



УКРАЇНА

(19) UA (11) 58627 (13) C2  
(51) 7 A23G1/00,3/00, A23D7/00,9/00МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ РЕГУЛЮВАННЯ ОТВЕРДІННЯ І/АБО КРИСТАЛІЗАЦІЇ КАКАО ОЛІЇ АБО ХАРЧОВОГО ПРОДУКТУ, ЩО МІСТИТЬ КАКАО ОЛІЮ, ТА ТВЕРДИЙ ПРОДУКТ, ЩО МІСТИТЬ КАКАО ОЛІЮ (ВАРІАНТИ)

1

(21) 2001075219  
(22) 06 12 1999  
(24) 15 08 2003  
(86) PCT/EP99/09567, 06 12 1999  
(31) 9828228 8  
(32) 21 12 1998  
(33) GB  
(46) 15 08 2003, Бюл. № 8, 2003 р.  
(72) Бекетт Стівен Томас, GB  
(73) СОСЬЄТЕ ДЕ ПРОДЮІ НЕСТЛЕ С А, СН  
(56) RU C1 2025981 09 01 95  
(57) 1 Спосіб регулювання отвердіння і/або кристалізації какао олії або харчового продукту, що містить какао олію, під впливом магнітного поля, який відрізняється тим, що магнітне поле використовують для того, щоб одержати какао олію у формі V або форми VI безпосередньо з рідкої фази.  
2 Спосіб за п 1, який відрізняється тим, що магнітне поле одержують за допомогою постійного магніту, або електромагніту чи магнітного поля, що

2

генерує радіочастоти.  
3 Спосіб за п 1 або п 2, який відрізняється тим, що магнітне поле застосовують до какао олії або харчового продукту, що містить какао олію, під час отвердіння і/або кристалізації, або використовують для обробки рідкої чи частково застиглої какао олії або продукту, що містить какао олію, перед завершенням кристалізації.  
4 Спосіб за п 1, який відрізняється тим, що харчовий продукт, який містить какао олію, являє собою шоколад.  
5 Твердий продукт, що містить какао олію, у якому какао олія була одержана безпосередньо з рідкої фази в кристалічній формі VI, мінаючи будь-яку іншу кристалічну форму.  
6 Твердий продукт, що містить какао олію, у якому какао олія була одержана безпосередньо з рідкої фази в кристалічній формі VI, мінаючи будь-яку іншу кристалічну форму та без додавання затравочних кристалів.

Даний винахід стосується технологічної обробки, більш конкретно, процесів отвердіння і/або кристалізації жирів або жиромісних продуктів.

Жири у твердій або кристалічній формі широко використовуються у харчових продуктах, і форма, в якій жир стверджений або кристалізований, може впливати на властивості харчового продукту. Деякі жири є поліморфними, наприклад, вони здатні стверджуватися в декількох кристалічних формах, і ці кристалічні форми можуть чинити важливий вплив на властивості харчового продукту. Наприклад, поліморфічним є какао олія та описані шість її кристалічних форм (див. Talbot in Industrial Chocolate Manufacture and Use (Ed. Beckett), 1994, частина 11). Форма V більш прийнятна при виготовленні шоколаду, тому що ця форма олії какао надає шоколаду ламкість, необхідну консистенцію, а також глянець. Однак згодом форма V перетворюється в форму VI, через яку на шоколаді з'являється білий наліт, відомий як "посивіння" шоколаду.

У WO 98/30108 описані способи виготовлення шоколаду, які зводять до мінімуму підвищення

в'язкості, пов'язане з темперуванням шоколаду. Спосіб включає внесення засобу, який відіграє роль затравки, в розплавлений шоколад і, відповідно до одного варіанта процесу, цей затравочний агент може містити значні кількості поліморфної форми VI какао олії, незважаючи на те, що прямі докази впливу форми кристалів какао олії на одержуваній у кінцевому результаті продукт відсутні. У промисловості проводити отвердіння шляхом внесення як затравку твердого жиру важко, і на виробництві найчастіше використовуються скребкові теплообмінники безперервної дії (див. Nelson in Industrial Chocolate Manufacture and Use (Ed. Beckett), 1994, частина 12), конструкція яких відносно складна і потребує спостереження за критичною температурою.

