

Дану роботу проведено в рамках держбюджетної теми 2–11 ФБ «Дослідження стану та структури вологи в харчових продуктах методами ЯМР та ЕПР-спектроскопії», яка виконується в Харківському державному університеті харчування та торгівлі.

Список літератури

1. Эндрю Э. Ядерный магнитный резонанс / Э. Эндрю ; пер. с англ. – М. : Из-во иностр. лит-ры, 1957. – 299 с.
2. Лёше А. Ядерная индукция / А. Лёше ; пер. с нем. – М. : Изд-во иностр. лит-ры, 1963. – 684 с.
3. Фаррар Т. Импульсная и Фурье-спектроскопия ЯМР / Т. Фаррар, Э. Беккер. – М. : Мир, 1973.
4. Справочник химика. Т. 3. – М. : Гос. науч.-техн. изд-во хим. лит-ры, 1952. – 1190 с.

Отримано 30.10.2012. ХДУХТ, Харків.

© О.І. Торяник, О.Г. Дьяков, А.Ю. Некрасова, 2012.

УДК 664.39:639.64

О.Г. Дьяков, канд. техн. наук, доц. (*ХДУХТ, Харків*)

О.І. Торяник, д-р хім. наук, проф. (*ХДУХТ, Харків*)

К.В. Свідло, канд. техн. наук, доц. (*ХТЕІ КНТЕУ, Харків*)

ДОСЛІДЖЕННЯ ВОЛОГОВІСТУ ШРОТУ ОЛІЙНИХ РОСЛИН

Подано дослідження зміни вологовістуну шроту вівса та льону залежно від технологічних режимів обробки. Відповідно до отриманих даних побудовано математичні моделі. Установлено, що на величину вологовістуну впливає хімічний склад шроту.

Представлены исследования зависимости влагосодержания шрота овса и льна в зависимости от технологического режима обработки. На основании полученных данных построены математические модели. Установлено, что на величину влагосодержания влияет химический состав шрота.

This article presents a study on moisture flakes of oats and flax, depending on the processing mode processing. On the basis of the received data mathematical models. Found that the amount of moisture dependent on chemical composition of oilseeds meals.

Постановка проблеми у загальному вигляді. Під час проведення наукових досліджень зі створення нових харчових речовин необхідно знати зміну вологовмісту залежно від технологічних режимів обробки. У багатьох випадках саме стан вологи є основним показником, що впливає на якісні показники готового продукту. Тому дослідження стану вологи та її кінетика є актуальним завданням технології.

Аналіз останніх досліджень і публікацій. У наш час велика увага приділяється проведенню досліджень з використання домішок на основі шроту олійних рослин для покращення споживчих показників харчових продуктів. Їх використовують як домішки для широкого асортименту продуктів харчування, у тому числі для покращення споживчих показників вершкового масла. Внесення домішки з насіння льону у вершкове масло значно змінює розподіл у ньому водяної фази: чим більша концентрація домішки, тим менше середній діаметр крапель плазми за рахунок утворення міжмолекулярних зв'язків домішки між водяною та жирною фазою [1].

Як показують проведені дослідження, ці домішки мають відповідну антиоксидантну дію і сприяють підвищенню оздоровчих властивостей харчових продуктів, де вони використовуються [2; 3].

Метою та завданнями статті є дослідження кінетики вологовмісту шроту вівса та льону залежно від часу набрякання при різних значеннях гідромодуля та побудови на основі здобутих даних відповідних математичних моделей і проведення подальших досліджень на основі їх використання.

Виклад основного матеріалу дослідження. Технологічний процес, який використовується для попередньої обробки шроту як об'єкта дослідження, характеризується вхідними та вихідними змінними. Для кожного виду шроту можна побудувати свою математичну модель, яка дасть можливість описати залежність між вхідними та вихідними параметрами технологічного процесу.

Після ретельного аналізу [4] для проведення досліджень технологічного процесу як вхідні змінні були використані такі величини: x_1 – час обробки, x_2 – значення гідромодуля. Ці дані були визначені шляхом аналізу літературних джерел. За показник, що оцінює результати експерименту, обрано величину вологовмісту зразка дослідження. Ураховуючи можливі похибки під час визначення вхідних та вихідних змінних у ході проведення експерименту доцільно з усього класу можливих моделей обрати регресійну поліноміальну модель відповідного порядку.

