

## МЕТОД ЯМР РЕЛАКСАЦИИ В ИССЛЕДОВАНИИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЛИПИДОВ

Сахаров Б.В., Корнюшина Т.П., Вирясов С.Н., Волков В.Я.

*Государственный научный центр прикладной микробиологии и биотехнологии, Оболенск,  
Московская область, saharoff2010@yandex.ru.*

Метод ЯМР релаксации в варианте комбинированной импульсной последовательности ССИ+КПМГ впервые использовали для исследования кристаллизации какао масла в режиме реального времени. Образец в ЯМР ампуле расплавляли при температуре 80°C для стирания кристаллической памяти, переносили в датчик ЯМР -анализатора «Хроматэк-Протон 20М» (рабочая температура 40°C) и через 5 минут проводили первое измерение релаксационных спадов. Затем образец помещали в термостат с заданной температурой кристаллизации (17°C) и после этого через каждые три минуты выдержки в течение полутора-двух часов проводили регистрацию ЯМР релаксационных кривых ССИ (4 скана по 2 секунды) и КПМГ (один скан).

Экспериментальные спады СИ, получаемые в ходе кристаллизации, фитинговались по модели, представленной уравнением (1), где индексы S и L относятся к твердой и жидкой компонентам спада.

$$I(t) = A_{S0} * ((1 - f_g) * \exp((-t/T_{2Sa})^2) \sin(bt)/(bt) + f_g * \exp((-t/T_{2Sg})^2)) + A_{L0} * (\exp(-t/T_{2l}) * \exp((-t/T_{2lv})^2)) \quad (1)$$

Из определенных в результате фитинга параметров интенсивности компонент для каждого времени кристаллизации рассчитывались значения SFC ( $SFC = 100 * A_{S0} / (A_{S0} + A_{L0})$ ), которые использовали для построения кинетических кривых кристаллизации (SFC против времени).

На фоне обычной для какао масла двухступенчатой кинетики кристаллизации нами было зафиксировано изменение параметров твердофазных участков ССИ в процессе перехода с первой на вторую ступень кристаллизации. Это наблюдение согласуется с литературными данными о переходе, кристаллизующегося липида из альфа в бета прим полиморфические состояние на второй ступени кристаллизации.

Обнаружено, что поперечная релаксация жидкой фазы (КПМГ спады) в ходе кристаллизации существенным образом ускоряется, причем изменение скорости релаксации линейно связано с происходящем в этом процессе изменением отношения амплитуд твердой  $A_{S0}$  и жидкой  $A_{L0}$  фаз. Механизм, который предложен для объяснения этого ускорения – взаимодействие между кристаллической сетью и жидкой фазой, как это имеет место в пористых средах, где скорость релаксации выше в микроструктурах с более высоким отношением поверхности к объему.