

¹*Агафонов О. С. канд. техн. наук, старший научный сотрудник,*

²*Франко Е. П. канд. техн. наук, доцент*

¹*ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур имени В. С. Пустовойта»,*

²*УО «Белорусский государственный аграрный технический университет», г. Минск*

СРАВНЕНИЕ ИЗВЕСТНОГО И РАЗРАБОТАННЫХ СПОСОБОВ ИДЕНТИФИКАЦИИ МАСЛИЧНОГО СЫРЬЯ

Ключевые слова: подсолнечник, лён, жирно-кислотный состав масла, олеиновая кислота, линоленовая кислота, импульсный метод ядерного магнитного резонанса (ЯМР)

Аннотация: в работе приводится описание разработанные способов идентификации масличного сырья (семян подсолнечника и льна) по содержанию характеристических жирных кислот, на основе импульсного метода ЯМР. Приведено описание основных отличительных особенностей разработанных и известного хроматографического способов определения массовой доли характеристических жирных кислот в масличном сырье. Представлены сравнительные результаты определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника и линоленовой в масле семян льна известным и разработанными способами.

Разработка и внедрение современных методов идентификации масличного сырья является актуальной задачей для масложировой отрасли. Наиболее перспективными, оперативными, экологически чистыми, безопасными и объективными являются способы оценки качества и идентификации масличного сырья и продуктом переработки на основе метода ядерного-магнитного резонанса (ЯМР). Разработанные способы на основе импульсного метода ЯМР имеют ряд существенных преимуществ по сравнению применяемым традиционным методом: оперативность, экологическая безопасность, высокая автоматизация, не разрушающий характер и отсутствие влияние человеческого фактора на результат.

Способ определение массовой доли жирных кислот в масличном сырье на основе хроматографического метода имеет ряд существенных недостатков, затрудняющих их применение при оперативном контроле масличного сырья и селекционной работе: разрушающий характер, длительность анализа, применение токсичных химических реагентов и высокие требования к квалификации персонала [1].

Во ВНИИМК (г. Краснодар) разработаны современные инструментальные экспресс-способы определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника и линоленовой кислоты в масле семян льна, на основе импульсного метода ЯМР, без извлечения масла из семян. Данные способы реализованы на серийно выпускаемых и широко используемых в масложировой отрасли России и стран СНГ.

Разработанные способы реализованы на ЯМР-анализаторе использующим в своей работе импульсный метод Карра-Парселла-Мейбума-Гилла. Идентификации

масличного сырья основывается на выявленных зависимостях между значениям ЯМ-релаксационных характеристик и содержанием характеристической жирной кислоты в масле анализируемых масличных семян. Для семян подсолнечника это олеиновая кислота, а для семян льна – линоленовая кислота. В качестве аналитического параметра для оценки содержания характеристических жирных кислот в семенах подсолнечника и льна выбрано средневзвешенное значение времени спин-спиновой релаксации протонов триацилглицеринов масла в семенах.

Аналитическая зависимость между средневзвешенным временем спин-спиновой релаксации и массовой долей жирных кислот в масле масличных семян имеют линейный характер с высоким коэффициентом корреляции - 0.993.

Внедрение данной методики по предварительным данным позволило более чем на 70% сократить количество анализов, выполняемых методом ГЖХ на предприятиях занимающихся заготовкой и переработкой высокоолеинового подсолнечника.

Предварительные результаты по определению содержания линоленовой кислоты в масле семян льна показывают, что внедрение данного метода в селекции позволит существенно повысить эффективность процесса. Благодаря неразрушающему характеру анализа появляется возможность не только идентифицировать семена льна с низким содержанием линоленовой кислоты, но и использовать их после проведения анализа в дальнейшей селекционном процессе.

В таблице 1 представлены основные характеристики известного и разработанных способов определения массовой доли олеиновой и линоленовой кислоты в масле семян подсолнечника и льна соответственно.

Таблица 1. Сравнительная характеристика способов определения массовой доли олеиновой и линоленовой кислот в масле семян подсолнечника и льна соответственно

Наименование характеристики	Значение характеристики	
	Хроматографический метод (ГОСТ Р 51483-99)	ЯМР (разработанный)
Диапазон измерения массовой доли жирной кислоты, % олеиновой (подсолнечник) линоленовой (лен)	0÷100 0÷100	30-90% 3-90%
Объем анализируемой пробы, см ³	-	25,0±1,0
Время проведения анализа, мин.	240	5
Пробоподготовка	Извлечение масла из семян, метилирование	Не требуется
Область применения методики	Нет ограничений	Нет ограничений
Термостатирование	(22,5±7,5)	(23±3)°С
Расходные материалы	Требуются	Не требуются
Квалификация персонала	Высокая	Не имеет значения
Воспроизводимость, %	3,0 абс.	5,0 абс.

Из данных таблицы 1 видно, что разработанные способы обеспечивают более высокую представительность результатов измерений (анализируется 5 проб по

25см³ отобранных из одного образца), а время анализа не превышает 5 минут для 5 повторностей. Предприятие получает информацию позволяющую произвести идентификацию масличного сырья по массовой доле характеристической жирной кислоты, а также одновременно определить основные показатели качества масличных семян – масличность и влажность.

Следует отметить, что способ на основе хроматографического метода требует дополнительной пробоподготовки с использованием токсичных химических реактивов (метилового спирта), расходных материалов и высокой квалификации обслуживающего лабораторного персонала.

Разработанные во ВНИИМК инструментальные способы определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника и линоленовой кислоты в масле семян льна, на основе метода ЯМР сопоставимы по погрешности с применяемым в настоящее время хроматографическим способом. Время анализа разработанными способами значительно меньше хроматографического способа, что позволяет оперативно идентифицировать масличные семена и контролировать технологические процессы, не требуют проведения специальной пробоподготовки, исключают применение токсичных химических веществ, обеспечивают высокую представительность, а простота и автоматизация процесса анализа снижает требования к квалификации персонала.

Список использованной литературы

1. Масла растительные. Метод определения жирно-кислотного состава: ГОСТ 30418-96. – Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2012. – 7с.

2. Агафонов О. С. Применение метода ЯМР для определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника/ О. С. Агафонов [и др.]// Материалы 18 Международной научно-практической конференции, посвященной памяти В. М. Горбатова «Развитие биологических и постгеномных технологий для оценки качества сельскохозяйственного сырья и создания продуктов здорового питания», 9-10 декабря, 2015. - С.24-27.

3. Агафонов О. С. Высокоолеиновый подсолнечник и современные методы контроля содержания олеиновой кислоты / О. С. Агафонов [и др.] // Минск: Пищевая промышленность: наука и технология. №4(22) С. 91-94.

4. Агафонов О. С. Ядерно-магнитные релаксационные характеристики протонов масла семян льна с различным жирно-кислотным составом / О. С. Агафонов [и др.] // Масличные культуры. Научно-технический бюллетень Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур. – 2017. – Вып. 1 (169). – С.40–45.

5. Агафонов О. С. Экологически безопасный экспресс-способ оценки качества и идентификации семян льна на основе метода ЯМР /О.С. Агафонов, С.В. Скляров // Сборник трудов XVI Международной научно-практической конференции «Стратегические направления развития АПК стран СНГ», 27-28 февраля, г. Барнаул. 2017. – С.449-451.