

УДК: 637.073:534.2

Аспирант В.Е. Мерзликин

(Воронеж. гос. ун-т. инж. технол.) кафедра информационных и управляющих систем.
тел. (473) 255-38-75

E-mail: rebrikov-vgta@rambler.ru

Graduate V.E. Merzlikin

(Voronezh state university of engineering technologies) Department of information and control systems. phone (473) 255-38-75

E-mail: rebrikov-vgta@rambler.ru

Исследование связи статистических моментов массового распределения жировой фазы и релаксационных спектров молочных продуктов

Investigation of the relationship of the statistical moments of the fat phase mass distribution and relaxation spectra of dairy products

Реферат. В статье рассмотрены вопросы по поиску оптимальных параметров контроля параметров процесса гомогенизации молочных продуктов. Приводится теоретическое обоснование связи времени релаксации жировой фазы и коэффициента затухания ультразвуковых колебаний в молочных продуктах. Предложено по измеренным акустическим свойствам молока осуществлять переход к распределениям масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям. Проведены исследования по доказательству предложенной гипотезы. Проведена процедура морфологического анализа образцов гомогенизированного молока при различном давлении, а также негомогенизированного. В результате чего получены гистограммы распределения жировых шариков в зависимости от давления гомогенизации. Параллельно, над теми же образцами, осуществлены акустические исследования по получению частотных характеристик модуля потерь в зависимости от давления гомогенизации исследуемого образца. Для дальнейших исследований обоснован выбор метода аппроксимации полученных зависимостей с использованием статистических моментов распределений. Получены параметры аппроксимации для распределения жировых шариков и модуля потерь в зависимости от давления гомогенизации. Далее осуществлялась проверка гипотезы о связи параметров аппроксимации распределения жировых шариков и модуля потерь в зависимости от давления гомогенизации. Корреляционный анализ показал явную зависимость первого и второго статистического момента распределения величин от давления гомогенизации. Полученная зависимость согласуется с физическим смыслом первых двух моментов статистического распределения. Выполнен корреляционный анализ зависимости статистических моментов распределения жировых шариков от моментов модуля потерь. По результатам которого сделан вывод о возможности ультразвукового контроля степени гомогенизации и распределения масс жировых шариков молочных продуктов.

Summary. The article deals with the search for optimal parameter estimation of the parameters of the process of homogenization of dairy products. Provides a theoretical basis for relationship of the relaxation time of the fat globules and attenuation coefficient of ultrasonic oscillations in dairy products. Suggested from the measured acoustic properties of milk to make the calculations of the mass distribution of fat globules. Studies on the proof of this hypothesis. Morphological analysis procedure carried out for homogenized milk samples at different pressures, as well as homogenized. As a result of research obtained distribution histogram of fat globules in dependence on the homogenization pressure. Also performed acoustic studies to obtain the frequency characteristics of loss modulus as a function of homogenization pressure. For further research the choice of method for approximating dependences is obtained using statistical moments of distributions. The parameters for the approximation of the distribution of fat globules and loss modulus versus pressure homogenization were obtained. Was carried out to test the hypothesis on the relationship parameters of approximation of the distribution of the fat globules and loss modulus as a function of pressure homogenization. Correlation analysis showed a clear dependence of the first and second statistical moment distributions of the pressure homogenization. The obtained dependence is consistent with the physical meaning of the first two moments of a statistical distribution. Correlation analysis was carried out according to the statistical moments of the distribution of the fat globules from moments of loss modulus. It is concluded that the possibility of ultrasonic testing the degree of homogenization and mass distribution of the fat globules of milk products.

Ключевые слова: молочные продукты, гомогенизация молочных продуктов акустические свойства, массовое распределение, аппроксимация.

Keywords: dairy products, homogenization of dairy products, acoustic properties, distribution of mass, approximation.

© Мерзликин В.Е., 2015

Молочные продукты представляют собой суспензию, в которой нерастворимые частицы жира находятся во взвешенном состоянии [1]. Таким образом, существует возможность использовать стандартные иммерсионные способы осуществления ультразвуковых исследований свойств жидких сред [2, 3].

