

Uniaxiale Kompression von Käse bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit*

Uniaxiale Compression of Cheese at Constant Strain Rate*

Uniaxiale Kompressionsversuche an Lebensmitteln werden üblicherweise mit konstanter Geschwindigkeit durchgeführt, aus der ein Ansteigen der Verformungsgeschwindigkeit mit zunehmender Deformation resultiert. Die Arbeit beschreibt eine Möglichkeit, diese durch Reduktion der Querjochgeschwindigkeit konstant zu halten und vergleicht resultierende Ergebnisse mit Parametern aus Experimenten mit konstanter Kompressionsgeschwindigkeit. Anhand von 136 Emmentaler Käseproben wurden bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit signifikant niedrigere Werte für Spannung und Deformation beim scheinbaren Bruch, aber keine Einflüsse auf den Deformationsmodul beobachtet. Die unterschiedlichen Ergebnisse sind offensichtlich auf abweichende Deformationsvorgeschichte zurückzuführen, da für Relaxationsprozesse sowie für Bruchausdehnung bei Versuchen mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit mehr Zeit zur Verfügung steht.

1 Einleitung

Die uniaxiale Kompression stellt eine der am häufigsten eingesetzten Methoden zur rheologischen Beschreibung von Lebensmitteln bei großen Deformationen dar [1]. Verglichen mit Zug- oder Dreipunkt-Biegeversuchen bietet die uniaxiale Kompression einige Vorteile wie relativ einfache Versuchsdurchführung oder die Möglichkeit, mit kleinen, nicht in vorgegebene Einheiten zu fixierenden Proben zu arbeiten [2]. Außerdem korrelieren rheologische Parameter aus Messungen mit großen Deformationen häufig mit sensorischen Ergebnissen [3].

Kompressionsversuche werden zumeist mit Universalprüfmaschinen durchgeführt, die zylindrische oder würfelförmige Probenstücke zwischen parallelen Platten mit konstanter, aber frei einstellbarer Geschwindigkeit zusammendrücken. Nach Umrechnung von Kraft und Weg in Spannung und Deformation gelten die entsprechenden Werte beim scheinbaren Bruch sowie die Anfangssteigung der Spannungs-/Deformationskurven als wichtige Kenngrößen. Diese Methodik wurde bereits auf eine Reihe von Lebensmittelsystemen einschließlich Milchprodukte, Lebensmittelgele, Fleischprodukte, Zerealien und Gemüse angewandt, z. B. [1], [4]–[11]. Einige Arbeiten über Käserheologie behandeln speziell Effekte der Anfangsverformungsgeschwindigkeit (Kompressionsgeschwindigkeit/Ausgangshöhe) auf Bruchparameter sowie den Zusammenhang zwischen biaxialer Dehnviskosität und radialer Ausdehnungsgeschwindigkeit [4], [12]–[14].

Uniaxial compression of food materials is usually performed at constant speed which, due to specimen deformation, causes a continuously increasing actual strain rate during experiments. The paper describes a method for uniaxial compression at constant strain rate achieved by reduction of crosshead speed during test execution and compares resulting measures with parameters taken from constant speed experiments. Based on 136 Swiss cheese samples stress and strain at apparent fracture were found to be significantly lower in constant strain rate compression, whereas no effects of the test setup on the modulus of deformability were observed. Differences can obviously be attributed to varying strain history, i. e., a longer period of time available for relaxation processes and crack propagation in the constant strain rate mode.

1 Introduction

Parallel plate uniaxial compression experiments are commonly used to evaluate rheological properties of food materials at large deformations [1]. As compared to tension or three-point bending methods uniaxial compression shows some advantages such as easy sampling and execution as well as unproblematic fixing of specimens to the test apparatus [2]. Additionally, large deformation measures are frequently related to sensory perceptions of food texture [3].

Uniaxial compression is usually performed by using universal testing machines. Specimens of varying shape, e. g., cylinders or cubes, are deformed at constant speed, which is adjustable over a wide range. After transforming force and displacement into more fundamental units of stress and strain the respective values at apparent fracture as well as the initial slope of stress/strain curves typically represent rheological parameters of interest. This type of data transformation has been applied to a number of food systems including milk products, food gels, meat products and cereals and vegetables e. g. [1], [4]–[11]. Some contributions to cheese rheology focused on effects of initial strain rate, i. e., compression speed divided by initial

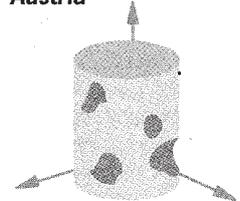
Dipl.-Ing. Doris Jaros,

geb. 1965, hat an der Universität für Bodenkultur in Wien Lebensmittel- und Biotechnologie studiert und ist seit 1992 wissenschaftliche Mitarbeiterin am dortigen Institut für Milchforschung und Bakteriologie.

born in 1965, studied Food and Biotechnology at the University of Resource Science in Vienna. Since 1992 she has continued to work at the University at the Department of Dairy Science and Bacteriology.

