

Анализ стабильности образца жидкого белкового коктейля проводили с помощью системы MultiScan 20.

Исследуя дисперсионное поведение при рассеивании и обратном рассеянии, были обнаружены нестабильные компоненты, и в течение очень короткого времени выявлены различные механизмы дестабилизации.



Рис. 2. DataPhysics MS 20 Система анализа стабильности

### Предпосылки

Протеиновый порошок в качестве диетического дополнения популярен у спортсменов благодаря повышенной выносливости и работоспособности [1]. Обычно порошок употребляется в виде белкового коктейля - дисперсии в воде или молоке (см. Рис. 1 слева).

В дополнение к другим добавкам, таким как витамины и минералы, готовые белковые коктейли содержат стабилизаторы. Они добавляются для предотвращения расслоения продукта в течение максимально возможного длительного времени, обеспечивая более длительный срок хранения, например, при комнатной температуре.

Поэтому встряхивания кажутся «стабильными», и процессы расслоения, такие как разделение отдельных компонентов, очень часто невидимы невооруженным глазом в течение недель или даже месяцев.

Но насколько стабильны такие продукты в реальности?

Процессы разделения являются одной из ключевых задач, возникающих при разработке продукта, и требуют тщательной оптимизации стабильности. Даже малейшие изменения в дисперсиях могут быть выявлены и оценены с помощью MultiScan 20 (MS 20) (см. Рис. 2) с программным обеспечением MSC, разработанным DataPhysics Instruments.

MS 20 позволяет быстро и объективно проанализировать стабильность дисперсии, а также сделать выводы о возможных механизмах дестабилизации. Исследование коммерческого белкового коктейля на основе молока будет представлено в этой данной статье.

### Эксперимент

Небольшой сосуд, заполненный исследуемой дисперсией, был помещен в одну из «сканирующих башен» MS 20. Система сканирования состоит из светодиода для трансмиссии и обратного рассеяния с детектором. Эта система перемещалась вертикально по всей высоте сосуда (Ось Z).

Полученная интенсивность пропускания и обратного рассеяния представлена на диаграмме интенсивности. Образец сканировали через регулярные промежутки времени.

Обнаруженные изменения в измерительном сигнале могут дать объяснение стабильности свойств образца. На рис. 2 представлена система MS 20 и шесть независимых башен сканирования.

До измерения и, в соответствии с рекомендациями производителя, белковый коктейль встряхивали в течение 1 минуты в своем оригинальном контейнере.

Затем 20 мл выливали в прозрачный стеклянный флакон и измеряли при  $T = 25^\circ \text{C}$  каждые 5 минут в течение 16 дней и 18 часов. Измеренная зона составляет от 0 мм (дно стакана) до 55 мм (уровень заполнения флакона). На рис. 1 справа показан флакон с белковым коктейлем в конце эксперимента.



Рис. 1. Слева: Протеиновый порошок на основе молока смешанный с водой  
Справа: Протеиновый коктейль в стеклянной кювете спустя 16 дней и 18 часов

## Результаты

На рис. 3 показаны графики интенсивности пропускания и обратного рассеяния в зависимости от высоты сосуда. Цветная маркировка кривых указывает время, когда они были записаны, от красного (начало эксперимента) до фиолетового (конец эксперимента). Каждая кривая представляет одно отдельное измерение.

Диаграмма пропускания показывает постоянное среднее значение интенсивности  $I_{TR} = 0\%$  без изменений в течение всего эксперимента. Это можно объяснить появлением непрозрачности протеинового коктейля, которая препятствует прохождению любого падающего света.

Диаграмма обратного рассеяния, с другой стороны, показывает четкое среднее значение от 2 мм до 55 мм при  $IBS = 22\%$  и изменение в зависимости от времени. Это становится еще более очевидным после построения графика изменения интенсивности по сравнению с первым измерением (см. Рис. 4).