Распространяющиеся в среде акустические волны создают последовательно чередующиеся адиабатические сжатия и разрежения среды, сопровождающиеся изменением температуры и соответствующим смещением равновесия химических реакций. В областях сжатия и разрежения возникают локальные отклонения от термодинамического равновесия, которые не приводят (в случае звуковых колебаний малых амплитуд) к фазовым переходам. Так как среда стремится вернуться в состояние термодинамического равновесия, возникают релаксационные процессы. Они приводят к поглощению энергии акустических волн. В этом случае скорость убывания амплитуды (избыточного давления ΔP) плоской волны будет характеризоваться коэффициентом поглощения α , который в общем случае зависит от частоты ω ($\omega = \frac{1}{2}\pi T$, где T – период волны) [4].

При релаксации фазовая скорость c волны также зависит от ω , то есть наблюдается дисперсия скорости звука. В области высоких частот T намного меньше времени релаксации τ , звуковые колебания не успевают изменить состояние среды, и при $\omega \rightarrow \infty: c \rightarrow c_\infty$. А при низких частотах $T \gg \tau$ термодинамическое равновесие среды успевает установиться и скорость звука будет меньше ($\omega \rightarrow 0: c \rightarrow c_0$). Максимальное изменение скорости наблюдается в дисперсионной области при частоте релаксации $\omega_p = \frac{1}{2}\pi\tau$ [4].

Измерения и исследования зависимостей $c(\omega)$ и $\alpha(\omega)$ реализуются методами акустической спектроскопии.

Очевидно, что времена релаксации тесно связаны как со строением вещества, так и с составом, а также количеством элементарных релаксирующих единиц и их свойствами (массой, формой взаимным влиянием друг на друга).

В случае исследования молока, представляющего собой суспензию жира в воде, структурными единицами будем считать жировые шарики и их скопления, соединенные между собой (представляющее собой единое целое с точки зрения поглощения энергии акустической волны).

Для того что бы непрерывно получать оценки такого показателя качества исследуемой среды как среднее время релаксации всех вовлекаемых в колебательное движение структурных единиц или плотность спектра времен релаксации, характеризующую распределение этих структурных единиц по их времени релаксации, необходимо осуществлять изменение частоты воздействия в ходе измерений.

Поскольку функция плотности спектра времен релаксации входит в действительную и мнимую части модуля упругости достаточно иметь информацию об одном из компонентов модуля. Для жидкостей удобнее использовать модуль потерь E'' . Одним из способов приближенного аналитического описания спектра времен релаксации по известному спектру $E''(\omega)$ показан в [5].

Таким образом, для определения дискретного спектра времен релаксации, т.е. множества значений $H(\tau_i)$, необходимо измерить множество значений $E''(\omega_i)$. Значение модуля потерь может быть рассчитано по измеренным акустическим параметрам: коэффициенту затухания и скорости распространения ультразвука.

Интерпретация значений времени релаксации определяет их связь с показателями качества. Поскольку это время показывает инерционность структурного элемента, то в первую очередь оно характеризует его массу. Так же в дисперсной среде колебания под действием акустического импульса сопровождаются диссипативными потерями за счет вязкого трения, то есть связано с размерами, плотностью и «протекаемостью» этих структурных единиц.

В работе [6] показаны подходы к оценке масс, вовлекаемых в колебательное движение по временам их релаксации. Одной из форм связи массы структурного элемента и его времени релаксации является вид:

$$\tau = k \cdot m^\beta \quad (1)$$

где k – коэффициент пропорциональности; β – показатель степени, близкий по значению к показателю степени, характеризующему влияние молекулярной массы растворов полимеров на его вязкость.

Таким образом, измерение распределения акустических свойств молока по частоте, оценка по ним функции плотности спектра времен релаксации, а затем переход от времен релаксации к массам частиц позволяют осуществлять оперативный контроль распределения масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям.

Совокупность приведенных выше соображений и зависимостей позволяет получить основу для вывода уравнений, описывающих зависимость распределения масс жировых шариков по фракциям от частотного спектра акустических свойств измеряемой среды. Если вид распределения масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям не известен заранее необходимо использовать минимизацию отклонений значений частотного спектра и соответствующих значений релаксационного спектра от распределения масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям в каждой точке. При этом необходима оперативная информация о функции спектра $H(\tau)$. Таким образом, будет решаться обратная задача. Если же существуют соображения о характере распределения масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям и структуре аппроксимирующей зависимости, то можно решать полуобратную задачу, и минимизация отклонений будет вестись по параметрам аппроксимирующей спектр функциональной зависимости.

