

УДК 665.35: 54.062

**ВЛИЯНИЕ АППАРАТУРНЫХ  
ФАКТОРОВ НА РЕЗУЛЬТАТЫ  
ИЗМЕРЕНИЯ МАСЛИЧНОСТИ,  
ВЛАЖНОСТИ И МАССОВОЙ ДОЛИ  
ОЛЕИНОВОЙ КИСЛОТЫ  
В СЕМЕНАХ ПОДСОЛНЕЧНИКА  
МЕТОДОМ ЯМР**

**С.М. Прудников,**

доктор технических наук, профессор

**О.С. Агафонов,**

кандидат технических наук

**Л.В. Зверев,**

кандидат химических наук

ФГБНУ ВНИИМК

Россия, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, д. 17

Тел.: (861) 275-74-47

E-mail: sacred\_jktu@bk.ru

*Для цитирования:* Прудников С.М., Агафонов О.С., Зверев Л.В. Влияние аппаратурных факторов на результаты измерения масличности, влажности и массовой доли олеиновой кислоты в семенах подсолнечника методом ЯМР // Масличные культуры. Научно-технический бюллетень Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур. – 2016. – Вып. 4 (168). – С. 31–35.

**Ключевые слова:** ЯМР-анализатор АМВ-1006М, технические характеристики, масличность, влажность, массовая доля олеиновой кислоты.

Цель работы изучить влияние аппаратурных факторов на результаты измерения показателей качества семян подсолнечника (масличности, влажности и массовой доли олеиновой кислоты) на ЯМР-анализаторе масличности и влажности АМВ-1006М. К основным аппаратурным факторам, которые могут оказывать влияние на результаты измерений, относятся: стабильность и точность поддержания оптимальных резонансных условий для ядер водорода в анализируемой пробе и стабильность мощности радиоимпульсов. В качестве объектов исследования были отобраны образцы семян подсолнечника с масличностью 36,0–51,5 %, влажностью 4,5–14,7 % и содержанием олеиновой кислоты в масле 30–87 %. Отклонение резонансных условий от оптимальных значений и отклонение напряжения питания выходного каскада усилителя мощности создавались искусственно, с помощью специально разрабо-

танной программы управления резонансными условиями и мощностью. Показано, что расстройка резонансных условий в диапазоне  $\pm 4 \cdot 10^{-5}$  отн. ед. и мощности УМ в диапазоне  $\pm 4$  % не оказывает влияния на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника и находится в пределах погрешностей используемого метода. Установлено, что расстройка резонансных условий оказывает существенное влияние на измеренное значение содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. В среднем расстройка на величину  $\pm 10^{-5}$  отн. ед. приводит к погрешности до 5,0–5,5 %. Установлено, что расстройка усилителя мощности на 1 % приводит к изменению измеренного значения содержания олеиновой кислоты в среднем на 3,5–4,0 %. Оптимальные значения аппаратурных факторов для получения результатов измерений массовой доли олеиновой кислоты в семенах подсолнечника с заданной погрешностью обеспечиваются стабилизацией резонансных условий в пределах не более  $\pm 2 \cdot 10^{-6}$  отн. ед. и стабильностью мощности УМ не более  $\pm 0,2$  %.

UDC 665.35: 54.062

**Influence of apparatus factors on the results of measures of oil content, moisture, and percentage of oleic acid in sunflower seeds by a NMR-method.**

**Prudnikov S.M.,** doctor of engineering, professor

**Agafonov O.S.,** candidate of engineering

**Zverev L.V.,** candidate of chemistry

FGBNU VNIIMK

17, Filatova str., Krasnodar, 350038, Russia

Tel.: (861) 275-74-47

E-mail: sacred\_jktu@bk.ru

**Key words:** NMR-analyzer AMV-1006M, technical characteristics, oil content, moisture, percentage of oleic acid.

The aim of the work is to study impact of apparatus factors on the results of measurements of qualitative traits of sunflower seeds (oil content, moisture and weight percentage of oleic acid) using NMR-analyzer oil content and moisture AMV-1006M. The primary apparatus factor that may influence on the measurements results are stability and accuracy of maintaining of optimal resonance conditions for hydrogen nucleuses in an analyzed sample and stability of radioimpulse signals energy. As an objective for research there were chosen sunflower seeds samples with the following traits: oil content 36.0–51.5%, moisture 4.5–14.7% and oleic acid content in oil 30–87%. Deviation of the resonance conditions from the optimal meanings and deviation of source voltage of amplifier output stage of energy were created artificially, by means especially developed control program of the resonance conditions and energy.

Detuning of resonance conditions within a range  $\pm 4 \cdot 10^{-5}$  of relative units and energy of power amplifier within a range  $\pm 4\%$  did not affect the measured meanings of oil content and moisture of sunflower seeds, and lies in error limits of the used method. Detuning of the resonance conditions influenced significantly on measured meaning of oleic acid content in oil of sunflower seeds. In average, detuning on a value  $\pm 10^{-5}$  of relative units leads to an error up to 5.0–5.5%. Detuning of an energy amplifier up to 1% leads to variation of the measured meaning of oleic acid content in average on 3.5–4.0%. The optimal meanings of apparatus factors to obtain the results on measuring of percentage of oleic acid in sunflower seeds with specified error are provided by stabilization of the resonance conditions within no more than  $\pm 2 \cdot 10^{-6}$  of relative units and stability of energy of power amplifier no more than  $\pm 0.2\%$ .

