrzymanie stabilności masy próbki (piasku) podczas jego ogrzewania. To z kolei prowadzi do wniosku, że suszenie wstępne piasku jako podłoża nie jest konieczne, co pozwala skrócić całkowity czas badania próbki margaryny.

Dla tak przygotowanego i zrealizowanego eksperymentu, proces suszenia margaryny na piasku kwarcowym wynosił 17 minut. Średnia zawartość wody wyniosła 19,30% (Rys. 9).

Na podstawie rysunku 9. stwierdzono, że proces suszenia składa się z trzech etapów, podobnie jak w przypadku, gdy podłożem nośnym był pumeks. Zauważono również, że istnieje dość wyraźna różnica w czasach suszenia. W przypadku gdy podłożem był piasek kwarcowy, to czas suszenia wynosił około 17 minut, czyli był krótszy o 10 minut względem podłoża, jakim był pumeks. Analizując wyniki zawartości wody przedstawione na wykresie 8 i 9, stwierdzono, że są one ze sobą zbieżne, niezależnie od użytego podłoża nośnego. W trakcie badań uzyskano czasy odpowiednio 17 minut oraz 27 minut. Tak krótki (względem metody znormalizowanej) czas analizy wynika z zastosowania



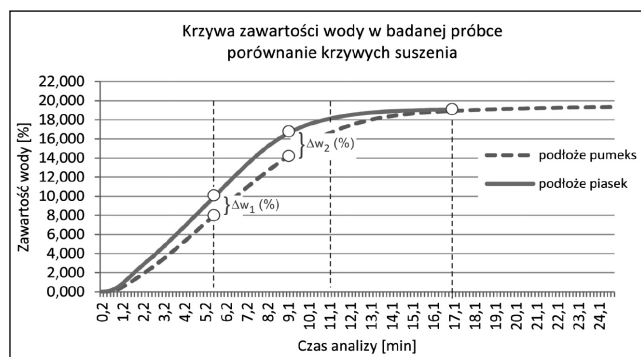
Rys. 9. Krzywa suszenia margaryny z wykorzystaniem piasku kwarcowego jako podłoża nośnego

Źródło: opracowanie własne

innego czynnika przeniesienia ciepła do próbki. Dominującym w tym przypadku jest promieniowanie podczerwone, które powoduje szybsze nagrzewanie całej objętości próbki [4]. Drugim aspektem jest dynamika narastania temperatury wnętrza komory suszenia. Po upływie około 90 sekund osiąga ona docelową wartość, tj. 105°C. Pomimo tego samego źródła ciepła, zaobserwowano różnice w dynamice narastania krzywych suszenia margaryny w przypadku zastosowania podłoża pumeksu i piasku kwarcowego (Rys. 10).

W początkowej fazie suszenia zaobserwowano dużą dynamikę uwalniania wilgoci z próbki. Jest to związane z dużą ilością energii, jaka była dostarczana do powierzchni próbki. Z upływem czasu krzywa suszenia traci swoją dynamikę, głównie z powodu mniejszej dawki energii, jaką emituje wagosuszarka oraz znacznie mniejszej ilości wody, która pozostaje w próbce. Pomimo tej samej temperatury suszenia próbki zaobserwowano, że dla techniki z użyciem piasku uzyskano większą dynamikę narastania krzywej suszenia niż dla techniki z użyciem pumeksu. Różnica w wynikach zawartości wody  $Dw_1$  oraz  $Dw_1$  mierzonej w tym samym momencie wyniosła około 2%. Zdaniem autorów było to efektem lepszej absorpcji ciepła przez podłożę z piasku kwarcowego.

Najdłuższy czas suszenia stwierdzono dla metody znormalizowanej PN-EN. W tej metodzie próbka była ogrzewana tylko poprzez konwekcyjny ruch powietrza. Do podobnych rezultatów doszli autorzy A. Wiktor i in. [12], którzy stwierdzili, że proces suszenia miąższu jabłka jest dłuższy o 48%, niż wykorzystując suszenie kombinowane. Podobne zależności podaje D. Witrova [13] dla suszenia ziemniaka, marchwi i jabłka. Wynik zawartości wody w margarynie, jaki otrzymuje się metodą znormalizowaną, uznaje się za dokładniejszy względem wyników uzyskiwanych innymi metodami. Jednakże czas, w jakim otrzymuje się ten wynik, jest niestety znacznie dłuższy, co nie pozwala na zastosowanie tej metody do szybkich oznaczeń próbek pobranych bezpośrednio z produkcji [1]. Suszenie próbek metodą konwekcyjną cechuje się najdłuższym czasem,



Rys. 10. Porównanie krzywych suszenia margaryny przy zastosowaniu różnego typu podłoża nośnego

Źródło: opracowanie własne

co wynika ze sposobu transmisji ciepła w obrębie próbki [6,11]. Zastosowanie do oznaczenia zawartości wody wagosuszarki znacznie skraca czas suszenia, co jednocześnie uatrakcyjnia metodę, czyniąc ją ekonomicznie zasadną. Badając zawartość wody w margarynie według metody podanej w normie PN-EN ISO 3727-1, otrzymano 19,33%. Metodą alternatywną z użyciem wagosuszarki oraz podłoża z pumeksu otrzymano zawartość wody 19,83%, a dla podłoża z piasku kwarcowego 19,30%. Otrzymane wartości są zbliżone z wynikiem referencyjnym. Poprzez serię testów można doprowadzić do lepszej optymalizacji metodyki suszenia dla wagosuszarki.