Для построения такой расчетной схемы следует осуществить параллельное исследование как акустических свойств молока и молочных продуктов, так и распределения масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям. А также разработку математической модели, формализующей системную связь распределения масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям с частотными распределениями акустических свойств молока и молочных продуктов.

Для проведения дальнейших исследований выполнены следующие действия:

1. Осуществлена микросъемка образцов молока с разной глубиной обработки на гомогенизаторе и получено множество $R = \{R_{ij}, i = \overline{1, M}, j = \overline{1, N}\}$, где i – номер пикселя по горизонтали, j – номер пикселя по вертикали. Получен ряд образцов молока с давлением гомогенизации 30, 60, 90, 120, 150, 180 МПа, а также негомогенизированное.

2. Проведена процедура морфологического анализа изображения и получено множество $Sp = \{Sp_k, k = \overline{1, K} : \forall Sp_k = \{Xr_k, Yr_k, D_k\}\}$ выделенных объектов, соответствующих жировому шарiku, где k, Xr_k, Yr_k, D_k – порядковый номер, координаты и диаметр шарика.

3. Построены гистограммы, описывающие распределение жировой фазы по массам в исследуемом объеме (рисунок 1).

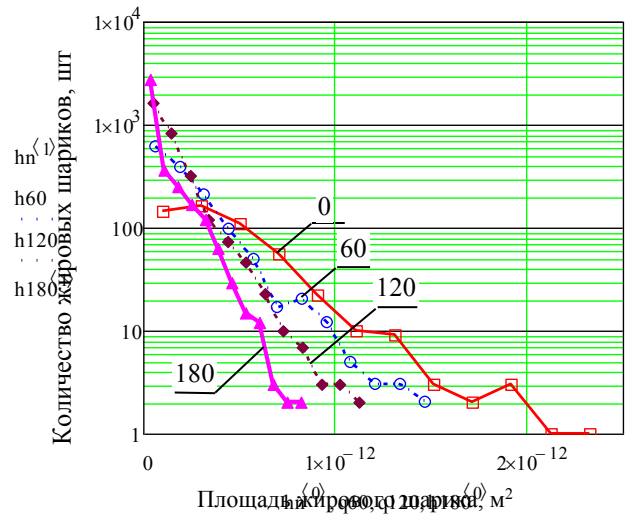


Рисунок 1. Гистограмма распределения жировой фазы в молоке в зависимости от давления гомогенизации.

4. Проведен ультразвуковой анализ этих же образцов молока в частотном диапазоне от 0,6 до 20 МГц и построены частотные характеристики модуля потерь $E''(\omega)$ (рисунок 2).

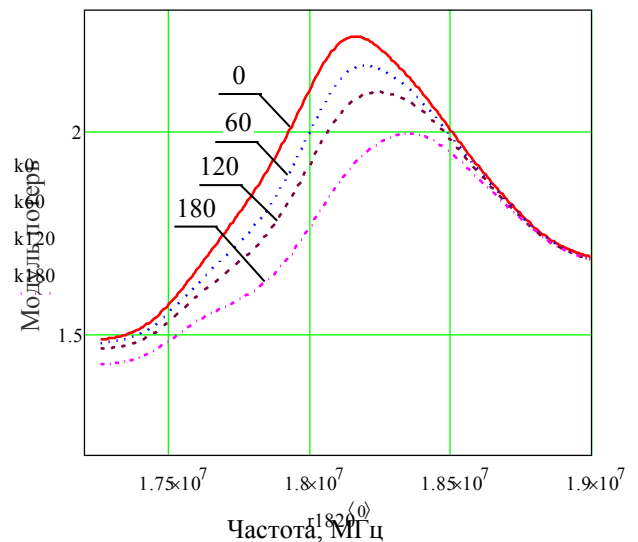


Рисунок 2. Модуль потерь $E''(\omega)$ в зависимости от давления гомогенизации.

5. Построена аппроксимирующая это распределение функция $f(m)$ для формирования модели непрерывной зависимости данных для дальнейших исследований.

