

T.M.I. Barak Ltd. טי. אמ. איי ברק בע"מ

מיכשור מדידה טכנולוגי

הראב"ע 10 רמת-גן ת.ד. 7631 מיקוד 52176

טלפון: 036782298 נייד: 0528372597 פקס: 035743807

Email: barak@tmi-barak.co.il

ספק משרד הביטחון מס' 83901667



מדידת תכולת רטיבות תוך שימוש ב-פעילות מים

(ספיה = ספיגה וספיחה)

מבוא

תכולת רטיבות (Moisture content) ותכולת מים (Water content) משמשים לעתים כמונחים חלופיים והם מייצגים מדד לכמות המים במוצר. **תכולת רטיבות** מספקת מידע רב ערך אודות התפוקה והכמות, נתונים בעלי חשיבות כלכלית. בנוסף, תכולת רטיבות מספקת מידע אודות מירקם שכן רמות לחות עולות יוצרות תנועת מים ומורידות את טמפרטורת ה- (glass transition).

המושג **פעילות מים (water activity)** מייצג את מצב האנרגיה של המים במערכת. הוא שווה ללחות היחסית באוויר באיזון עם דוגמא בתא אטום. הוא מוגדר כלחץ אידי המים בדוגמא חלקי לחץ האדים של מים טהורים בטמפרטורת הדוגמא. פעילות מים מספקת מידע רב חשיבות אודות הזיהום המיקרוביאלי, היציבות הכימית והיציבות הפיסיקאלית. פעילות מים ותכולת לחות (moisture content) מהוות יחד ניתוח לחות שלם.

תכולת לחות ופעילות מים נמדדות תוך שימוש בטכניקות או מכשירים נפרדים. פעילות מים ניתן למדוד באמצעות שימוש בתכונות קבל (CAPACITANCE) או במכשיר פעילות מים של "מראה מצוננת" בעוד שתכולת לחות ניתן למדוד תוך שימוש בכל אחת מ-35 שיטות המופיעות ברשימות הרשמיות של AOAC (1995, AOAC). שילוב שתי האנליזות במכשיר אחד, יכול לחסוך זמן ומאמץ.

סדרת אקוולאב 4 (AquaLab Series 4) והמחולל האיזותרמי אקווא-סורפ (AquaSorp Isotherm Generator) מתוצרת DECAGON, מאפשרים מדידה של פעילות מים ותכולת לחות תוך שימוש בטכנולוגיה המוכחת של DECAGON למדידת פעילות מים.

מדידת תכולת לחות תוך שימוש בפעילות מים, תובעת הבנה של הקשר בין שני הפרמטרים. קשר זה, המכונה איזותרמת ספיית לחות (moisture sorption isotherm), הוא מורכב וייחודי לכל סוג מוצר. יש להגדירו מחקרית באמצעות מדידת תכולת מים בערכים שונים של פעילות מים. הדבר יכול להיעשות ידנית בעזרת בוצות מלח (saturated salt slurry) רוויות ותאי יבוש (דסיקטור) או באופן אוטומטי, תוך שימוש במכשיר isotherm generator. מחולל איזותרמות.

המחולל האיזותרמי של AquaSorp יכול ליצור במהירות איזותרמות איתנות עם רזולוציית נתונים מעולה (unmatched) (תרשים 1)