Для опису залежностей між вихідними і вхідними параметрами була обрана квадратична модель

$$M_i(x_1, x_2) = a_{1,i} + a_{2,i}x_1 + a_{3,i}x_2 + a_{4,i}x_1^2 + a_{5,i}x_2^2 + a_{6,i}x_1x_2, \quad (1)$$

де $a_{1,i}$ – це перший коефіцієнт математичної моделі; де індекс $i=1,2$ (1 – льон, 2 – овес);

$a_{2,i}$ – це другий коефіцієнт математичної моделі, де індекс $i=1,2$ (1 – льон, 2 – овес).

Використання моделі (1) дає можливість знайти залежності між вхідними та вихідними величинами зразків дослідження, які з урахуванням можливих похибок вимірювання в середньому будуть правильно відтворювати зміну вологовмісту в шротах.

Аналізуючи літературні джерела та результати попередніх досліджень [4; 5], було визнано доцільним установити такі межі зміни вхідних величин для кожного зразка: час обробки 30..60 хвилин, значення гідромодуля змінювалося в межах від 1:10 до 1:20. Під час проведення досліджень з метою кращого розуміння здобутих результатів використано обернені значення гідромодуля, які змінювались у межах 0,1...0,05.

Для визначення коефіцієнтів моделі (1) необхідно провести повний факторний експеримент [6]. Згідно із загальною теорією проведення експериментальних досліджень необхідно побудувати таблицю, в якій відтворюються всі можливі сполучення між вхідними змінними, а також можуть додаватися й інші точки, які викликають певний науковий інтерес. За таблицю дослідження було обрано таблицю D – оптимального плану [5], яка складається з 9 дослідів і наведена нижче (табл. 1).

Таблиця 1 – Таблиця плану експерименту

N	1	2	3	4	5	6	7	8	9
x_1	30	30	60	60	30	60	45	45	45
x_2	0,05	0,1	0,05	0,1	0,067	0,067	0,05	0,1	0,067

У ній наведено значення вхідних змінних, в яких було проведено визначення вологовмісту. Визначення вологовмісту за даними табл. 1 проводилося шляхом дослідження зразків на спектрометрі ядерного магнітного резонансу (ЯМР).

Згідно з теорією [7], величина сигналу ЯМР є пропорційною кількості резонуючих ядер у зразку. Для води резонуючими ядрами є ядра водню – протони. Таким чином, експериментально знайдена величина сигналу ЯМР дає можливість оцінити кількість резонуючих ядер та визначити вміст води у зразку. Дане дослідження проводилося методом спінової луни ЯМР. Методика проведення дослідження полягала в наступному: зразок із речовиною дослідження розташовується в радіочастотній котушці, яка знаходиться в постійному магнітному полі. Під час опромінювання радіочастотними імпульсами збуджується система ядерних моментів зразка і виникає відгук досліджуваної системи.

У методі спінової луни Хана на досліджуваній зразок подається два імпульси з інтервалом τ_i . Після їхнього впливу в момент часу $2\tau_i$ спостерігається сигнал спінової луни (рис. 1), амплітуда якого визначається виразом

$$A(\tau_i) = A_0 \exp\left(-\frac{2\tau_i}{T_2} - k\tau_i^3\right), \quad (2)$$

де τ_i – інтервал між зондувальними імпульсами;

T_2 – час спин-спінової релаксації;

A_0 – максимальне значення сигналу спінової луни, що визначається кількістю резонуючих ядер, у цьому випадку кількістю молекул води в досліджуваному зразку й відповідає значенню сигналу луни при $\tau=0$;

k – коефіцієнт пропорційності, урахувуючий вплив коефіцієнта самодифузії речовини, гіромагнітне відношення ядра й градієнт постійного магнітного поля.

Для зразків із малим коефіцієнтом самодифузії (до яких можна віднести шрот) другим додатком у (2) можна знехтувати й наступні розрахунки проводити за спрощеною формулою

$$A(\tau_i) = A_0 \exp\left(-\frac{2\tau_i}{T_2}\right). \quad (3)$$

На першій осцилограмі (рис. 1) наведено сигнал спінової луни при найменшому значенні τ між зондувальними імпульсами. Третя осцилограма показує сигнал луни при максимальному значенні τ між імпульсами.

