



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **87368** (13) **U**
(51) МПК (2014.01)
G01N 13/00
G01N 24/12 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2013 07754</p> <p>(22) Дата подання заявки: 18.06.2013</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.02.2014</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.02.2014, Бюл.№ 3</p>	<p>(72) Винахідник(и): Торяник Олександр Іванович (UA), Дьяков Олександр Георгійович (UA), Чеканов Микола Анатолійович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): ХАРКІВСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧУВАННЯ ТА ТОРГІВЛІ, вул. Клочківська, 333, м. Харків, 61051 (UA)</p>
---	--

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ КОЕФІЦІЄНТА САМОДИFUZІЇ МОЛЕКУЛ ВОДИ У ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ МЕТОДОМ ЯМР З ВИКОРИСТАННЯМ ЕТАЛОННОГО ЗРАЗКА

(57) Реферат:

Спосіб визначення коефіцієнта самодифузії молекул води у харчових продуктах методом ЯМР з використанням еталонного зразка включає підготовку зразків дослідження, вимірювання амплітуди сигналу спінової луни зразка за допомогою імпульсного спектрометра ядерного магнітного резонансу (ЯМР) з різними значеннями градієнта магнітного поля. При цьому визначають коефіцієнт пропорційності, який показує, у скільки разів коефіцієнт самодифузії зразка, що досліджується, відрізняється від коефіцієнта самодифузії еталонного зразка або зразка, з яким треба порівняти значення коефіцієнта самодифузії.

UA 87368 U

Корисна модель належить до харчової промисловості, фармакології, фармації, і може бути використана для оцінки коефіцієнта самодифузії (D) молекул води у різних видах харчової сировини, в тому числі харчових продуктах і добавках, які використовуються у харчовій промисловості. Коефіцієнт самодифузії є показником стану води у харчових продуктах і її спроможністю взаємодіяти з іншими речовинами.

Для визначення коефіцієнта самодифузії використовують відомі фізичні та хімічні методи дослідження, які базуються на вимірюванні процесів взаємодії різних речовин. Існують два різних метода вимірювання коефіцієнта самодифузії [1].

Вимірювання коефіцієнта самодифузії з використанням ізотопів зразка, що досліджується. Використання даної методики ґрунтується на тому припущенні, що коефіцієнти взаємної дифузії молекул, які помічені ізотопами і не помічені ізотопами однакові і являють собою коефіцієнт самодифузії.

Реалізація цього підходу здійснюється наступними методами:

- методом вільної дифузії;
- методом пористої діафрагми;
- методом капілярів.

Метод вільної дифузії полягає у спостереженні за розмиттям межі між двома речовинами з використанням оптичних методів спостереження. Метод пористої діафрагми полягає у розділенні дифузійної комірки на два відділення, одне з яких вміщує мічені індикатори (ізотопи). Дифузія відбувається через канали пористої перегородки. Основним недоліком даного методу є необхідність корекції знайденого значення, що обумовлено тим, що у теорії розглядається ідеальна початкова межа розділу, тоді як на практиці початкова межа вже є розмитою.

Метод капілярів являє собою набір дифузійних комірок, що виготовлені з скляних капілярів, які заповнені розчином заданої концентрації з відомим вмістом мічених атомів, у процесі дифузії відбувається зменшення концентрації мічених атомів в капілярі, що пов'язано з коефіцієнтом самодифузії. Основними недоліками даного методу є необхідність калібровки вимірювальної апаратури, що може призвести до систематичної похибки. Під час проведення дослідів можливе створення застійних шарів, що потребує безперервного перемішування розчину і можливого руйнування поверхні діафрагми.

Найбільш близьким технічним рішенням до корисної моделі є спосіб оцінки коефіцієнта самодифузії методом спінової луни, який дозволяє визначити молекулярну рухливість у рідких та гелевих речовинах [1]. Цей метод реалізується на імпульсному спектрометрі ядерного магнітного резонансу (ЯМР). Під час реалізації даного способу вимірюється амплітуда сигналу спінової луни зразка з різними значеннями градієнту магнітного поля у зоні вимірювання та наступним обчисленням коефіцієнта самодифузії D за наступною формулою

$$D_i = \frac{3 \ln A_0 / A_i}{2\gamma^2 \tau^3 (G_0^2 - G_i^2)},$$

де γ - гіромагнітне відношення протону, τ - інтервал часу між зондувальними імпульсами, A_0 - амплітуда сигналу луни при нульовому значенні градієнта магнітного поля у зоні вимірювання, A_i - сигналу луни при i -му значенні градієнта магнітного поля у зоні вимірювання, G_i - i -те значення градієнта магнітного поля при різних значеннях струму градієнтних котушок.

Основним недоліком даного способу є необхідність попереднього визначення градієнта магнітного поля, що створюється градієнтними котушками під час дії стабільного струму від пристрою, що входить до технічних приладів системи керування спектрометром ЯМР.