T.M.I. Barak Ltd. טי. אמ. איי ברק בע"מ

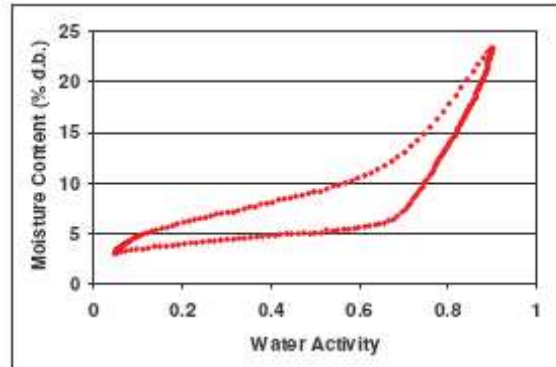
מיכשור מדידה טכנולוגי

הראב"ע 10 רמת-גן ת.ד. 7631 מיקוד 52176

טלפון: 036782298 נייד: 0528372597 פקס: 035743807

Email: barak@tmi-barak.co.il

ספק משרד הביטחון מס' 83901667



התרשים מציג ספיית לחות למזון יבש לבעלי חיים שנוצרה תוך שימוש במחולל איזותרמות " אקווה סורפ"

ברגע שנוצרת האיזותרמה, ניתן להשתמש בה לקביעה בעקיפין של תכולת לחות בהתבסס על מדידת פעילות מים. הדרך הפשוטה לבצע זאת היא תוך שימוש במודל המאפיין את האיזותרמה. הוצעו מודלים רבים ושונים לאיזותרמות אך הדגמים המשמשים לרוב הם הדגמים הנקראים BET ו-GAB. חברת DECAGON פיתחה דגם נוסף – DLP - (Double log Polynomial), העולה על המודלים האחרים בכל הנוגע לאיזותרמות מורכבות. דגמים אלה נקבעים אמפירית תוך שימוש בנתונים שנאספו תוך יצירת האיזותרמה ובמשוואת התוצאה ניתן להשתמש לחישוב תכולת לחות תוך שימוש בפעילות מים.

בסדרת אקווה לאב 4 החדשה של דקאגון, המכשיר לפעילות מים עם "מראה מצוננת", מתוכנן לקבלת משוואות איזותרמיות. **סדרה 4** יכולה לקבוע תכולת לחות מערכי פעילות המים שהיא מפיקה, תוך שימוש במשוואה האיזותרמית עבור המוצר המסוים. לכל מוצר שיש לנתח מבחינת תכולת לחות, יש לבחור טרם בדיקה, מתוך תפריט פקודות התפריט של **סדרה 4**, דגם איזותרמי ייחודי. **סדרה 4** נחוצה מכיוון שיש לבצע את הבדיקה באותה טמפרטורה בה יהיה בתוקף האיזותרמה המקורי.

מובן מאליו, שדיוק שיטה זו של תכולת לחות, מסתמך על איכות האיזותרמה ועל מדידות חוזרות של פעילות המים. לחקירה נוספת של היתכנות מדידת תכולת לחות באמצעות פעילות מים, חקרה חברת דקאגון את התהליך תוך שימוש בסוגי מוצר שונים.

חומרים ושיטות

לבדיקה נבחרו תשעה מוצרים המייצגים מגוון נרחב של סוגים החל במרכיבים הומוגניים וכלה במוצרים מוגמרים מורכבים. המוצרים כללו: אבקת חלב, קמח, מזון כלבים יבש, סירופ שוקולד, חטיף גרנולה, פתיתי תפוחי אדמה, כדורי תרופה מוצקים, חיטה מלאה, בקר מיובש.

T.M.I. Barak Ltd. טי.אמ. איי ברק בע"מ

מיכשור מדידה טכנולוגי

הראב"ע 10 רמת-גן ת.ד. 7631 מיקוד 52176

טלפון: 036782298 נייד: 0528372597 פקס: 035743807

Email: barak@tmi-barak.co.il

ספק משרד הביטחון מס' 83901667



לזיהוי עקומת האיזותרמה המתאימה ביותר לניבוי תכולת לחות, הופקו לכל מוצר איזותרמות מלאים ואיזותרמות פעילים, בכפילות, תוך שימוש במחולל האיזותרמות אקווה סורפ. לכל מוצר נקבעה שלש פעמים תכולת לחות 'קיימת', תוך שימוש בהפסד חום בעת ייבוש בתנור הסעת חום. קביעת זמן וטמפרטורה להפסד בעת ייבוש, התבססו על המלצות AOAC. כל מדידות הלחות מבוטאות באחוז בסיס חומר יבש.