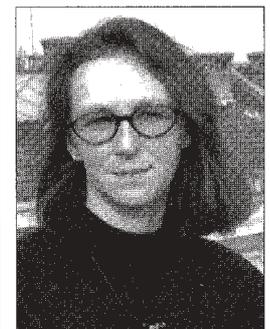
Beiträge
Papers

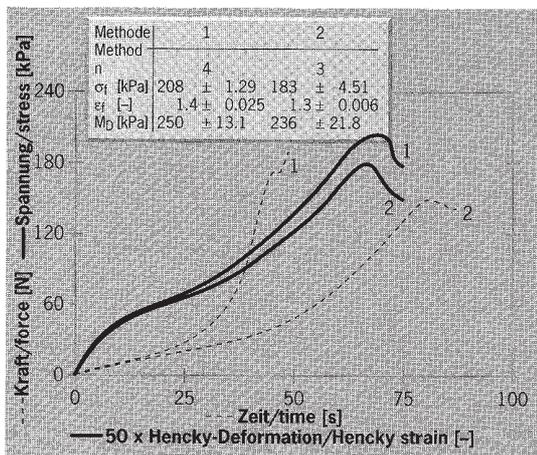
Doris Jaros,
Harald Rohm,
Vienna,
Austria



*Erweiterte Fassung eines Vortrags, gehalten anlässlich der 4. Tagung für Lebensmittelrheologie in Detmold, Deutschland, 7.–9. Sept. 1993

*Extended version of the paper presented at the 4th Conference on Food Rheology, Detmold, Germany, Sep 7–9, 1993





fache ihres Ausgangswertes; außerdem steigt ϵ exponentiell als Funktion der Versuchsdauer. Wenn jedoch v – wie oben beschrieben – reduziert wird, bleibt $\dot{\epsilon}$ während des Experiments konstant; damit stellt auch ϵ eine lineare Funktion der Versuchsdauer dar.

3.2 Auswertung der Einzelversuche

Abb. 4 zeigt die mittleren Kraft/Zeit- und Spannungs-/Deformationskurven einer ausgewählten Käseprobe. Obzwar die Zeitspanne bis zum scheinbaren Bruch in den Experimenten mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit annähernd doppelt so groß ist, verlaufen die σ/ϵ -Kurven bis $\epsilon \sim 0.35$ praktisch identisch. Die im Bereich des scheinbaren Bruchs deutlich erkennbaren Abweichungen zwischen den Methoden lassen sich hingegen auf die unterschiedliche Deformationsvorgeschichte sowie Relaxationsprozesse während der Kompression zurückführen. Spannung und Deformation beim scheinbaren Bruch erwiesen sich in den Versuchen mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von $p < 0,05$ als signifikant niedriger, nicht jedoch beim Deformationsmodul.

Bezogen auf die Spannung beim scheinbaren Bruch bestätigten sich diese Unterschiede ($p < 0,05$) bei 129 von insgesamt 136 Käseproben. In Abb. 5 sind die σ_f -Werte, die mit den beiden Methoden ermittelt wurden, einander gegenübergestellt. Die Punktwolke läßt sich durch ein exponentielles Modell mit einem Korrelationskoeffizienten von $r = 0,962$ ($p < 0,001$)

Abb. 5:
Einfluß der Testmethode auf die Spannung beim scheinbaren Bruch ($n = 136$)

Fig. 5:
Influence of test setup on stress at apparent fracture ($n = 136$)

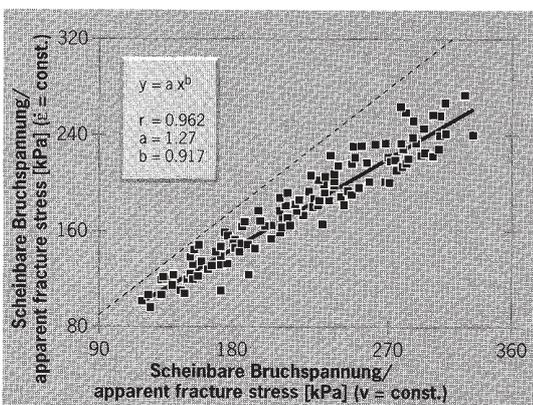


Abb. 4:
Einfluß der Testmethode auf die rheologischen Kurven einer ausgewählten Käseprobe.

1, konstante Kompressionsgeschwindigkeit;
2, konstante Verformungsgeschwindigkeit.
Bedeutung der Symbole wie in Abb. 1

Fig. 4:
Effect of test setup on rheological curves of a selected cheese sample.