Поскольку спектр времен релаксации теоретически начинается с нуля и заканчивается в нуле, проходит через один экстремум и вид спектра заранее неизвестен, то для его моделирования предложено использование статистические моменты распределения [7] $\mu_1, \mu_2, \mu_3, \mu_4$ – центральные моменты распределения величины:

$$\mu_k = \sum_{i=1}^n (\tau_i - \mu_1)^k \cdot H(\tau_i), \quad (2)$$

где k – порядок момента; n – количество точек.

Преимущество данного подхода заключается в том, что моменты распределения имеют физический смысл: μ_1 – показывает относительное расположение распределения на числовой оси; μ_2 – показывает разброс распределения около среднего значения; μ_3 – является характеристикой симметрии распределения; μ_4 – в распределении является коэффициентом эксцесса.

6. Изучена корреляция плотности спектра времен релаксации и аппроксимирующих гистограммы функций.

С использованием экспериментальных данных рассмотрим изменение параметров аппроксимирующей функции в зависимости от

давления гомогенизации молока, которые представлены в таблицах 1, 2.

Для проверки тесноты линейной связи между значениями параметров аппроксимации и давлением гомогенизации необходимо определить коэффициент корреляции [8]:

$$r = \frac{n \sum_{i=1}^n x_i y_i - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) \left(\sum_{i=1}^n y_i \right)}{\sqrt{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2} \cdot \sqrt{n \sum_{i=1}^n y_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n y_i \right)^2}}, \quad (3)$$

где n – объем выборки, (x_i, y_i) – пары соответствующих чисел.

Выполним проверку значимости коэффициента корреляции, для этого воспользуемся правилом [8]: коэффициент корреляции r значимо (существенно) отличается от нуля, если:

$$|t| = \frac{|r| \sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}} > t_{1-\alpha; k}, \quad (4)$$

где $t_{1-\alpha; k}$ – табличное значение t -критерия Стьюдента, определенное на уровне значимости α при числе степеней свободы $k = n-2$.

Т а б л и ц а 1

Зависимость параметров аппроксимации и коэффициента корреляции для коэффициента УЗ затуханий в молоке от давления гомогенизации

Параметр аппроксимации	Давление гомогенизации							Коэф-т корреляции	Критерий Стьюдента	
	0	30	60	90	120	150	180		Расч.	Табл.
μ_1	18,154	18,156	18,158	18,159	18,161	18,164	18,168	0,981	15,169	2,570
μ_2	0,229	0,23	0,232	0,232	0,234	0,235	0,238	0,977	13,745	
μ_3	$-6,8 \times 10^{-3}$	$-7,6 \times 10^{-3}$	$-8,8 \times 10^{-3}$	$-9,3 \times 10^{-3}$	-0,01	-0,011	-0,013	-0,982	-15,597	
μ_4	0,102	0,102	0,103	0,104	0,105	0,106	0,107	0,988	19,19	

Таблица 2

Зависимость параметров аппроксимации и коэффициента корреляции для площади жировых шариков в молоке от давления гомогенизации

Параметр аппроксимации	Давление гомогенизации							Коэф-т корреляции	Критерий Стьюдента	
	0	30	60	90	120	150	180		Расч.	Табл.
μ_1	0,421	0,285	0,216	0,165	0,135	0,11	0,085	-0,944	-8,583	2,570
μ_2	0,114	0,073	0,042	0,033	0,018	0,012	0,01	-0,927	-7,415	
μ_3	0,074	0,038	0,019	0,013	$5,9 \times 10^{-3}$	$5,9 \times 10^{-3}$	$3,5 \times 10^{-3}$	-0,881	-5,586	
μ_4	0,11	0,042	0,017	$9,3 \times 10^{-3}$	$3,7 \times 10^{-3}$	$1,9 \times 10^{-3}$	$1,19 \times 10^{-3}$	-0,82	-4,298	

Анализируя полученные значения коэффициента корреляции (таблицы 1, 2), можно сделать вывод о зависимости таких параметров аппроксимации как первый момент (μ_1), от давления гомогенизации. Что также вытекает из физического смысла данных параметров. При повышении давления жировые шарики разбиваются сильнее [1, 2], что на гистограмме распределения выражается смещением основ-

ной массы к меньшим значениям. И с уменьшением размера частиц повышается частота, на которой они вносят наибольший вклад в затухание ультразвуковых колебаний.

Для выбора параметров, отражающих зависимость коэффициента ультразвуковых затуханий в молочных продуктах от площади жировых шариков, выполним корреляционный анализ всех параметров распределения (см. таблицу 3).