ליצירת דוגמאות הנבדלים בתכולת לחות, נלקחו מכל מוצר 10 תת-דוגמאות. 5 הורטבו ע"י חשיפה ללחות יחסית של 100% בתוך תא ייבוש (דסיקטור) חתום ואילו 5 האחרים יובשו באמצעות חשיפה לאוויר מיובש בתוך תא ייבוש חתום אחר. תת הדוגמאות הוצאו מתאי הייבוש במועדים שונים על מנת ליצור דוגמאות הנבדלים בתכולת לחות. דוגמא שהוצא נחתם בכד והונח בצד עד שכל הדוגמאות הוצאו מתא הייבוש. זמן השהות של כל תת דוגמא של מוצר בתאי הייבוש הרטובים והיבשים הותאם על בסיס תכונות הפעפוע (diffusion) של המוצר. לאחר מכן נערכה אנליזה (כפול 3) לכל תת דוגמא לבדיקת תכולת לחות ופעילות מים. תכולת לחות נמדדה כמו קודם ופעילות מים נמדדה בעזרת סדרת 3TE של אקווה לאב, דקאגון.

תוצאות בדיקת האיזותרמה אופיינו באמצעות שימוש במודלים של GAB, BET, DLP וכן מודלים ליניאריים. ספיגה, DESORPTION ועקומות עבודה של איזותרמות DUPLICATE, עברו ניתוח כל אחד בנפרד. כמו כן נערך ניתוח לכל עקומת איזותרמה למרווחים מקוצרים המייצגים את שינויי טווח תכולת הלחות הטבעית של המוצר. תכולת לחות שנובאה תוך שימוש בערכים ממוצעים של פעילות מים הושוותה לתכולת לחות ממוצעת מהפסד חום תנור בעת ייבוש.

להשוואה בין עקומות/ מודלים של שילובי האיזותרם השונים נעשה שימוש בטעות הניבוי התקנית (SEP - Standard Error of Prediction) המוסברת כמרווח הביטחון ה-95 לערך המנובא מסביב לערך הממשי (ערך נמוך עדיף) ובערך ה- R^2 (ככל שקרוב ל-1 – טוב יותר). חוזקה היחסי של השיטה המשנית נמדד באיכות התאמתה למודל ההתייחסות.

במחקר זה, ערך ה-SEP יכול להיחשב כמדד של יכולת תכולת הלחות באמצעות שיטת פעילות מים להגיע להתאמה נכונה עם נתוני ההתייחסות.

מכיוון שאין תקן למדידת תכולת לחות, לא ניתן לחשב דיוק אמיתי (Isengard 2001). בספרות על תכולת לחות, דיוק (accuracy) ודייקנות (precision) משמשים לסירוגין אך במציאות, ניתן לקבוע רק דייקנות (precision). כתוצאה מכך, הדרך הטובה ביותר להשוואת שיטות תכולת לחות היא בהשוואת היכולת לחזור עליהן (repeatability). דייקנות של הפסד חום תנור בעת ייבוש ושל תכולת לחות באמצעות שיטות של פעילות מים חושבה כסטיית תקן ממוצעת של אנליזות שבוצעו 3 פעמים, מעבר לכל הדוגמאות של מוצר נתון.