Час від часу досліджувався вплив магнітних полів на проходження хімічних процесів. У 1930-і роки було висловлене припущення про те, що застосування магнітного поля може видаляти накип з трубопроводів для води, але за відсутності переконливого пояснення цього ефекту про нього довго сперечалися протягом багатьох років, поки він

(13) C2

(11) 58627

(19) UA

не був експериментально підтверджений майже через 50 років (Donaldson, Tube International, January 1988, 39, а також Grimes, Tube International, March 1988, 111) Припускають, що вплив магнітних полів на осадження і кристалізацію в неорганічних системах, таких як карбонат кальцію і фосфат цинку, полягає в утворенні центрів кристалізації, а ефект зменшення утворення накипу або навіть видалення накипу, який вже утворився, є, очевидно, результатом змін в розчинності даної неорганічної сполуки

Стосовно органічних речовин, було встановлено, що при кристалізації бензофенону в сильному магнітному полі напрямком поздовжньої осі утворених голчастих кристалів був майже строго перпендикулярним напрямку магнітного поля (Katsun et al, Chemistry Letters, 1996, 607-608)

Що стосується органічної речовини більш складної будови, то при полімеризації волокон в магнітному полі був виявлений значний ступінь орієнтування, і це наводило на думку про можливий вплив на згортання крові *in vivo* (Yamagishi et al, J Phys Soc Jpn, 58(7), 2280-2283 (1989)) У більш пізньому повідомленні було припущено, що застосування магнітного поля може впливати на коефіцієнт селективності у процесах каталітичної із застосуванням Ni-каталізатора гідрогенізації жирів, таких як кунжутна і соєва олії (Jart JAOCs, 75(4), 615-617(1997))

Повідомлялося про експерименти, відповідно до яких пропускання розчину сахарози через магнітне поле, очевидно, зменшує температуру (точку) кипіння розчину, хоча зниження точки кипіння відзначалося також і для дистильованої води і для води, що зливається Магнітне поле чинило також вплив на в'язкість та поверхневий натяг розчину сахарози, але різноманітні ефекти, що проводилися, не були пропорційні напруженості магнітного поля (Bisheng et al, Int Sugar Jnl, 98, 73-75 (1996)) Було також висловлене припущення, що застосування магнітного поля може зменшувати і регулювати утворення накипу на стінках випарного апарата при виробництві цукру з цукрової тростини (Cole & Clarke, Int Sugar Jnl, 98, 71-72 (1996)) Про вплив на самі кристали сахарози не повідомлялося в жодному з вищезгаданих джерел

Повідомлялося також про те, що при випаруванні водного розчину нітрату срібла в магнітному полі твердий осад нітрату срібла, що утворюється, містить винятково міцно зв'язану воду у порівнянні з продуктом, одержаним за відсутності магнітного поля (Ohgaki et al, Chem Eng Sci, 49(6), 911-913 (1994))

Перелічені вище ефекти, одержувані під впливом магнітних полів, що стосуються отвердіння і/або кристалізації, належать головним чином до водних систем і можна припустити, що вони пов'язані з присутністю води Є невеличке число повідомлень (включаючи повідомлення про бензофенон та гідрогенізацію, згадані вище) дослідників, що вивчають вплив магнітних полів на органічні системи, але вони в основному стосуються впливу на розмір кристалів або на процес каталізу

Було несподівано встановлено, що застосування магнітних полів може впливати на отвердіння і/або тип кристалізації систем, які можуть бути

переважно або абсолютно неводними, у яких рідким середовищем є олія Це відкриття може безпосередньо використовуватися при обробці жирів і жиромісних продуктів

Так, зі статті Лапшева Ю А в журналі "Проблеми качества и биологической ценности пищевых продуктов, 1979, Ленинград, сс 210-215, прийнятої як прототип до способу, що заявляється, відомо, що у процесі омагнічування тваринного жиру має місце зміна його температури застигання У іншій статті M Dumitru, "Operating conditions of some liquid crystals in interactions with physical fields" PROCEEDING SPIE-INT SOC OPT ENG, 1998, pages 326-333, Bucharest, Page 326-page 333, прийнятої у якості прототипу до твердого продукту, що заявляється, було розкрито діелектричні властивості деяких сполучень, які поведуться як жидкі кристали, а також виявлення мезофазизму деяких жирних кислот, які властиві біологічній мембрані

З одного боку даний винахід передбачає спосіб регулювання отвердіння і/або кристалізації какао олії або харчового продукту, що містить какао олію, під впливом магнітного поля, який відрізняється тим, що магнітне поле використовують для того, щоб одержати какао олію у формі V або формі VI безпосередньо з рідкої фази Відповідно до винаходу, на обробку какао олії або продуктів, що містять какао олію, чинить позитивний вплив застосування магнітного поля або під час їх отвердіння і/або кристалізації, або вплив магнітним полем на рідкі інгредієнти до отвердіння і/або кристалізації Винахід може використовуватися для обробки жирів і жиромісних продуктів у цілому, але особливо може застосовуватися до поліморфічних жирів Наприклад, у деяких випадках при впливі на отвердіння і/або кристалізацію жирів збережуваність жирів може бути збільшена у результаті того, що утворюються особливо стабільні кристалічні форми жиру