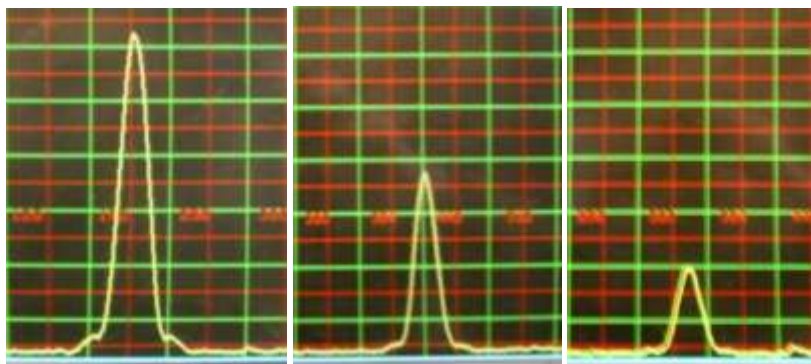


Рисунок 1 – Відображення сигналу «луна» на екрані комп'ютера

Сигнал спінової луни у вигляді радіоімпульсу надходить на вхід приймача спектрометра, підсилюється та після відповідного перетворення відтворюється на екрані комп'ютера з одночасним вимірюванням його амплітуди. Якщо побудувати графік зміни амплітуди сигналу від часу τ , то це буде крива, що монотонно спадає за експонентним законом і відповідає вигляду кривої, наведеної на рис. 2.

Для визначення A_0 проводиться низка експериментів, під час яких фіксується значення амплітуди сигналу спінової луни після впливу двох зондуючих імпульсів у методі Хана [7].

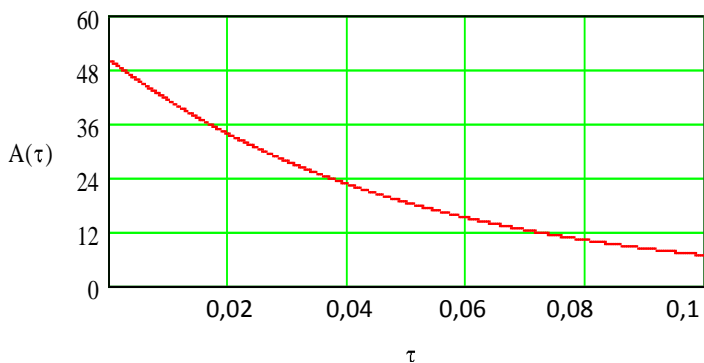


Рисунок 2 – Загальна зміна значення сигналу луни від інтервалу імпульсів τ

Після проведення досліджень для кожного виду шроту, згідно з табл. 1, були знайдені залежності щодо зміни сигналу луни від значень τ_i . Безпосереднє знаходження величини A_0 здійснювалось шляхом використання методу нелінійної регресії, що входить до складу програми MathCad [8].

Визначення вологовмісту проводилося за методикою, яка також базується на вимірюваннях амплітуди спінової луни [9; 10]. Згідно з цією методикою після знаходження величини A_0 для кожного зразка необхідно визначати питому інтенсивність сигналу луни за формулою

$$I = \frac{A_0}{m}, \quad (4)$$

де m – маса зразка.

Для наступного порівняння сигналів як еталон під час проведення досліджень використовується чиста вода, для якої також треба визначити питому інтенсивність сигналу за формулою (4).

За визначеними питомими інтенсивностями сигналу еталона та зразка кількість вільної води, а відповідно й вологовміст, визначаються за формулою

$$X = \frac{I_{\text{зр}}}{I_{\text{ет}}} \cdot 100\%. \quad (5)$$

За даною методикою було визначено вологовміст для всіх сполучень вхідних змінних, наведених у таблиці експерименту. Знайдені значення вологовмісту наведено у табл. 2.

Таблиця 2 – Визначені значення вологовмісту шроту льону та вівса

N	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Льон	0,53	0,46	0,430	0,412	0,453	0,48	0,5	0,435	0,47
Овес	0,92	0,81	0,89	0,78	0,87	0,808	0,905	0,79	0,82

Після визначення даних експерименту (табл. 2) розрахунок коефіцієнтів моделі a на основі здобутих експериментальних даних проводиться за формулою

$$a = (F^T \cdot F)^{-1} \cdot F^T \cdot Y, \quad (6)$$

де F – матриця експерименту, яка враховує обраний вигляд математичної моделі; Y – матриця експериментальних даних.