T.M.I. Barak Ltd. טי. אמ. איי ברק בע"מ

מיכשור מדידה טכנולוגי

הראב"ע 10 רמת-גן ת.ד. 7631 מיקוד 52176

טלפון: 036782298 נייד: 0528372597 פקס: 035743807

Email: barak@tmi-barak.co.il

ספק משרד הביטחון מס' 83901667



תוצאות ודין

ערכי תכולת לחות מחושבים מפעילות מים היו בהתאמה מלאה עם ערכי הפסד חום בעת ייבוש לכל המוצרים כפי שניתן לראות מערכי ה-SEP הנמוכים וערכי ה- R^2 הגבוהים (טבלה 1)

ערך ה-SEP הגרוע ביותר התקבל כשתכולת הלחות נובאה באמצעות פעילות מים עבור בשר הבקר (0.49%) והערך הטוב ביותר התקבל עבור הכדורים (0.05%). מרבית השיטות המשניות מחשיבות SEP של 0.50% או נמוך מכך כקביל ופה כל ערכי ה-SEP היו בטווח שהראה כי ניתן לראות בבדיקת תכולת לחות באמצעות פעילות מים שיטה משנית חיה (VIALE)./ברת קיימא.

שרטוט 2 מציג את רמת ההתאמה המצוינת בין ערכי תכולת הלחות שנובאו עפ"י פעילות ה- R^2 מים וזאת שנקבעה תוך שימוש בהפסד חום תנור בעת ייבוש.

הערך הנמוך באופן בלתי רגיל של ה- R^2 עבור כדורים מקורו משינויים קלים בתכולת לחות מעבר למידגמים (איזותרמה שטוח מאוד). מטבלה 1 ניתן ללמוד שאין איזותרמה או שילוב מודלי מועדף עבור כל סוגי המוצרים.

טבלה 1.

עקומת האיזותרמה ושילובי מודלים שספקו את ערכי ה-SEP הנמוכים ביותר לכל סוג מוצר

מוצר	איזותרמה	מודל	REP	*SEP	R^2
אבקת חלב	פועל	ליניארי	1	0.19	0.97
קמח	פועל	DLP	1	0.17	0.99
מזון בעלי חיים	פועל	GAB	2	0.10	0.99
סירופ שוקולד	ספיחה	GAB	2	0.23	1.00
גראנולה	ספיחה	GAB	2	0.23	1.00
פתיתי תפוחי אדמה		ליניארי	2	0.21	0.97
כדורי תרופה מוצקים		DLP	2	0.05	0.45
חיטה מלאה		GAB	2	0.10	1.00
בקר מיובש	ספיחה	DLP	1	0.49	0.96

*SEP - הערכים הם ב-% לחות

T.M.I. Barak Ltd. טי. אמ. איי ברק בע"מ

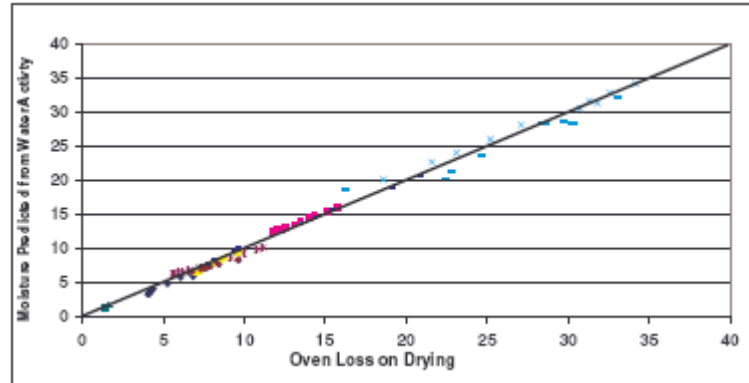
מיכשור מדידה טכנולוגי

הראב"ע 10 רמת-גן ת.ד. 7631 מיקוד 52176

טלפון: 036782298 נייד: 0528372597 פקס: 035743807

Email: barak@tmi-barak.co.il

ספק משרד הביטחון מס' 83901667



שרטוט 2 השוואה בין תכולות לחות מנובאות באמצעות פעילות מים (ציר y) לתכולות לחות שנקבעו תוך שימוש באיבוד חום תנור בעת ייבוש (ציר x) עבור: אבקת חלב (♦), קמח (■), מזון יבש לבע"ח (▲), סירופ שוקולד (×), חטיף גראנולה (*), פתיתי תפוח אדמה (•), תרופות בכדור (+), חיטה (-), בקר מיובש (—). הקו היציב מייצג שורת התאמה מושלמת של 1:1.

