

ВЛИЯНИЕ МЕТОДИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ НА СИГНАЛЫ ЯМР ПРОТОНОВ ВОДЫ В ОТРУБЯХ

Прудников С.М., д-р техн. наук, Агафонов О.С., канд. техн. наук

ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур имени В. С. Пустовойта», г. Краснодар

Аннотация. В работе рассмотрено влияние различных методических факторов на сигналы ЯМР протонов воды в отрубях. Установлено, что при использовании в качестве аналитического параметра для определения влажности отрубей амплитуды сигналов ЯМР протонов воды, содержащихся в отрубях, можно определить массу воды в анализируемом образце, а следовательно, зная массу всего образца, определить его влажность. Выявлена зависимость аналитического параметра от температуры, но ее характер не оказывает выраженного влияния. Установлено, что вид отрубей не оказывает влияние на ЯМ-релаксационные характеристики протонов воды в отрубях.

Ключевые слова: отруби, влажность, ядерно-магнитный резонанс (ЯМР), температура, масса, амплитуда сигналов ЯМР.

Отруби представляют собой твердую зерновую оболочку и неотсортированной частицы муки, побочный продукт мукомольного производства. Основным применением отрубей является использование в производстве различных комбинированных кормов для сельскохозяйственных животных всех видов. В виду большого содержания пищевых волокон, в настоящее время они широко применяются в производстве диетических продуктов питания.

Независимо от способа использования отрубей основным показателем их качества является влажность (в образцах с высокой влажностью, особенно при высоких температурах, ускоряются процессы их микробиологической порчи). В зависимости от направления использования к влажности отрубей предъявляются различные требования. По ГОСТ 7169-66 «Отруби пшеничные. Технические условия» влажность отрубей не должна превышать 15% (в отрубях, получаемых из твердой пшеницы при производстве макаронных изделий допускается показатель влажности до 16,5%) [1-3].

В работе [3] было установлено, что между массовой долей воды в отрубях и суммой амплитуд сигналов ЯМР протонов первой и второй компонент воды содержащихся в отрубях существует зависимость. Следовательно, сумма амплитуд сигналов ЯМР протонов первой и второй компонент может являться аналитическим параметром для разработки способа определения влажности отрубей с применением метода ЯМР. Для разработки способа определения влажности отрубей методом ЯМР необходимо изучить влияние массы и температуры анализируемого образца, а также вида исходного зернового сырья на аналитический параметр в исследуемых образцах отрубей.

Исходя из поставленной цели были подготовлены образцы отрубей из различных видов зерна с влажностью в диапазоне от 9,1 до 22,5 % (влажность представлена в таблице 1)

Таблица 1

Влажность исследуемых образцов отрубей

Образец	Влажность, %
1	22,50
2	22,00
3	19,10
4	17,80
5	13,8
6	13,2
7	10,4
8	9,1

Определение влажности отрубей проводили по ГОСТ 9404-88 «Мука и отруби. Метод определения влажности». В соответствии с данным ГОСТом показатель влажности определяется по убыли массы в воздушно - тепловом шкафу при температуре 130°C и продолжительности высушивания 40 минут [2].

Измерение ЯМ-релаксационных характеристик протонов воды, содержащихся в исследуемых образцах отрубей, проводили на ЯМР анализаторе масличности и влажности масличных культур и продуктов переработки АМВ-1006М, разделение на компоненты и обработка отгибающихся сигналов спинного эха протонов проводилась на специально разработанном и запатентованном программном обеспечении [5].

На первом этапе было проведено исследование влияния массы анализируемой пробы отрубей на результаты измерения влажности. С этой целью производили измерения суммы амплитуд сигналов ЯМР протонов первой и второй компонент воды в отобранных образцах отрубей различной массой и различной влажностью.

Исходя из технических особенностей ЯМР-анализатора АМВ-1006М, для анализа отбирается пробы объемом 25см³. В зависимости от влажности и структуры отрубей масса анализируемого образца отрубей может значительно варьировать. В таблице 2 приведены массы навесок трех проб объемом 25см³ с влажностью соответственно 22,5, 13,8 и 9,1 %.