Значення матриць експерименту F , результатів експерименту Y та вектор коефіцієнтів математичної моделі a є такими:

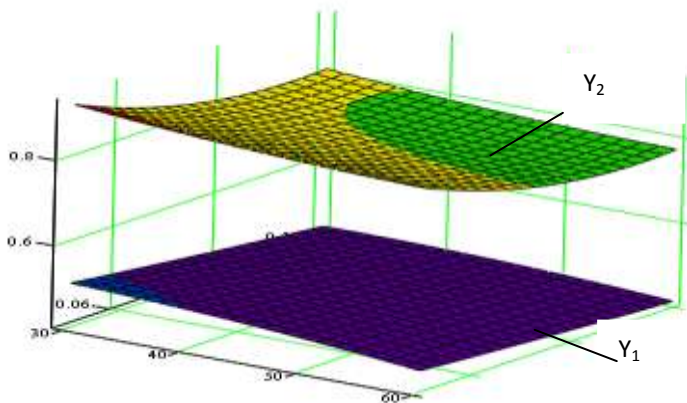
$$F := \begin{pmatrix} 1 & 30 & 0.05 & 900 & 2.5 \times 10^{-3} & 1.5 \\ 1 & 30 & 0.1 & 900 & 0.01 & 3 \\ 1 & 60 & 0.05 & 3.6 \times 10^3 & 2.5 \times 10^{-3} & 3 \\ 1 & 60 & 0.1 & 3.6 \times 10^3 & 0.01 & 6 \\ 1 & 30 & 0.067 & 900 & 4.489 \times 10^{-3} & 2.01 \\ 1 & 60 & 0.067 & 3.6 \times 10^3 & 4.489 \times 10^{-3} & 4.02 \\ 1 & 45 & 0.05 & 2.025 \times 10^3 & 2.5 \times 10^{-3} & 2.25 \\ 1 & 45 & 0.1 & 2.025 \times 10^3 & 0.01 & 4.5 \\ 1 & 45 & 0.067 & 2.025 \times 10^3 & 4.489 \times 10^{-3} & 3.015 \end{pmatrix} \quad Y := \begin{pmatrix} 0.53 & 0.92 \\ 0.46 & 0.81 \\ 0.43 & 0.89 \\ 0.412 & 0.78 \\ 0.453 & 0.87 \\ 0.48 & 0.808 \\ 0.5 & 0.905 \\ 0.435 & 0.79 \\ 0.47 & 0.82 \end{pmatrix}$$

$$a^T = \begin{pmatrix} 0.614 & 2.355 \times 10^{-4} & -2.347 & -3.333 \times 10^{-5} & 2.959 & 0.02 \\ 1.465 & -4.874 \times 10^{-3} & -11.62 & 3.556 \times 10^{-5} & 61.26 & 4.401 \times 10^{-3} \end{pmatrix}$$

У кожній точці експерименту проводилось не менше двох вимірювань з метою зменшення впливу похибок вимірювання. Для подальшого обчислення коефіцієнтів моделі брали середнє значення проведених вимірювань. На основі проведених досліджень була побудована матриця даних експерименту Y . Побудована матриця експерименту F , матриця значень результатів експерименту Y та визначені коефіцієнти математичної моделі, що описують залежність зміни вихідних показників від параметрів технологічного процесу, наведені вище. Визначення коефіцієнтів моделі за формулою (6) проводилося методом загальної нелінійної регресії, що входить до складу програми MathCad [5; 7].

Таким чином, для даного технологічного процесу було отримано дві моделі (2.1) для кожного виду шроту. Перевірка за статистичними критеріями щодо адекватності моделей показала, що вони правильно відтворюють дані експерименту й можуть бути використані для проведення подальших досліджень.

На основі здобутих математичних моделей були побудовані поверхні відгуків, які дають можливість оцінити знайдені залежності. На рис. 3 наведено побудовані поверхні відгуків, які дозволяють візуально оцінити залежність між вхідними показниками та значенням вологовмісту. Конкретні значення величин вологовмісту кожного зразка шроту можна визначити з відповідних математичних моделей.