Відповідно до одного варіанта винахід може бути застосований при кристалізації какао олії як інгредієнта такого харчового продукту як шоколад Як вже відзначалося вище, какао олія поліморфічна і форма V переходить згодом в форму VI Раніше не припускали, що можна одержати форму VI безпосередньо кристалізацією рідкої какао олії або продукту, що містить какао олію, такого як шоколад (див Talbot, Physio-Chemical Aspects of Food Processing, 1995, стор 150), але зараз вже встановлено, що це можливе при впливі деяких типів магнітних полів на какао олію перед кристалізацією або під час її проведення

Відповідно до іншого аспекту даний винахід передбачає продукт, що містить какао олію, у твердій формі, причому какао олія була одержана в кристалічній формі VI безпосередньо з рідкої фази, минаючи будь-яку іншу кристалічну форму

Відповідно до ще одного аспекту винахід передбачає продукт, що містить какао олію у твердій формі, причому какао олія була одержана в кристалічній формі VI безпосередньо з рідкої фази, минаючи будь-яку іншу кристалічну форму та без додавання затравочних кристалів

Продуктом, що містить какао олію, може бути, наприклад, шоколад

Крім того, можна відповідно до винаходу використовувати вплив магнітного поля, щоб забезпечити одержання какао олії безпосередньо у кристалічній формі V. Какао олія може входити до складу продукту, такого як, наприклад, шоколад.

Використання магнітних полів для впливу на кристалізацію забезпечує більший ступінь регулювання процесу кристалізації, ніж звичайно. Великі простори на шоколадних фабриках, відведені під охолоджувальні тунелі і/або багатоярусні камери для охолодження, де відбувається застигання шоколаду (див. Nelson in *Industrial Chocolate Manufacture and Use* (Ed. Beckett), 1994, частина 13), і витрати на цей простір можуть бути зменшені, якщо можна було зробити так, щоб шоколад тверднув швидше. Відповідно до даного винаходу встановлено, що використання певних магнітних полів може (у залежності від типу та напрямку магнітного поля) істотно підвищити швидкість застигання какао олії. Наприклад, як показано у нижче наведених прикладах, можна викликати прискорення застигання какао олії майже на 40%.

Магнітне поле, яке використовують відповідно до винаходу, може бути застосоване будь-яким шляхом, у тому числі за допомогою постійних магнітів, будь-якого типу електромагнітів (наприклад, змінного електромагнітного поля і ДС електромагнітів) та генеруючих радіочастоти магнітних полів. Магнітне поле може бути застосоване до жирів або жиромісних продуктів, наприклад, у вигляді поля, в яке поміщений цей жир або жиромісний продукт під час отвердіння і/або кристалізації. Або ж магнітне поле може використовуватися для обробки рідкого або частково застиглої жиру чи жиромісного продукту перед закінченням кристалізації. Оптимальне значення напруженості поля для будь-якого конкретного впливу і спосіб застосування магнітного поля може бути визначено у кожному конкретному випадку за допомогою звичайного експериментування. Результат впливу різних типів магнітного поля більш детально обговорюється у дослідях, описаних нижче.

Як вже відзначалося вище, викликає подив, що магнітні поля впливають на кристалізацію жирів. Безвідносно до будь-якої теорії стосовно того, як досягається цей ефект, слід згадати деяке літературне джерело, в якому описується явище, відоме як термодіелектричний ефект, вперше описаний у 1950р (Costa Ribeiro, *Acad Bras Sci An*, 22, 325 (1950)). Коста Ривейро відкрив, що електричні заряди завжди утворюються на поверхні між твердою і рідкою фазою і їх можна спостерігати при зміні фаз. Крім того, переміщення зарядів відбувається при інших змінах фізичного стану, коли одна фаза є твердою.

Відомо, що в розчині камфори в  $\text{CCl}_4$  відбувається поділ зарядів та їх переміщення (Evans, *J Chem Soc Faraday Trans I*, 80, 2343-2348 (1984)). В умовах неоднорідного електричного поля заряди притягуються до поверхні розчину. Зовнішні електричні поля можуть впливати на рідину на поверхні поділу, де діелектрична проникність є піддається різкій зміні і у результаті де не дорівнює нулю, як у глибини розчину. При збільшенні сили поля збільшується сила притягання до поверхні розчину. Якщо поле достатньо сильне, відбувається пробій

(розрив) поверхні, виникають шилоподібні виступи і так відбувається виникнення центрів кристалізації. Якщо сила поля ще більше збільшується, кожний гострий виступ виростає в кристал плоскої бляшкоподібної форми. Відомо, що зародження центрів кристалізації льоду аналогічно зазнає впливу неоднорідних електричних полів. Це є протилежним термодіелектричному ефекту.