Таблица 2

Масса навесок проб отрубей с различной влажностью

Влажность пробы, %	Масса анализируемой пробы, г				
	1	2	3	4	5
22,5	2,26	3,11	3,92	4,51	5,31
13,8	2,54	3,41	4,02	4,89	5,36
9,1	2,92	3,6	4,24	4,98	5,45

Для каждой пробы произвели расчет показателя Рв (масса воды в исследуемой пробе, г), по следующей формуле:

$$P_B = \frac{W * M}{100}$$

Где W- влажность исследуемого образца, %,
 М -масса исследуемой пробы, г.

На рисунке 1 приведен график изменения амплитуды сигналов ЯМР протонов компонент воды, содержащихся в отрубях для образцов с различной влажностью.

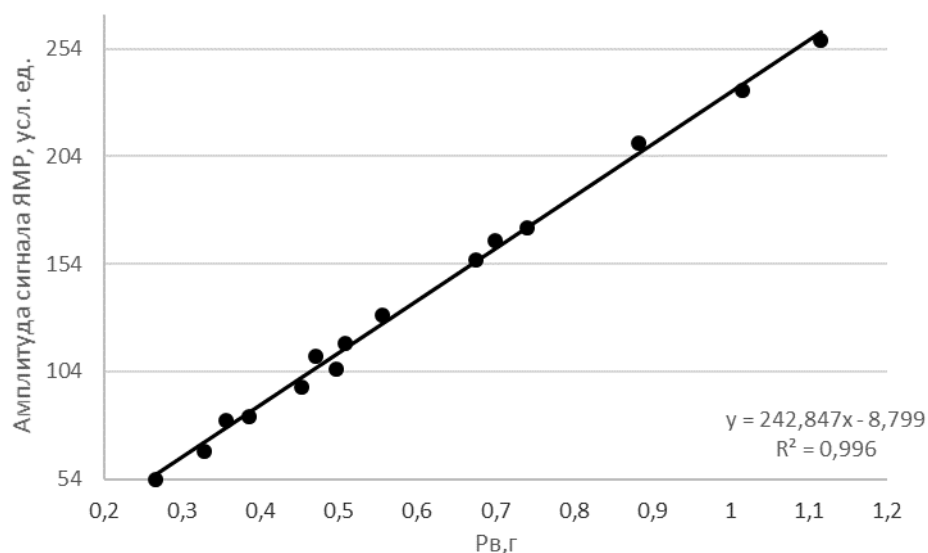


Рис. 1. Зависимость амплитуды сигналов ЯМР протонов воды в отрубях от массы воды в исследуемых пробах

Из представленного рисунка видно, что между массой воды в исследуемых пробах и амплитудой сигналов ЯМР протонов воды наблюдается линейная зависимость. Следовательно, измерив амплитуды сигналов ЯМР протонов воды можно определить массу воды в анализируемой пробе, а зная массу анализируемой пробы определить влажность.

На следующем этапе исследовали влияние температуры анализируемой пробы отрубей на результаты измерения амплитуды сигналов ЯМР протонов воды в диапазоне от 18°C до 28°C. Подготовленные пробы термостатировали при различных температурах в диапазоне от 18°C до 28°C в течении 2 часов, а затем производили измерения ЯМ-релаксационных характеристик протонов воды на ЯМР-анализаторе АМВ-1006М.

На рисунке 2 приведены графики изменения значений амплитуд сигналов ЯМР протонов воды в отрубях с различной влажностью в зависимости от температуры.