טבלה 2 מציגה השוואה בין הדיוק של שיטת אבדן חום תנור בעת ייבוש לבין שיטת מדידת תכולת לחות בעזרת פעילות מים. לכל מוצר שנבדק תכולת הלחות באמצעות פעילות מים הציגה דיוק טוב יותר למרות שאיבוד חום בעת ייבוש נחשבת לשיטה הבסיסית אליה מתייחסים (REFERENCE METHOD) **בטבלה 3** אפשר לראות כי בהשוואה לערכי הדיוק שדווחו עבור שיטות אחרות, לשיטת תכולת הלחות באמצעות פעילות מים יש רמת הדיוק הגבוהה ביותר.

T.M.I. Barak Ltd. טי. אמ. איי ברק בע"מ

מיכשור מדידה טכנולוגי

הראב"ע 10 רמת-גן ת.ד. 7631 מיקוד 52176

טלפון: 036782298 נייד: 0528372597 פקס: 035743807

Email: barak@tmi-barak.co.il

ספק משרד הביטחון מס' 83901667

טבלה 2

ערכי דיוק ממוצעים לאבדן חום תנור בעת ייבוש ולתכולת לחות באמצעות פעילות מים לכל המוצרים שעברו אנליזה. הערכי מייצגים סטיות תקן ממוצעות של שלוש אנליזות עבור 10 דוגמאות של כל מוצר.

המוצר	דיוק אבוד טמפ תנור (LOD) על ייבוש (%) לחות	דיוק מדידת לחות באמצעות (a_w % לחות)
אבקת חלב	0.217	0.023
קמח	0.09	0.013
מזון בעלי חיים	0.121	00.004
סירופ שוקולד	0.688	0.077
גראנולה	0.122	0.01
פתיית תפוחי אדמה	0.170	0.003
כדורי תרופה מוצקים	0.187	0.001
חיטה מלאה	0.217	0.019
בקר מיובש	1.068	0.118

T.M.I. Barak Ltd. טי. אמ. איי ברק בע"מ

מיכשור מדידה טכנולוגי

הראב"ע 10 רמת-גן ת.ד. 7631 מיקוד 52176

טלפון: 036782298 נייד: 0528372597 פקס: 035743807

Email: barak@tmi-barak.co.il

ספק משרד הביטחון מס' 83901667



טבלה 3 ערכי דיוק שדווחו עבור השיטות השכיחות ביותר לקביעת תכולת לחות

שיטה	דייקנות (דיוק) (% לחות)
תכולת לחות עפ"י פעילות מים	0.001 – 0.118
תנור ייבוש	0.1 – 0.5
ייבוש באינפרה אדום	0.1 – 0.5
ייבוש בהלוגן	0.1 – 0.5
ייבוש בגלי מיקרו	0.1 – 0.5
זיקוק (Distillation)	1
קארל פישר	0.05 – 0.5
ספקטרום אינפרה אדום	0.3 – 1
ספק. גלי מיקרו	0.3 – 1
ספק. NMR	0.1
GAS CHROMOTAGRAPY	0.01 – 0.1

מסקנה

מדידת תכולת לחות באמצעות פעילות מים היא אפשרות מעולה למדידת תכולת לחות ורצויה במיוחד כאשר נחוצות באותו דוגמא גם מדידה של תכולת מים וגם מדידת פעילות מים. נחוץ איזותרמה מוצר ספציפי, שניתן להשיגו באופן ידני או תוך שימוש במחולל איזותרמות. דיוקה של שיטה זאת הוא הטוב מכל השיטות המשניות/ שניוניות ועולה על דיוק השיטה המודדת עפ"י איבוד חום בעת ייבוש. לא ניתן לקבוע את הדיוק מכיוון שעד כה אין שיטה מוחלטת למדידת תכולת מים.