Подібні явища мають місце при використанні магнітних полів, тому що магнітні та електричні властивості молекул аналогічні. У молекулах, підданих впливу електричного або магнітного полів, будуть спостерігатися відповідно дипольні моменти або магнітні моменти. Фазові зміни, створювані нерівномірними електричними або магнітними полями, відомі як ефекти Еванса і були відтворені Групою теоретичної статистичної механіки (Evans, *Mat Res Bull*, 24, 1557-1565 (1984)) за умови виконання наступних вказівок.

1 Електричний і магнітний ефекти Еванса залежать від різниці у симетрії рідкої і кристалічної сторін поверхні поділу. Якщо немає розходження у симетрії, то немає ефекту.

2 Поверхня поділу між середовищами з різною симетрією точкових груп, в основному, втягується всередину середовища з меншою симетрією. Тому кристал росте всередину рідини, кристал росте всередину газу і т.д.

3 Такий самий висновок може бути віднесений до точкової групи середовища з кожної сторони поверхні поділу, неточної групи (групи центрів) самих речовин.

У результаті електричні і магнітні ефекти Еванса очікуються у дійсних молекулярних розчинах, суспензіях, колоїдах, агрегованих сумішах і т.д., тобто там, де точкові групи (групи центрів) у середовищі різні з кожної сторони поверхні поділу.

4 Запропонований механізм пояснює факт, що градієнти поля викликають прямо пропорційне притягання за рахунок взаємодії з відповідним молекулярним мультипольним моментом.

5 Аналіз точкової групи (групи центрів) може бути поширений в однаковій мірі і на взаємодії електромагнітних полів з середовищами по обидві сторони поверхні поділу.

Винахід ілюструється наступними описами експериментів, у яких зроблені посилення на нижче наведені креслення.

на фіг 1 схематично зображена установка, що використовується для вивчення кристалізації какао олії,

на фіг 2 показана установка з постійним магнітним полем, що використовується у досліді 2,

на фіг 3 показана установка з ДС електромагнітним полем, що використовується у досліді 3,

на фіг 4 показана установка з АС електромагнітним полем, що використовується у досліді 4,

на фіг 5 показана установка з імпульсним полем, що використовується у досліді 5,

на фіг 6 показана апаратура, що використовується для впливу постійним магнітним полем на розплавлену какао олію,

на фіг 7 показана апаратура, що використовується для впливу ДС електромагнітним полем на какао олію,

на фіг 8 показана апаратура, що використову-

ється для впливу АС електромагнітним полем на какао олію,

на фіг 9 показана установка для впливу змінним магнітним полем на розплавлену какао олію

#### Досліди

Порошкову дифракцію при рентгенівському випромінюванні проводили з використанням Phillips PW1710 дифрактомера з Cu K $\alpha$ -випромінюванням. У дослідях використовували термостати Sanyo MIR 152 і роботами при температурі в межах  $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$  від встановленої. Як обертову мішалку використовували Heidolph RZR 2102 електронну обертову мішалку і PC блок для поверхні поділу при швидкості, встановлюваній в усіх випадках сигналом 2,83 в від приєднаного двигуна. За блок для поверхні поділу використовували Laplace Instruments SPCX-TC, як записуючий пристрій використовували PCXA від Laplace Instruments з м'яким диском.

Частина 1 Кристалізація какао олії під впливом магнітних полів

#### Дослід 1 Контрольний

Для того, щоб досліджувати кристалізацію какао олії, була складена установка, показана на фіг 1

Потужність насадки, встановлена на 2,83в, еквівалентна швидкості перемішування біля 280об/хв. Обертальний момент вимірювався за допомогою сигнального записуючого пристрою і блока поверхні поділу за рахунок напруги, що надходила від обертової мішалки. Какао олію (100мл), поміщену в запайну пробірку для дослідів діаметром 2см, нагрівали при  $80^{\circ}\text{C}$  протягом 1 години на водяній бані. Цю пробірку, що містить розплавлену какао олію, поміщали в термостат А при  $50^{\circ}\text{C}$  з перемішувальною лопаттю, що вставляється в розплавлену какао олію на відстані 1см від дна пробірки, і вмикали струм.

