

Градуировка аттестационного ЯМР-анализатора АМВ-1006М для определения масличности семян подсолнечника по натуральным образцам подсолнечного масла

Агафонов О. С., Прудников С. М.

ФГБНУ Федеральный научный центр «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур им. В. С. Пустовойта», г. Краснодар, Россия, e-mail: vniimk@rambler.ru

Аннотация: В исследовании приведены результаты исследования градуировки аттестационного ЯМР-анализатора АМВ-1006М с использованием натуральных семян подсолнечника и маслами, полученными из них, а также рафинированными и дезодорированными маслами. Установлено, что градуировочные зависимости, полученные, при использовании масел по своим метрологическим характеристикам не уступают полученным с использованием семян подсолнечника.

Ключевые слова: градуировка, ЯМР-анализатор, масличность, влажность, стандартные образцы (СО), подсолнечник

Промышленное использование импульсного метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР) для определения масличности семян подсолнечника широко начало применяться в Советском Союзе с середины 80-х годов прошлого века с началом серийного выпуска ЯМР-анализаторов АМВ-1002. В дальнейшем их сменили ЯМР-анализаторы АМВ-1006, а в настоящее время на предприятиях масложирового комплекса России используются ЯМР-анализаторы АМВ-1006М [1]. В настоящее АМВ-1006М широко используется для определения показателей масличности и влажности в соответствии с методикой, утвержденной [2,3].

Градуировка этих анализаторов для определения масличности семян подсолнечника осуществляется с использованием ГСО 3107-84 [3,4], которые до истечения срока действия Свидетельства об утверждении типа в 2016 году использовались и для поверки ЯМР-анализаторов АМВ-1006М.

СО, изготовленные на основе химически инертных веществ-имитаторов (кремнийорганических жидкостей) [6] ЯМ-релаксационных характеристик протонов масла в семенах подсолнечника, проходят аттестацию метрологических характеристик (показатель масличности) на специальном аттестационного ЯМР-анализаторе АМВ-1006М, градуировка которого проводится по натуральным образцам семян подсолнечника с различной масличностью, определяемой экстракционным методом по ГОСТ 10857-64 [7].

При проведении градуировки по натуральным семенам подсолнечника использовали пять образцов семян массой 100 -120 г каждой масличности, которые предварительно анализировали на ЯМР-анализаторе с использованием разработанного программного обеспечения [8]. Далее определяли их масличность в пересчете на абсолютно сухое вещество в четырех параллельных определениях на двух различных банях для каждого образца. За результаты измерения принимали средние значения масличности семян и амплитуд сигналов ЯМР протонов масла для каждого образца.

Полученные результаты использовали для построения градуировочных зависимостей массы масла в анализируемой пробе семян от амплитуды сигнала ЯМР протонов масла (или его имитатора).

Целью наших исследований являлась возможность использования для градуировки аттестационного ЯМР-анализатора АМВ-1006М натуральных образцов подсолнечного масла, масса которых измерялась на аналитических весах с погрешностью 0,001г.

При проведении исследований использовались образцы подсолнечного масла, полученные экстракцией и прессованием, образцов семян подсолнечника селекции ВНИИМК,

образцов товарных семян подсолнечника, выращенных в регионах России, а также образцов подсолнечного масла, приобретенных в торговых сетях с различным жирнокислотным составом и значением кислотного числа масла.

Установлено, что полученные градуировочные зависимости по своим метрологическим характеристикам (погрешность определения масличности не более $\pm 0,2\%$ абс.) не уступают результатам градуировки по семенам подсолнечника с использованием метода экстракции. Выявлено, что приготовленные для градуировки образцы подсолнечного масла, хранящиеся при температуре 8 °С, могут использоваться для градуировки на протяжении не менее 3 месяцев.

ЛИТЕРАТУРА

1. ЯМР-анализатор АМВ-1006М. Руководство по эксплуатации М Р2.00495.964 РЭ. Краснодар: ВНИИМК, 2016. С. 46.
2. ГОСТ 8.597-2010 ГСИ. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса. М. : Стандартинформ, 2012. С. 8.
3. Прудников С.М. Научно-практическое обоснование способов идентификации и оценки качества масличных семян и продуктов их переработки на основе метода ядерной магнитной релаксации : диссертация ... доктора технических наук : 05.18.06, 05.18.15. Краснодар, 2003. 265 с.
4. Имитатор сигналов свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спиновых эхо от масла в семенах масличных культур: пат. 2191998 РФ; № 2000129291/28, заявл. 22.11.2000; опубл. 27.10.2002.
5. Витюк Б. Я., Аспиотис Е. Х. Стандартные образцы для градуировки и поверки ЯМР-анализаторов масличности и влажности семян масличных культур // I Всесоюзное совещание спектроскопии координационных соединений: тез. докл. Краснодар: 1980. С. 16.
6. Рейхофельд Л. Химия и технология кремнийорганических эластомеров. Химия. Ленинград. 1980. 234 с.
7. ГОСТ 10857-64 Семена масличные. Метод определения масличности. М.: Стандартинформ, 2010. С. 6.
8. Агафонов О.С., Зверев Л.В., Прудников С.М. Программный комплекс управления, приёма, обработки и хранения информации ЯМР-Анализатора. Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ 2019666343, 09.12.2019. Заявка № 2019663063 от 09.10.2019.