Изменения интенсивности обратного рассеяния указывают на то, что дисперсия белка после встряхивания дестабилизируется в течение периода времени измерения. Благодаря программному обеспечению MSC можно определить, какие механизмы привели к дестабилизации в этом эксперименте

Как показано на рис. 4, сигнал обратного рассеяния делится на 3 секции для анализа:

**1-я секция 3 мм - 50 мм:** Зависимость увеличения интенсивности обратного рассеяния с течением времени от высоты сосуда.

**2-я секция 1мм - 4 мм:** Формирование максимума интенсивности обратного рассеяния с течением времени.

**3-я секция 52 мм - 54мм:** Снижение интенсивности и смещение сигнала в сторону более низких положений.

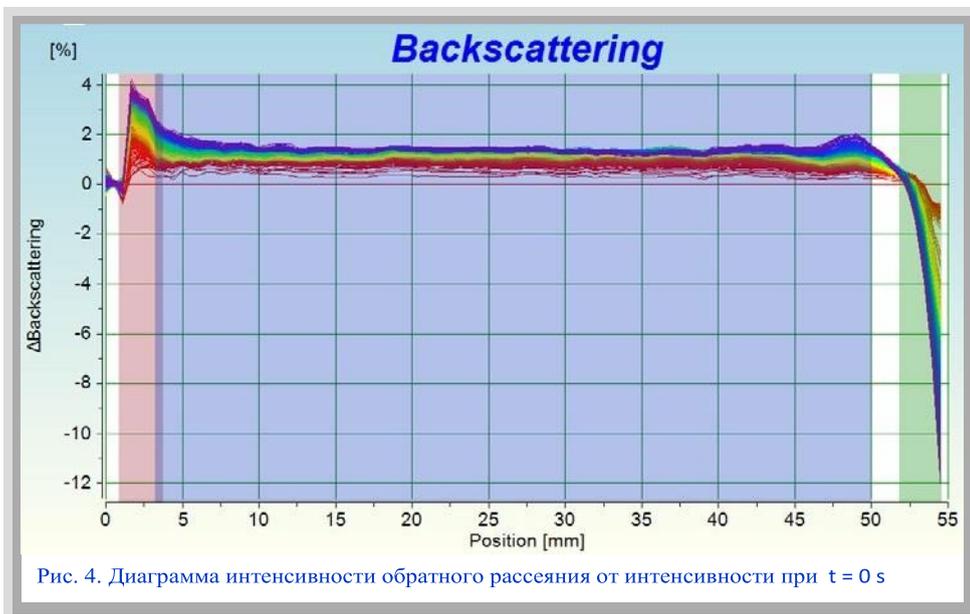


Рис. 4. Диаграмма интенсивности обратного рассеяния от интенсивности при  $t = 0$  s

**1-я секция** оценивается с помощью программы Value Analysis Method MSC. На диаграмме (рис. 5) представлена зависимость средней интенсивности этой секции от времени. Значительный рост интенсивности обратного рассеяния может наблюдаться в течение первого дня.

Начиная со второго дня, можно обнаружить небольшое увеличение интенсивности, которое является постоянным в течение остальной части эксперимента со скоростью  $0,04\%$  в день.

Сильный рост, наблюдаемый в течение первого дня измерения, связан с уменьшением количества пузырьков воздуха, первоначально рассеянных в образце. Эти пузырьки появились во время встряхивания сосуда до начала измерения, а затем они мигрировали к поверхности образца.

Незначительное, но постоянное увеличение интенсивности обратного рассеяния, наблюдаемое в 1-м разделе, происходит почти по всей высоте образца.

Это может быть объяснено

изменением размера частиц одного или нескольких компонентов, например, за счет процесса агломерации. Рассеивающая способность частиц зависит, среди прочего, от размера самих частиц [2].

**Во 2-й секции** Peak-Area Analysis метод анализа площади пика использовался для оценки нижней части образца. Полученная диаграмма зависимости площади пика от времени приведена на рисунке 6 и указывает на тенденции, аналогичные наблюдениям в 1-м разделе (рис. 5).