Записуючий пристрій реєстрував зміну обертального моменту кожних 60сек, у той час як термостат А був встановлений для експлуатації у такому циклі:

- 1  $50^{\circ}\text{C}$  протягом 30хв
- 2  $26^{\circ}\text{C}$  протягом 4 годин
- 3  $28^{\circ}\text{C}$  протягом 4 годин
- 4 Коливання між  $26^{\circ}\text{C}$  і  $28^{\circ}\text{C}$  кожних 4 години протягом 24-год періоду

Швидкість охолодження термостата А (не какао олії) з  $50^{\circ}\text{C}$  складала біля  $1^{\circ}\text{C}$  на хвилину у контрольних дослідях та дослідях зі змінними магнітними полями та біля  $0,75^{\circ}\text{C}$  на хвилину в усіх інших експериментах.

Час, витрачений на досягнення максимуму обертального моменту протягом цього періоду, реєструвався і записувався. Пробірку, що містить шлам какао олії, виймали з термостата А і поміщали в інкубатор В (не показаний) при  $20^{\circ}\text{C}$  на 24 години для того, щоб какао олія застигла.

Далі оцінювалися виймання застиглої какао олії з пробірки, візуальне спостереження за структурою та особливості застиглої поверхні какао олії.

Одержаний зразок какао олії піддавали дослідженню на порошковому XRD.

Дослід 2 Кристалізація в постійному магнітному полі

Виконували ту ж саму процедуру, що й у до-

сліді 1, але за присутності постійних магнітів (розташування і сила поля показані на фіг 2) навколо пробірки, що містить какао олію, з подальшим її поміщенням в термостат А. Перемішування і вимір обертального моменту виконували так само, як і раніш. Оцінювали візуально структуру і характеристики поверхні та проводили дослідження проби какао олії, яку одержали, на порошковому XRD.

Дослід 3 Кристалізація в ДС електромагнітному полі

Виконували ту ж саму процедуру, що й у досліді 1, але з тиском ДС електромагніту (встановленим на роботу при 12в і показаних нижче на фіг 3) навколо пробірки під час перемішування розплавленої какао олії в термостаті А. Перемішування і визначення обертального моменту проводилися як звичайно, і відзначали зовнішній вигляд та особливості поверхні какао олії. Для оцінки зразка какао олії, якого було одержано, використовували порошковий XRD.

Дослід 4 Кристалізація в АС електромагнітному полі

Виконували ту ж саму процедуру, що й у досліді 1, але з додаванням АС електромагніту (як показано нижче на фіг 4), встановленого навколо пробірки під час перемішування розплавленої какао олії в термостаті А. Проводили перемішування і визначення обертального моменту та відзначали зовнішній вигляд і особливості поверхні какао олії. Для оцінки зразка какао олії, якого було одержано, використовували порошковий XRD.

Дослід 5 Кристалізація в змінному полі

Виконували ту ж саму процедуру, що й у досліді 1, але з додаванням змінного магнітного поля (див. фіг 5) навколо пробірки, що містить какао олію, під час перемішування розплавленої какао олії в термостаті А. Здійснювали перемішування і визначення обертального моменту і відзначали зовнішній вигляд та особливості поверхні. Для оцінки зразка какао олії, якого було одержано, використовували порошковий XRD.

Для магнітів, використаних у кожному досліді, узагальнена в Таблиці 1.

Таблиця 1

Узагальнення впливу полів, застосованих у дослідях 1-5

Дослід	Тип поля	Частота/сила	Конфігурація
1	Контроль	N/A	N/A
2	Постійні магніти	700-830Гаус	N-S, NH Паралельно на сторонах
3	ДС електромагніт	220-600Гаус	N-S, NH Паралельно на сторонах
4	АС електромагніт	240кГц	По черзі
5	Змінне	100-160кГц	N-S, NH Навколо зразка

N-S - це розташування північ-південь, а NH - неоднорідне

Частина 2 Кристалізація какао олії після магнітної обробки

Дослід 6 Магнітна обробка за допомогою постійних магнітів

Какао олію в запечатаній пробірці діаметром 2,0см нагрівали при 80°C протягом 1 години. Розплавлену какао олію сифонували через кремнієву трубу довжиною 1м і діаметром 4мм зі швидкістю 0,12л на хвилину всередині термостата А при 50°C з пробірки А в пробірку В, як показано на фіг 6

Кремнієва трубка проходить через центр постійних магнітів, показаних на фіг 2

Пробірка В була замінена пробіркою А і навпаки, і процес сифонування повторили. Цей процес повторили ще раз, що призвело у результаті до трикратного пропускання какао олії через поле постійних магнітів

Пробірку, що містить какао олію, піддали потім тим же самим процедурам, що описані у досліді 1. Оцінювали візуально структуру та особливості поверхні какао олії, яку одержали, і досліджували її пробу на порошковому XRD