## Podsumowanie

Zaproponowana metodyka (zamiana podłoża: z pumeksu na piasek kwarcowy) pozwala znacznie skrócić czas suszenia, do około 17 minut. Jest to rozwiązanie preferowane jako docelowe dla tego typu testów. Elementy zmienne przy porównywaniu metod leżą tylko i wyłącznie po stronie wagosuszarki, co jest przedmiotem tzw. optymalizacji parametrów suszenia. Poprzez serię testów można wypracować taką metodykę, głównie w zakresie temperatury suszenia oraz kryterium zakończenia procesu suszenia, która pozwoli uzyskiwać dokładniejsze wyniki w krótszym czasie – około 13 minut. Udowodniono, że metoda oznaczania zawartości wody za pomocą wagosuszarki może być używana w miejsce metody znormalizowanej PN-EN 3727-1.

W pracy wykazano, że dokładność metody wagosuszarkowej – rozumianej jako zbliżność jej wyniku z wynikiem otrzymanym metodą znormalizowaną – jest wystarczająca. Uzyskanie dokładniejszych wyników zaproponowaną metodą wymaga zmiany parametrów suszenia podczas przeprowadzania walidacji metody.

Potwierdzono, że podczas testów powinno się stosować podłoża z piasku kwarcowego, celem zwiększenia czynnej powierzchni parowania badanej próbki. Pumeks uznano jako podłoże o wysokiej

higroskopijności, co narzucało prowadzenie wstępnego suszenia w przypadku wagosuszarki i jednocześnie generowało dłuższy cykl pomiarowy.

Metoda oznaczania wilgoci wykorzystująca wagosuszarkę dla przykładowego produktu tłuszczowego jest metodą wiarygodną, krótką, powtarzalną. Zdaniem autorów jest to narzędzie, które śmiało można wykorzystywać przy szybkich międzyprocesowych czy końcowych oznaczeniach jakościowych dla spożywczych produktów tłuszczowych.

**Dr hab. inż. Małgorzata Kowalska (mkowalska7@vp.pl) – prof. nadzw. UTH Radom, Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny w Radomiu, Wydział Materiałoznawstwa, Technologii i Wzornictwa, Katedra Chemii, mgr inż. Sławomir Janas – Laboratorium Badawcze firmy Radwag Wagi Elektroniczne**

## Bibliografia

- [1] Biłska Agnieszka, Krystyna Krysztofiak, Piotr Komorowski. 2002. „Zastosowanie spektroskopii odbiciowej w zakresie bliskiej podczerwieni do oznaczania zawartości wody w maśle”. *Technologia Alimentaria* 1 (2): 109-113.
- [2] Czechowska-Liszka Maria. 2005. „Badanie i ocena jakości różnych rodzajów masła dostępnego na rynku”. *Zeszyty Naukowe Akademii Ekonomicznej w Krakowie* 678: 177-187.
- [3] Dziennik Ustaw 1979. 2015. Rozporządzenie Ministra Zdrowia w sprawie wymagań Dobrej Praktyki Wytwarzania.
- [4] Grdzelišvili Gulnara, Pavel Hoffman. 2013. „Infrared drying of appleslices” *Inżynieria Przetwórstwa Spożywczego* 1 (4): 2013.
- [5] Kowalska Małgorzata, Anna Zbikowska, Bolesław Kowalski. 2014. „The properties of water based emulsions formed from enzymatically interesterified blends of mutton tallow and rapeseed oil”. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 91: 1703-1710.
- [6] Kowalski Stefan, Joanna Łechtańska, Dominik Mierzwa. 2013. „Aspekt jakościowy suszenia hybrydowego owoców wiśni”. *Inżynieria i Aparatura Chemiczna* 52 (5): 439-440.
- [7] Kumirska Jolanta, Marek Gołębiowski, Monika Paszkiewicz, Anna Bychowska. 2010. Skrypt z ochrony środowiska, „Analiza żywności”. Wydawnictwo Uniwersytetu Gdańskiego.
- [8] Nowak Dorota. 2005. „Promieniowanie podczerwone jako źródło ciepła w procesach technologicznych”. *Przemysł Spożywczy* 59 (5-6): 2005.
- [9] PN-A-74252. 1998. Wyroby i półprodukty ciastkarskie. Metody badań.
- [10] PN-EN ISO 3727-1. 2004. Masło. Oznaczenie zawartości wody, suchej masy beztłuszczowej i tłuszczu.
- [11] Samborska Katarzyna. 2004. Praca doktorska: „Wpływ procesu suszenia rozpyłowego na degradację preparatu  $\alpha$ -amylazy z *Aspergillus oryzae*”. Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego, Wydział Technologii Żywności.
- [12] Wiktor Artur, Małgorzata Nowacka, Magdalena Śledź, Magdalena Selke, Dorota Witrowa-Rajchert. 2012. „Kinetyka suszenia konwekcyjnego wspomaganego ogrzewaniem mikrofalowym mięszu jabłka – dobór modelu matematycznego”. *Nauki inżynierskie i technologie* 4(7): 2012.
- [13] Witrowa-Rajchert Dorota. 2009. Ekspertyza „Nowe trendy w suszeniu żywności”. Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji, Wydział Nauk o Żywności, SGGW.
- [14] Wroniak Małgorzata, Aleksandra Ptaszek, Katarzyna Ratusz. 2013. „Ocena wpływu warunków tłoczenia w prasie ślimakowej na jakość i skład chemiczny olejów rzepakowych”. *Żywność. Nauka. Technologia. Jakość* 1 (86): 92-104.