Аналогичным образом можно наблюдать значительное увеличение сигнала (область ниже кривых обратного рассеяния во 2-й секции) в течение первого дня. То же самое можно сделать в отношении миграции пузырьков воздуха к верхней части флакона.

В остальной части эксперимента пик обратного рассеяния и связанная с ним площадь продолжают увеличиваться. То же самое касается ширины пика, как видно на рисунке 4.

Это объясняется скоплением частиц осадка на дне сосуда. Это явление увеличивает общее рассеяние света.

Анализ фронта миграции, полученный из **3-й секции** верхней части образца, подтверждает предположение о процессе седиментации отдельных компонентов. (Рис. 7).

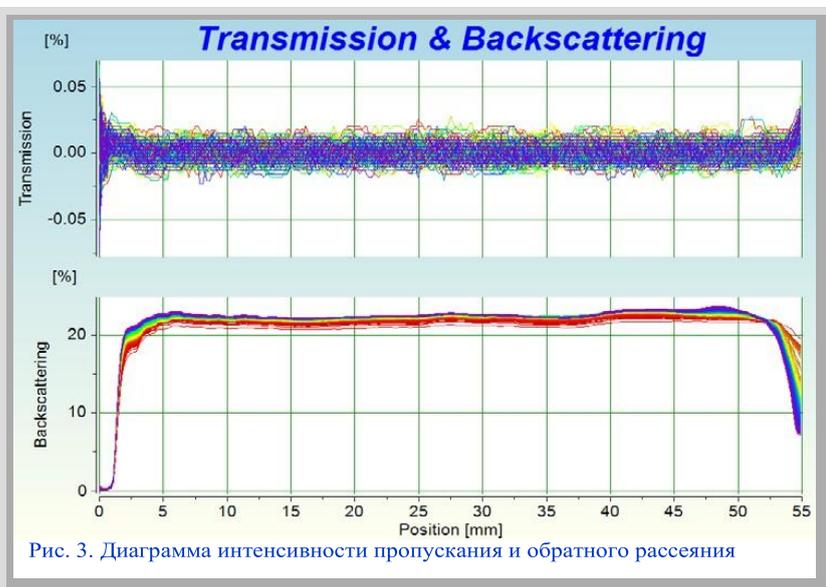


Рис. 3. Диаграмма интенсивности пропускания и обратного рассеяния



Рис. 5. Средняя относительная интенсивность обратного рассеяния 1-й секции в зависимости от времени (скорость увеличения:  $0,04\%$  / день)

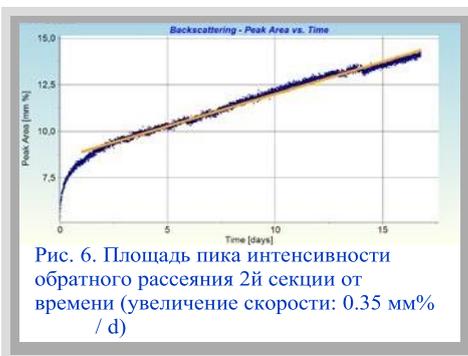


Рис. 6. Площадь пика интенсивности обратного рассеяния 2й секции от времени (увеличение скорости: 0.35 мм% / d)

Согласно рис. 7, фронт миграции смещается очень незначительно в течение первых трех дней. Между днем 4 и днем 7 он движется к нижней части сосуда со скоростью 0,17 мм в день и на расстоянии примерно 0,5 мм. Эта начальная миграция объясняется разделением компонентов и последующим осаждением частиц.

Стабильное положение фронта миграции можно наблюдать с 7 по 12 день на высоте 53 мм. Начиная с 12-го дня фронт миграции снова движется ко дну сосуда со скоростью 0,12 мм в день.

Из описанных ранее процессов, показанных на рис. 7, видно, что в течение первых 3 дней измерений не происходит изменений интенсивности из-за седиментации. Процесс седиментации может быть подтвержден с 4-го дня.