Дослід 7 Магнітна обробка ДС електромагнітом

Здійснювали ту ж саму процедуру, що й у досліді 6, але із застосуванням ДС електромагніту замість постійних магнітів, як показано на фіг 7. Візуальна структура та особливості поверхні какао олії реєструвалися. Для дослідження проби какао олії, яку одержали, використовували порошковий XRD

Дослід 8 Магнітна обробка АС електромагнітом

Здійснювали ту ж саму процедуру, що й у досліді 6, але із застосуванням АС електромагніту замість постійних магнітів, як показано на фіг 8. Візуальна структура та особливості поверхні реєструвалися. Для дослідження проби какао олії, яку одержали, використовували порошковий XRD

Дослід 9 Магнітна обробка за допомогою змінного магнітного поля. Здійснювали ту ж саму процедуру, що й у досліді 6, з кремнієвою трубою, яку пропускали через центр змінного магніту, як показано на фіг 9. Візуальна структура та особливості поверхні какао олії реєструвалися. Для дослідження проби какао олії, яку одержали, використовували порошковий XRD

Використання магнітів у кожному досліді узгайнено в нижченаведений таблиці 2

Таблиця 2

Узагальнення впливу полів, застосованих у досліді 6-9

Дослід	Тип поля	Частота/сила	Конфігурація
6	Постійні магніти	650G	N-S, NH Паралельно на сторонах
7	ДС електромагніт	220G	N-S, NH Паралельно на сторонах
8	АС електромагніт	240кГц	По черзі

9	змінне	100-180кГц	N-S, NH Тубування через центр
---	--------	------------	----------------------------------

N-S - розташування північ-південь, а NH - неоднорідне

Результати та обговорення

1. Методологія

Метою даного дослідження було продемонструвати, що застосування полів посилює кристалізацію какао олії. Для того, щоб виконати це завдання, була складена система, показана на фіг 1, і підібраний температурний режим, який відповідає стадії темперування при обробці шоколаду, що є необхідною умовою виробництва шоколаду і призводить до поліморфної форми V какао олії

За таких умов легко помітні будь-які зміни форми, а вивчення їх також вельми корисне і з погляду відповідності виробничим перспективам

Обертюва мішалка призначена для перемішування з постійною швидкістю, що відповідає напрузі 2,83в, а РС реєструє будь-які зміни обертового моменту. В термостаті проганяється 24-годинний температурний цикл для того, щоб викликати кристалізацію. Тому, коли починається кристалізація, в'язкість розплавленої какао олії збільшується і момент обертання, затребуваний мішалкою для перемішування какао олії при такій же самій швидкості, збільшується, тобто обертовий момент збільшується у міру підвищення ступеня кристалізації

Різні коливання температури були застосовані до зразків какао олії під час кристалізації, і режим, використаний у даному дослідженні, виявився придатним для одержання форми V какао олії

Стадія 1 - Розплавляють какао олію, щоб зруйнувати в усіх кристалах "пам'ять". Це виконують у запечатаній пробірці, зануреній у водяну баню при 80°C, що забезпечує випаровування води без контакту з какао олією

Стадія 2 - Пробірку з чистою розплавленою какао олією поміщають в термостат при 50°C з перемішуванням для рівномірного розподілу нагріву

Стадія 3 - Температура в термостаті зменшується до 26°C протягом 4 годин для того, щоб викликати кристалізацію. Перемішування є життєво необхідною частиною даного процесу, тому що застосування зусилля зсуву руйнує затравочні кристали какао олії і збільшує їхню кількість всередині розплавленої какао олії, тим самим сприяючи кристалізації

Стадія 4 - Підвищення температури в термостаті до 28°C протягом 4 годин є частиною процесу темперування, що розплавляє усі більш низько розтоплені форми какао олії, залишаючи затравочні кристали форми V

Стадія 5 - Зниження температури термостата знову до 26°C викликає зростання кристалів какао олії форми V на затравочних кристалах, що присутні в розплаві

Стадії 4 і 5 повторюють протягом 24 годин, що призводить до одержання шлам какао олії, непрозорого на вигляд. Перемішування знищує цей шлам какао олії, і пробірку поміщають в другий

термостат, встановлений на 20°C на 24 години, для того, щоб отвердити і стабілізувати какао олію, значною мірою зберігши форму, у якій вона застигла

Частина 1 - Магнітне поле застосовувалося протягом усього періоду перемішування і зберігалося незмінним протягом усього цього часу. Магнітне поле було тому видалене раніше, ніж шлам какао олії був переміщений в другий термостат при 20°C