Для визначення величини градієнта магнітного поля, що створюється у зоні вимірювання, необхідно мати калібровані ампули різного діаметра. Точність знаходження величини градієнта, що обумовлений струмом пристрою генератора, визначається точністю вимірювання сигналу луни зразка, на який впливають випадкові перешкоди, обумовлені роботою технічних приладів спектрометра ЯМР. На точність остаточного визначення коефіцієнта самодифузії також впливає кваліфікація дослідника, тому що він повинен визначити коефіцієнт самодифузії з урахуванням можливих коливань визначених значень, на які впливають випадкові фактори.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробки способу оцінки зміни коефіцієнта самодифузії молекул води у харчових продуктах методом ЯМР, порівняння амплітуд сигналів луни зразка, що досліджується, і еталонного зразка. За еталонний приймається початковий зразок, що входить до серії досліджуваних і для якого відомий коефіцієнт самодифузії.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі коефіцієнти взаємної дифузії молекул, які помічені ізотопами і не помічені ізотопами, однакові, і являють собою коефіцієнт самодифузії, згідно з корисною моделлю, визначається коефіцієнт пропорційності, який показує

у скільки разів коефіцієнт самодифузії зразка, що досліджується, відрізняється від коефіцієнта самодифузії еталонного зразка або зразка, з яким треба порівняти значення коефіцієнта самодифузії. Вимірювання амплітуди сигналів луни здійснюється при різних градієнтах магнітного поля, однак визначення безпосередньо величин градієнта не потрібно.

5 Для еталонного зразка і зразка, що досліджується, визначають низку значень сигналів спінової луни при різних значеннях градієнтах магнітного поля. Для відомого зразка (еталону) $D_E(i)$ та зразка дослідження $D_3(i)$, при заданому значенні градієнта магнітного поля і, значення коефіцієнта самодифузії $D_E(i)$ $D_3(i)$ можна записати у вигляді

$$D_E(i) = \frac{3}{2\gamma^2 \tau^3} \cdot \frac{\ln(A_{0E} / A_{iE})}{(G_i^2 - G_0^2)},$$

$$D_3(i) = \frac{3}{2\gamma^2 \tau^3} \cdot \frac{\ln(A_{03} / A_{i3})}{(G_i^2 - G_0^2)}.$$

10 З відношення цих величин знаходимо коефіцієнт пропорційності $K(i)$

$$\frac{D_3(i)}{D_E(i)} = \frac{\ln(A_{03} / A_{i3})}{\ln(A_{0E} / A_{iE})} = K(i).$$

Величина $K(i)$ визначає відносну зміну коефіцієнта самодифузії зразка від еталону для кожного значення градієнта магнітного поля і. Для остаточного визначення значення $K(i)$ знайдені значення осереднюються.

15 Спосіб визначення коефіцієнта K проілюстровано наступним прикладом.

Оцінка коефіцієнта самодифузії води у пюре з вареної моркви з різноманітними технологічними домішками. Досліджувалося вісім зразків пюре з моркви. Після визначення традиційним способом коефіцієнта самодифузії було визначено відношення коефіцієнтів самодифузії різних зразків до коефіцієнта самодифузії води у зразка, що вважався за еталон. Далі були проведені розрахунки коефіцієнта зразка K за запропонованою формулою. Дані розрахунків наведено у таблиці.

20 За даними таблиці було розраховано коефіцієнт кореляції між даними, що здобуті традиційним способом визначення коефіцієнта самодифузії та за запропонованим способом. Значення коефіцієнта кореляції дорівнює 0,97, що доказує доцільність використання запропонованого способу і можливість його використання при проведенні досліджень з використанням спектрометра ЯМР.

Таблиця

Дані розрахунків коефіцієнта самодифузії

№ зразка дослідження	Коефіцієнт самодифузії, cm^2/s	Величина D_3 / D_E	Значення K_3
1	$0,71 \cdot 10^{-5}$	1,302	1,239
12	$0,894 \cdot 10^{-5}$	1,651	1,426
3	$0,764 \cdot 10^{-5}$	1,637	1,407
4	$0,64 \cdot 10^{-5}$	1,172	1,214
5	$0,528 \cdot 10^{-5}$	0,967	0,93
6	$0,509 \cdot 10^{-5}$	0,916	0,934
7	$0,595 \cdot 10^{-5}$	1,099	1,11
8	$0,601 \cdot 10^{-5}$	1,111	1,09

30 Таким чином, запропонований спосіб має такі переваги у порівнянні з найближчим аналогом:

1, Під час проведення досліджень по визначенню коефіцієнта самодифузії у заданому зразку необхідно застосувати еталон з відомим значенням коефіцієнта самодифузії D_E .

2, Для інших зразків необхідно визначити тільки значення коефіцієнта K і таким чином встановити тенденцію зміни коефіцієнта самодифузії в залежності від певних чинників. Якщо необхідно, можна визначити значення коефіцієнта самодифузії зразка за формулою $D_3 = D_E \cdot K$.

Джерело інформації:

1. Экспериментальные методы химии растворов: Денсиметрия, вискозиметрия, кондуктометрия и другие методы / В.К. Абросимов, В.В. Королёв, В.Н. Афанасьев и др. - М.: Наука, 1997. - 351 с. ил. (Серия "Проблемы химии растворов"). (Глава 8. Методы измерения коэффициентов диффузии. - С. 308-340).

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 10 Спосіб визначення коефіцієнта самодифузії молекул води у харчових продуктах методом ЯМР з використанням еталонного зразка, що включає підготовку зразків дослідження, вимірювання амплітуди сигналу спінової луни зразка за допомогою імпульсного спектрометра ядерного магнітного резонансу (ЯМР) з різними значеннями градієнта магнітного поля, який **відрізняється** тим, що визначають коефіцієнт пропорційності, який показує, у скільки разів
- 15 коефіцієнт самодифузії зразка, що досліджується, відрізняється від коефіцієнта самодифузії еталонного зразка або зразка, з яким треба порівняти значення коефіцієнта самодифузії.

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601