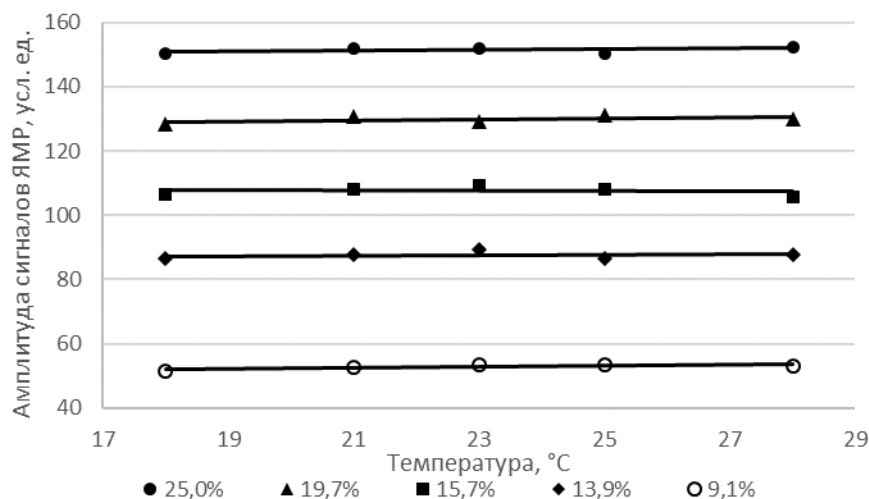


Рис. 2. Амплитуда сигналов ЯМР протонов воды в отрубях с различной влажностью при температурах от 18°C до 28°C

Как видно из данных представленных на рисунке 2, амплитуда сигналов ЯМР протонов воды в отрубях изменяется незначительно во всем исследуемом диапазоне температур.

Во всем диапазоне температур от 18°C до 28°C, при изменении температуры пробы на 1 градус происходит увеличение амплитуды сигналов ЯМР протонов воды в среднем на 0,218 усл.ед. или приблизительно 0,03% по влажности.

Так как отруби вырабатываются из разных зерновых культур, отличающихся химическим составом, на следующем этапе проверяли влияние вида исходного зернового сырья при производстве отрубей на амплитуду сигналов ЯМР протонов воды. В таблице 3 приведен химический состав и амплитуды сигналов ЯМР протонов воды различных видов отрубей с одинаковой влажностью.

Таблица 3
Химический состав и амплитуды сигналов ЯМР протонов воды в отрубях различных видов

Наименование показателя	Значение показателя, %		
	пшеничные	ржанные	ячменные
Вода	13	13	13
Протеин	15,7	16	15,1
Масла	4	3,4	3,7
Клетчатка	7,5	3,4	6,4
Безазотистые экстрактивные вещества	54,6	61,4	58,5
Зола	5,2	2,8	3,3
Амплитуда сигналов ЯМР протонов воды содержащихся в пробе, усл. ед.	100,0	98,4	99,1

Из приведенных в таблице 3 данных видно, что по соотношению основных групп химических веществ имеются различия в зависимости от вида исходного сырья.

После расчета влажности отрубей, исходя из измеренных значений аналитического параметра, представленного в таблице 3, было установлено, что данный фактор не оказывает существенного влияния на результаты определения влажности. Результаты измерения влажности отрубей известным и разработанным способами отличаются не более 0,5% абс..

В ходе проведенных исследований было установлено, что использование в качестве аналитической, зависимости между амплитудой сигналов ЯМР протонов воды и массой воды, отсутствует необходимость в дополнительной коррекции измеренных результатов.

В ходе проведения исследований влияния температуры в диапазоне от 18 до 28°C установлено, что встроенной в ЯМР-анализаторе АМВ-1006М температурной коррекции измеренных значений амплитуд сигналов ЯМР протонов, достаточно для получения достоверных результатов.

Установлено, что вид зерна используемого при производстве отрубей не оказывает выраженного влияния на результат измерения амплитуд сигналов ЯМР протонов воды в отрубях, а следовательно и влажности отрубей.

Литература

1. ГОСТ 7169-66. Отруби пшеничные. Технические условия [Текс]. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2006. - 4с.
2. ГОСТ 9404-88. Мука и отруби. Метод определения влажности [Текс]. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. - 5с.
3. ГОСТ 53496-2009. Отруби пшеничные и ржаные. Диетические. Технические условия [Текс]. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2010. - 6с.
4. Агафонов О.С. Исследование ядерно-магнитных релаксационных характеристик протонов воды, содержащейся в пшеничных отрубях [Текст] / О.С. Агафонов, Г.В. Руснак, С.М. Прудников, Е.П. Викторова// Сборник материалов VI Международной научно-практической конф. «Инновационные пищевые технологии в области хранения и переработки сельскохозяйственного сырья: фундаментальные и прикладные аспекты»// КНИИХП. - Анапа, 2016 - С.168-172.
5. Система приема и обработки сигналов импульсных релаксометров ядерного магнитного резонанса: Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ/С.М. Прудников, Л.В. Зверев, Т.Е. Джигоев. - № 2001610425; заявл 17.04.01.