Наряду с наблюдениями из 1-ой секции можно сделать вывод, что процесс седиментации действительно происходит с 4-го дня и далее. Как только достигается критический размер частиц, например, из-за агломерация, происходит смещение фронта миграции в направлении дна сосуда.

После седьмого дня осажденные частицы уже опускались ниже 3-й секции. Между 7 и 12 днями в 3-й секции остаются только те компоненты смеси, которые устойчивы к седиментации.

Но, как видно из анализа 1-й секции, глобальное изменение размера частиц все еще происходит. Следовательно, после 12 дня другой компонент достиг критического размера частиц, и в 3-ей секции можно наблюдать другой процесс седиментации.

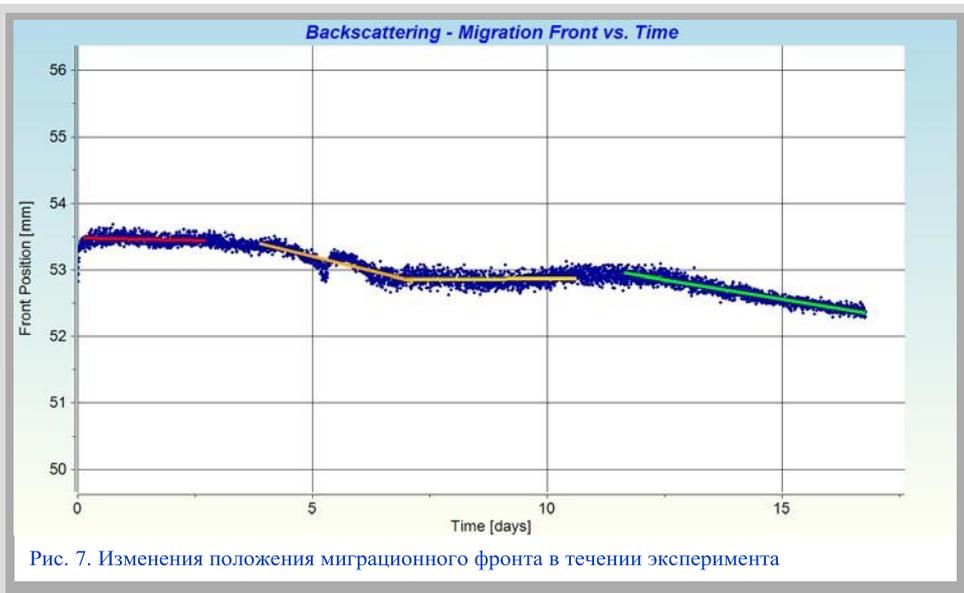


Рис. 7. Изменения положения миграционного фронта в течении эксперимента

## Выводы

Используя систему анализа стабильности MS 20 и программное обеспечение MSC, можно было изучить стабильность компонентов, содержащихся в коммерческом белковом коктейле при перемешивании.

Записывая диаграммы интенсивности пропускания и обратного рассеяния в течение 16 дней и 18 часов и с помощью различных вариантов анализа, предоставляемых программным обеспечением MSC, было обнаружено, что определенное количество компонентов не было стабильным в жидкой дисперсии, что приводило к выводу, что произошли множественные процессы дестабилизации.

Возможность наблюдать даже самые маленькие изменения в течение очень короткого периода времени позволяет производителю таких белковых коктейлей (а также производителям всех видов дисперсий или эмульсий) получать быстрые и объективные результаты экспериментов. С использованием системы анализа стабильности MultiScan 20 (MS 20) можно наблюдать процессы дестабилизации всего через несколько дней, что позволяет производителю прогнозировать долгосрочную стабильность и, таким образом, гарантирует оптимальную по времени и стоимости разработку продукта.

## Список литературы

- [1] N. M. Cermak, P. T. Res, L. C. de Groot, W. H. Saris, L. J. van Loon, The American journal of clinical nutrition, 96 (6), 2012, p. 1454–1464.
- [2] G. Mie, Annalen der Physik 4 (25), 1908, p. 377–445.