1, constant speed;
2, constant strain rate.
Explanation of symbols, see Fig. 1

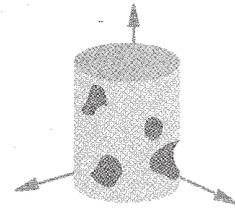


Fig. 3B, respectively. Variations in actual crosshead speed ($19.2 - 20.7 \text{ mm min}^{-1}$) in the constant speed experiments can be primarily attributed to slight asynchronous data transmission via different computer interfaces and its effects on calculation of v – Eqn (4). According to Eqn (3) $\dot{\epsilon}$ increases continuously with specimen deformation and, e. g., is the fourfold of its initial value at $h_t = 5 \text{ mm}$. Additionally, ϵ increases exponentially as a function of experiment time. If, however, v is reduced as described above $\dot{\epsilon}$ remains constant during the experiment. As a further consequence ϵ now represents a linear function of experiment time.

3.2 Experiment Analyses

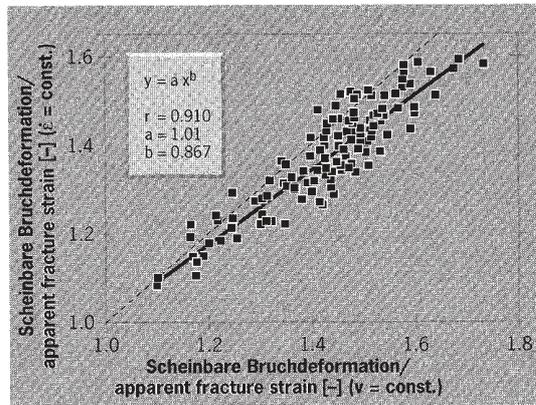
Force versus time as well as stress versus strain curves of one selected cheese sample are plotted in Fig. 4. It can be seen that experiment time is nearly twice as high in tests performed at constant strain rate. Up to $\epsilon \sim 0.35$ the stress/strain curves are almost identical. Some differences between the methods are, however, evident in the region of fracture, which undoubtedly have to be attributed to differences in strain history and relaxation processes during compression. In the constant strain rate experiments both stress and strain at apparent fracture proved to be significantly lower at an error probability level $p < 0.05$, whereas differences in M_D were found to be insignificant.

Significantly lower ($p < 0.05$) σ_f values in constant strain rate experiments were found in 129 out of 136 cheese samples. In Fig. 5 σ_f values obtained from constant strain rate compression are plotted against σ_f determined in constant speed experiments. The relationship between the methods can be described by an exponential model, which showed a correlation coefficient of $r = 0.962$ ($p < 0.001$). According to the power law coefficients inserted into Fig. 5 relative differences increased with increasing magnitude of σ_f ($v = \text{const.}$) from 15 to 22%.

Regarding strain at apparent fracture a somewhat larger scatter in the results was observed (Fig. 6). The sign tests, however, showed that ϵ_f from constant strain rate experiments was lower in a significant ($p < 0.05$) number of events. Regression equation again indicates that relative differences depend on the absolute value of the independent variable, i. e., ϵ_f from constant speed compression. As compared to apparent fracture stress these differences are, however, much smaller and range approximately normally distributed from 0 to 6.2% around an arithmetic mean of 4.2%.

Abb. 6:
Einfluß der Testmethode
auf die Deformation
beim scheinbaren Bruch
(n = 136)

Fig. 6:
Influence of test setup
on strain at apparent fracture
(n = 136)



beschreiben, wobei aufgrund des Exponenten (Abb. 5) die relativen Unterschiede mit steigendem σ_f (konstante Kompressionsgeschwindigkeit) von 15 auf 22 % zunehmen.

Bezüglich der Deformation beim scheinbaren Bruch wurde eine wesentlich größere Streuung der Ergebnisse beobachtet (Abb. 6). Der Vorzeichentest ergab jedoch wiederum, daß bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit eine signifikante ($p < 0,05$) Zahl der Proben ein niedrigeres ϵ_f aufwiesen. Die Regressionsgleichung impliziert erneut, daß die relativen Unterschiede in ϵ_f von der absoluten Größe der unabhängigen Variablen ($\epsilon_f | v = \text{const.}$) abhängen. Verglichen mit der Spannung beim scheinbaren Bruch sind diese Differenzen jedoch kleiner und streuen annähernd normalverteilt von 0 bis 6,2 % um einen Mittelwert von 4,2 %.