**Рисунок 3 – Залежність вологовмісту від вхідних параметрів:
 Y_1 – значення вологовмісту льону; Y_2 – значення вологовмісту вівса**

Із рисунка 3 видно, що значення вологовмісту зменшується з часом обробки, але ця залежність досить повільна. Ця тенденція зберігається для обох видів шроту. Однак показник вологовмісту льону значно менший, ніж вівса. Це зумовлено суттєвою різницею хімічного складу шротів. Шрот льону містить у сім разів більше клітковини, яка має велику поглинальну здатність щодо вологи, порівняно із шротом вівса. Також встановлено, що кількісна зміна вологовмісту не має максимального або мінімального значення в діапазоні зміни вхідних величин.

Висновки. Проведено дослідження кінетики вологовмісту шроту вівса та льону залежно від технологічних режимів обробки. Запропонована регресійна математична модель для визначення кількості вологи шроту залежно від технологічного режиму. Встановлено, що на величину вологовмісту впливає хімічний склад шроту, що зумовлює суттєву різницю в значеннях вологовмісту шроту льону та вівса.

Ця робота була проведена у рамках держбюджетної теми 2–11 ФБ «Дослідження стану та структури вологи в харчових продуктах методами ЯМР та ЕПР спектроскопії», яка виконується в Харківському державному університеті харчування та торгівлі й теми № 0112У001797 «Теоретичне обґрунтування та розробка сучасних конкурентоспроможних технологій смузі-продукції спеціального призначення», яка виконується в Українській інженерно-педагогічній академії.

Перспективами подальших досліджень у цьому напрямку є те, що здобуті результати можуть бути покладені в основу розробки технологій функціональних харчових продуктів із використанням шроту вівса та льону, а також для поглибленого вивчення процесів, що відбуваються в шроті під час його технологічної переробки.

Список літератури

1. Махонина М. Ю. Влияние добавки из семян льна на дисперсность плазмы в сливочном масле / М. Ю. Махонина // Техника и технология пищевых производств : VIII Междунар. науч. конф., 27-28 апреля 2011 г. – Могилев : МГУП, 2011. – Ч. 1. – С. 277.
2. Миневич И. Использование семян льна в хлебопечении / И. Миневич, В. Зубцов, Т. Цыганова // Хлебопродукты. – 2008. – № 3. – С. 38–40.
3. Manthey F. A. Processing and cooking effects on lipid content and stability of alpha-linolenic acid in spaghetti containing ground flaxs / F. A. Manthey, R. E. Lee, C. A. Hall // J. agr. Food Chem. – 2002. – Vol. 50, №. 6. – P. 1668–1671.
4. Теоретичні основи харчових технологій: навч. посібник / П. П. Пивоваров [та ін.] ; за ред. П. П. Пивоварова. – Х. : ХДУХТ, 2010. – 363 с.
5. Методы исследований и организация экспериментов / под ред. проф. К. П. Власова. – Х. : Гуманитарный центр, 2002. – 256 с.
6. Дрейпер Н. Прикладной регрессионный анализ / Н. Дрейпер, Г. Смит. – М. : Вильямс, 2007. – 912 с.
7. Фаррар Т. Импульсная и Фурье-спектроскопия ЯМР / Т. Фаррар, Э. Беккер. – М. : Мир, 1973. – С. 299.
8. Льяконов В. П. Mathcad 11/12/13 в математике : справочник / В. П. Льяконов. – М. : Горячая линия – Телеком, 2007. – 928 с.
9. Торяник А. И. Определение влагосодержания в пищевых продуктах методом ЯМР : метод. пособие / А. И. Торяник, А. Г. Дьяков, Д. А. Торяник. – Харьков : ХГУПП, 2006.
10. ЯМР-дослідження зміну стану вологи в культивованих грибах під час теплової обробки / О. Г. Дьяков [та ін.] // Прогресивні техніка та технології харчових виробництв ресторанного господарства і торгівлі : зб. наук. пр. – Харків : ХДУХТ, 2011. – Вип. 1 (13). – С. 316–323.

Отримано 30.10.2012. ХДУХТ, Харків.

© О.Г. Дьяков, О.І. Торяник, К.В. Свідло, 2012.