Т а б л и ц а 3

Корреляция параметров аппроксимации
для площади жировых шариков (S) в молоке
и коэффициента УЗ затуханий (KЗ)

Параметр аппрок- симации	Коэффициент корреляции / Критерий Стьюдента			
	$\mu_1 S$	$\mu_2 S$	$\mu_3 S$	$\mu_4 S$
$\mu_1 KЗ$	-0.888 / -4.318	-	-	-
$\mu_2 KЗ$	-	-0.873 / -4.002	-	-
$\mu_3 KЗ$	-	-	0.83 / 3.327	-
$\mu_4 KЗ$	-	-	-	-0.727 / -2.368

Из полученных данных видно, что наиболее тесную связь имеют первые два момента (μ_1 , μ_2), что говорит о целесообразности их использования и вытекает из физического смысла (первому моменту соответствует средний размер

жировых шариков, и частота, на которой происходит максимальное затухание ультразвуковых колебаний, второй момент показывает разброс значений размера жировых шариков и диапазон частот у максимальных значений).

Полученные экспериментальные данные и расчеты позволяют сделать вывод о возможности реализации ультразвукового способа непрерывного контроля не только усредненной степени гомогенизации молока и молочных продуктов, но и параметров распределения масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям.

Для дальнейших исследований необходимо разработать математическую модель, формализующую системную связь распределения масс жировых шариков по массовым или объемным фракциям с частотными распределениями акустических свойств молока и молочных продуктов.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Твердохлеб Г.В., Сажинов Г.Ю., Раманускас Р.И. Технологии молока и молочных продуктов. М.: ДеЛи принт, 2006. 616 с.
- 2 Tetra Pak Processing Systems AB // Молочное дело. 1995. 440 с.
- 3 Крусъ Г.Н. и др. Технология молока и молочных продуктов. М.: Колосс, 2003. 315 с.
- 4 Радж Б., Радженжран В., Паланичами П. Применение ультразвука. М.: Техносфера, 2006. 576 с.
- 5 Битюков В.К. и др. Оценка показателей качества полимера по частотному спектру модуля упругости // Системы управления и информационные технологии. 2008. № 1.1(31). С. 124-126.
- 6 Перепечко И.И. Акустические методы исследования полимеров. М.: Химия, 1973. 296 с.
- 7 Крамер Г. Математические методы статистики. М.: Мир, 1975. 658 с.
- 8 Кендалл М., Стюарт А. Теория распределений. М.: Наука, 1966. 588 с.

REFERENCES

- 1 Tverdokhle G.V. Sazhinov G.Yu., Ramanauskas R.I. Tekhnologiya moloka i molochnykh produktov [Technology of milk and dairy products]. Moscow: DeLi print Publ., 2006. 616 p. (In Russ.).
- 2 Tetra Pak Processing Systems AB. *Molochnoe delo*. [Dairy case], 1995, 440 p. (In Russ.).
- 3 Krus' G.N., Khrantsov A.G., Volokitina Z.V., Karpichev S.V. Tekhnologiya moloka i molochnykh produktov [Technology of milk and dairy products]. Moscow, Koloss, 2003, 315 p. (In Russ.).
- 4 Radzh B., Radzhenzhran V., Palanichami P. *Primenenie ul'trazvuka* [The application of ultrasound]. Moscow, Tekhnosfera, 2006. 576 p. (In Russ.).
- 5 Bitukov V.K., Tikhomirov S.G., Khvostov A.A., Khaustov I.A. et al. Estimation of the polymers quality indicators using the frequency spectrum of the loss modulus. *Sistemy upravleniya i informatsionnye tekhnologii*. [Control systems and information technologies], 2008, no. 1.1(31), pp. 124-126. (In Russ.).
- 6 Perepechko I.I. Akusticheskie metody issledovaniya polimerov [Acoustic methods of investigation of polymers]. Moscow, Khimiya, 1973. 296 p. (In Russ.).
- 7 Kramer G. Matematicheskie metody statistiki [Mathematical methods of statistics]. Moscow, Mir, 1975, 658 p. (In Russ.).
- 8 Kendall M., Stuart A. *Teoriya raspredelenii* [Theory of distributions]. Moscow, Nauka, 1966, 588 p. (In Russ.).