Частина 2 - Магнітна обробка мала місце при пропусканні розплавленої какао олії через трубку, що проходила через магнітне поле. Попереднє дослідження показало, що ефекти магнітного поля зростають до максимуму при 6 прогонах, тому було обрано 3 прогони, через те що у цьому випадку очікувалися придатні для виміру ефекти. Розплавлена какао олія була потім перемішана за відсутності магнітних полів і для цих зразків використовували температурний режим, що відповідав контрольному, з реєстрацією результатів вимірів обертового моменту

Зовнішній вигляд зразків какао олії, які було одержано, дає досить гарне враження про форму

какао олії, що утворилася відповідно до температурного циклу та використаного магнітного поля. Гладка, рівна жовтого кольору глянцева структура, що просто сяє, майже відповідає добре темперованій формі V какао олії, тоді як білий наліт або тьмяний зовнішній вигляд вказує на присутність менш стабільних форм в какао олії, тобто в основному форм III або IV

Час, необхідний для досягнення максимуму моменту обертання, може бути безпосередньо одержаний на основі визначень моменту обертання, одержаних під час перемішування при постійній швидкості. Зменшення часу, необхідного для досягнення максимального моменту обертання, розглядається як показник кристалізації, що посилюється

Форма какао олії, що утворилася у результаті, може бути визначена порошковою дифракцією в рентгенівських променях, тому що кожна форма (або суміш) може бути ідентифікована за різними характерними зразками

## 2 Результати

### (а) Видима структура

Таблиця 3

Узагальнення зовнішнього вигляду зразків какао олії

Використовуване поле	Дослід	Зовнішній вигляд
Контроль	1	Дуже гладкий, блискучий, жовтий та з глянцем
Постійні магніти	2	Гладкий, блискучий, жовтий та з глянцем
ДС електромагніти	3	В основному, гладкий і глянцева, деякі ділянки з білим нальотом
АС електромагніти	4	Гладкий, блискучий, жовтий та з глянцем
Імпульсне	5	В основному, гладкий і з глянцем, деякі ділянки з білим нальотом
Постійні магніти	6	Дуже гладкий, блискучий і з глянцем, деякі ділянки з білим нальотом
ДС електромагніти	7	Дуже гладкий, блискучий, жовтий та з глянцем
АС електромагніти	8	Гладкий, глянцева, деякі ділянки з білим нальотом
Ппульсуюче	9	Дуже глянцева, гладкий, жовтий і блискучий

(b) Час, який був потрібний для кристалізації

Таблиця 5

Таблиця 4

Загальні результати за часом, який був потрібний для досягнення максимуму обертового моменту відповідно до визначень

Використовуване поле	Дослід	Час, потрібний для кристалізації, (години)
Контроль	1	21
Змінні магніти	2	15
ДС електромагніти	3	16
АС електромагніти	4	19
Імпульсне	5	16
Постійні магніти	6	14
ДС електромагніти	7	14
АС електромагніти	8	13
Імпульсне	9	17

(c) Результати порошкової рентгенівської дифракції

Узагальнення даних за порошковою рентгенівською фракцією

Використовуване поле	Дослід	Форма какао олії
Контроль	1	100% форми V
Постійні магніти	2	100% форми V
ДС електромагніти	3	25 % форми VI, 75 % форми V
АС електромагніти	4	100% форми V
Імпульсне	5	20 % форми VI, 80 % форми V
Постійні магніти	6	100% форми V
ДС електромагніти	7	100% форми VI
АС електромагніти	8	100% форми V
Імпульсне	9	100% форми VI

## 3 Обговорення

Візуальні спостереження проб какао олії наведені в Таблиці 3, поданій вище

Чітко видно розходження у пробах какао олії, одержаних при кристалізації різних при різних ти-

пах полів, як і очікувалося, контроль (Дослід 1) дав гладку блискучу і глянцевою какао олію (форма V) У більшості випадків зразок какао олії одержували аналогічної якості, однак були і декілька зразків (досліди 3, 5, 6 і 8), у яких гладкі і блискучі зони чергувалися з ділянками круглої форми з білим нальотом Було припущено, що деякі більш низькоплавкі форми какао олії були одержані у додавання до форми V какао олії Крім того, у дослідях 7 і 9 одержали зразки какао олії, які виявилися особливо глянцевою і блискучими у порівнянні з іншими

Час, який був потрібний на кристалізацію, що визначається як час, необхідний для досягнення максимуму моменту обертання у кожному досліді, показаний в таблиці 4 Контроль повторювали 5 разів і щоразу час, необхідний для кристалізації, дорівнював 21 годинам Це розглядалося як стандарт при відсутності полів, з яким порівнювалися всі подальші досліді при застосуванні полів