4 Schlußfolgerungen

Grundsätzlich lassen sich uniaxiale Kompressionsversuche bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit mit Hilfe von Universalprüfmaschinen durchführen, wenn geeignete Einheiten zur Wegmessung und zur digitalen Datenübernahme zur Verfügung stehen. Die beschriebene Methode ist jedoch auf anfängliche Querjochgeschwindigkeiten zwischen etwa 6 und 60 mm min⁻¹ limitiert. Dementsprechend wäre eine Modifizierung der hardwareseitigen Kommandostruktur zur elektronischen Veränderung der Kompressionsgeschwindigkeit während der Experimente wünschenswert.

Verglichen mit Standardversuchen erwiesen sich rheologische Parameter bei großen Deformationen – Spannung und Deformation beim scheinbaren Bruch – nach Beanspruchung mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit als signifikant niedriger. Unterschiede zwischen den Ergebnissen lassen sich als eine Funktion ihrer absoluten Werte beschreiben und stellen augenscheinlich eine Funktion unterschiedlicher Deformationsvorgeschichten dar.

Die Käseproben wurden freundlicherweise von Dr. W. Ginzinger, Bundesanstalt für Alpenländische Milchwirtschaft, Rotholz, zur Verfügung gestellt. Die Arbeit ist Bestandteil des Projektes P9455, Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung, Wien.

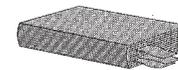


4 Conclusions

Generally, universal testing machines can be used to perform uniaxial compression experiments at constant strain rate provided an adequate displacement registration device and a digital data sampling option are available. The method described above is, however, limited to initial crosshead speeds between approximately 6 and 60 mm min⁻¹. A modification of hardware commands, which allows electronical variation of crosshead speeds during experiments, is greatly desirable.

As compared to standard compression experiments rheological properties of cheese at large deformations, i. e., stress and strain at apparent fracture, are significantly lower in constant strain rate compression. Differences in the results can be characterized as a function of their absolute values and represent obviously a function of varying strain history.

Cheese samples were kindly provided by Dr. W. Ginzinger, Federal Research Station of Dairy Science, Rotholz, Austria. The study was supported by part of research grant P9455, Austrian Science Foundation.



- [1] E.B. Bagley, W.J. Wolf, D.D. Christianson, *Rheol. Acta* 24 (1985), p. 265-271
- [2] H. Luyten, T. van Vliet, P. Walstra, *J. Texture Studies* 23 (1992), p. 245-266
- [3] A.S. Szczesniak, in: "Physical Properties of Foods" (eds. M. Peleg, E.B. Bagley), AVI, Westport, 1983
- [4] E.M. Casiraghi, E.B. Bagley, D.D. Christianson, *J. Texture Studies* 16 (1985), p. 281-301
- [5] H. Luyten, T. van Vliet, P. Walstra, *Neth. Milk Dairy J.* 45 (1991), p. 55-80
- [6] H. Rohm, H. Lederer, W. Ginzinger, *Food Sci. Technol.* 25 (1992), p. 253-260
- [7] H. Rohm, *J. Texture Stud.* 24 (1993), p. 139-155
- [8] A. Nussinovich, M.M. Ak, M.D. Normand, M. Peleg, *J. Texture Studies* 21 (1990), p. 37-49
- [9] R.O. Nuckles, D.M. Smith, R.A. Merkel, *J. Food Sci.* 55 (1990), p. 640-643, 682
- [10] E.B. Bagley, D.D. Christianson, D.L. Trebacz, *J. Texture Studies* 21 (1990), p. 339-354
- [11] W. Canet, P. Sherman, *J. Texture Studies* 19 (1989), p. 275-287
- [12] J. Culioli, P. Sherman, *J. Texture Studies* 7 (1976), p. 353-372
- [13] H. Luyten, T. van Vliet, P. Walstra, *Neth. Milk and Dairy J.* 45 (1991), p. 33-53
- [14] H. Rohm, H. Lederer, *Int. Dairy J.* 2 (1992), p. 331-343
- [15] M. Peleg, in: "Food Texture. Instrumental and Sensory Measurement" (ed. H.R. Moskowitz), Marcel Dekker, New York 1987
- [16] E.B. Bagley, D.D. Christianson, J.A. Martindale, *J. Texture Studies* 19 (1988), p. 289-305
- [17] J.H. Prentice, in: "Cheese: Chemistry, Physics and Microbiology, Volume 1. General Aspects" (ed. P.F. Fox) Elsevier, London 1987
- [18] J.F. Calzada, M. Peleg, *J. Food Sci.* 43 (1978), p. 1987-1992
- [19] N.N. Mohsenin: "Physical Properties of Plant and Animal Materials" Gordon and Breach, London 1986
- [20] SAS Institute Inc.: "SAS/STAT Guide for Personal Computers, Release 6.03 Edition", SAS Institute Inc., Cary, NC 1988
- [21] W.D. Dixon, A.M. Wood, *J. Am. Stat. Ass.* 41 (1946), p. 557-566