В усіх випадках застосування полів за обох умов застосування магнітного поля час кристалізації зменшується

Найменшим впливом на какао олію був вплив поля АС електромагніту, час кристалізації було визначено як 19 годин В інших випадках час кристалізації з Частини 1 (досліди 2, 3 і 5 при впливі відповідно постійного магнітного поля, поля ДС електромагніту і імпульсного магнітного поля) склав 15 або 16 годин відповідно до досягнення максимуму моменту обертання, при якому посилення кристалізації йде приблизно на 20-30%

У частині 2 час, який потрібний для кристалізації, "стискається" у більшій мірі, магнітна обробка какао олії за допомогою імпульсного магнітного поля засвідчує "посилення" часу кристалізації приблизно на 20%, всі інші магніти зменшують час кристалізації приблизно на 30-40% Ці результати дуже суттєві, тому що час обробки для темперування може бути скорочений

Порошкова дифракція при рентгенівському

випромінюванні є надійним методом, який ідентифікує полімерні стани какао олії Як й очікувалося, контроль (Дослід 1) мав XRD слід, що відповідає 100% форми V какао олії Зразки какао олії, одержані витриманням в постійних магнітних полях (Досліди 2 і 6) під час кристалізації, також показали типові дані 100% форми V какао олії Аналогічно витримання в полі АС електромагніту (досліди 4 і 8), напевне, дало таку ж форму какао олії, як і форма V

XRD дані какао олії, одержаної у дослідях 3 і 5 (витримують в полі ДС електромагніту та в імпульсному полі відповідно), типові для змішаних какао форм у зазначених співвідношеннях, що пояснює походження білого нальоту, який спостерігали на цих зразках Найцікавішими і, можливо, важливішими результатами є, проте, дані дослідів 7 і 9 (витримання в полі ДС електромагніту та імпульсному полі відповідно), тоді як XRD результати показують, що 10% форми VI було одержано в обох випадках Це також узгоджується з морфологією, що спостерігається, яка забезпечує особливо блискучі глянцево зразки какао олії

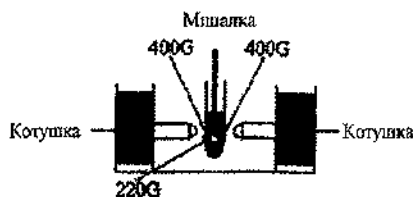
Застосовані магнітні поля зменшують тривалість періоду часу, який необхідний для кристалізації при використанні системи перемішування протягом кристалізації або при використанні попереднього перемішування в рідкій системі, аж до 40% у деяких випадках у залежності від особливостей застосовуваного поля Очевидні переваги посилюються за рахунок зменшення тривалості виготовлення шоколаду Форма какао олії може бути модифікована перетворенням форми V в форму VI в результаті магнітної обробки перед перемішуванням, що особливо корисне у промисловому виробництві шоколаду, через те що можливість продукувати форму VI какао олії в шоколаді буде знімати проблему "посивіння" шоколаду і може, напевне, збільшувати його зберіжувальність (лежалість)



Фиг 1



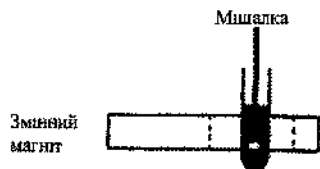
Фиг 2



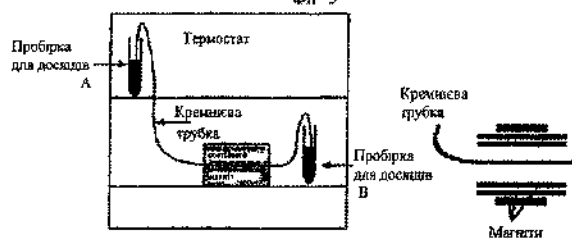
Фиг 3



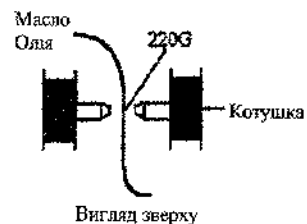
Фіг. 4



Фіг. 5

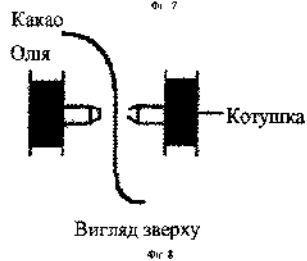


Фіг. 6



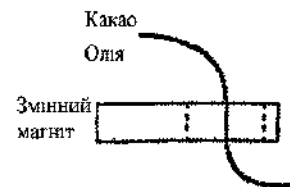
Вигляд зверху

Фіг. 7



Вигляд зверху

Фіг. 8



Фіг. 9