**Введение.** Одним из основных факторов успешного функционирования предприятий масложировой отрасли в настоящее время является внедрение современных методов технического контроля технологических процессов. Для получения продукции, отвечающей высоким показателям качества, необходимо оперативно контролировать не только качество исходного сырья, но и все этапы процесса производства.

Наиболее перспективными, экологически чистыми, безопасными и экспрессными являются способы оценки качества и идентификации продуктов, масличного сырья и вторичных ресурсов (лузга, шрот), разработанные на основе метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР).

Одним из вариантов такого технического решения является ЯМР-анализатор масличности и влажности семян масличных культур и продуктов их переработки АМВ-1006М. В настоящее время эти ЯМР-анализаторы используются более чем на 250 предприятиях масложировой отрасли России и других стран СНГ.

На базе ЯМР-анализатора АМВ-1006М разработан и проходит производственные испытания экспрессный способ определения массовой доли олеиновой кислоты в масле непосредственно в семенах подсолнечника одновременно с определени-

ем их масличности и влажности. Испытания проходят на предприятиях Оренбургской, Воронежской областей, а также в селекционных организациях Краснодарского края [1; 2].

Из теории импульсных методов ЯМР известно, что форма огибающей сигналов спинового эха и сигнала свободной прецессии протонов, содержащихся в анализируемой пробе, зависят не только от химического состава образца, его температуры, но и от аппаратных факторов.

К основным аппаратным факторам, влияющим на результаты измерений импульсными методами ЯМР, относятся стабильность и точность поддержания оптимальных резонансных условий для ядер водорода в анализируемой пробе.

Помимо этого на точность результатов измерений оказывает влияние стабильность мощности радиочастотных импульсов, возбуждающих спиновую систему протонов в анализируемой пробе. Стабильность мощности радиочастотных импульсов в методе Карра–Парселла–Мейбума–Гилла определяется стабильностью напряжения питания выходного каскада усилителя мощности радиоимпульсов (УМР).

Исходя из вышеизложенного, были проведены исследования влияния стабильности настройки узлов и блоков ЯМР-анализатора АМВ-1006М на результаты измерения масличности, влажности и содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

**Материалы и методы.** Для исследования были отобраны образцы семян подсолнечника с различной масличностью (36,0–51,5 %), влажностью (4,5–14,7 %) и содержанием олеиновой кислоты (30–87 %) в масле.

Отклонение резонансных условий (РУ) от оптимальных значений и отклонение напряжения питания выходного каскада УМР создавались искусственно, с помощью специально разработанной программы управления РУ и мощностью.

Все образцы семян были подготовлены в соответствии с рекомендованными в отрасли методиками [3; 4; 5; 6], перед измерениями выдерживались в течение часа при температуре 23 °С.

**Результаты и обсуждение.** В таблицах 1 и 2 приведены данные влияния расстройки РУ (в отн. ед.) на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника на ЯМР-анализаторе АМВ-1006М для образцов семян с масличностью 51,5 и 45,2 % и содержанием олеиновой кислоты 40 и 87 % соответственно.

Таблица 1

**Влияние расстройки РУ на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника с масличностью 51,5 % и содержанием олеиновой кислоты 40 %**

Расстройка РУ, $1 \cdot 10^{-5}$ отн. ед.	Масличность, %	Влажность, %
-4	51,5	5,2
-3	51,4	5,5
-2	51,6	5,3
-1	51,5	5,4
0	51,5	5,2
1	51,7	5,2
2	51,8	5,4
3	51,4	5,3
4	51,5	5,2

Таблица 2

**Влияние расстройки РУ на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника с масличностью 45,2 % и содержанием олеиновой кислоты 87 %**

Расстройка РУ, $1 \cdot 10^{-5}$ отн. ед.	Масличность, %	Влажность, %
-4	45,5	6,1
-3	45,5	6,6
-2	45,4	6,5
-1	45,2	6,3
0	45,2	6,3
1	45,4	6,2
2	45,3	6,6
3	45,5	6,4
4	45,2	6,4

Из представленных в таблицах 1 и 2 данных видно, что расстройка РУ в пределах  $\pm 4 \cdot 10^{-5}$  отн. ед. не оказывает влияния на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника и находится в пределах погрешностей используемого метода ( $\pm 0,5$  абс. %).

В таблицах 3 и 4 представлены данные влияния расстройки напряжения питания выходного каскада УМР, на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника на ЯМР-анализаторе АМВ-1006М.

Из полученных данных следует, что расстройка УМР передатчика в пределах  $\pm 4$  % также не оказывает существенного влияния на определение показателей масличности и влажности семян подсолнечника, находится в пределах погрешности метода ( $\pm 0,5$  абс. %).

Таблица 3

**Влияние расстройки напряжения питания передатчика на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника с масличностью 51,5 %**

Расстройка УМР, %	Масличность, %	Влажность, %
-4	51,4	5,4
-2	51,2	5,5
0	51,4	5,2
2	51,5	5,3
4	51,7	5,5

Таблица 4

**Влияние расстройки напряжения передатчика на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника с масличностью 45,4 %**

Расстройка УМР, %	Масличность, %	Влажность, %
-4	45,5	6,6
-2	45,3	6,7
0	45,4	6,3
2	45,2	6,5
4	45,2	6,4

На следующем этапе изучалось влияние расстройки РУ на измеренное значение содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, данные представлены на графиках 1 и 2.

Из данных, представленных на рисунках 1 и 2, видно, что расстройка РУ оказывает существенное влияние на измеренное значение содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. В среднем расстройка на величину  $\pm 10^{-5}$  отн. ед. приводит к погрешности до 5,0–5,5 %. Для уменьшения значения этой погрешности до величины не более  $\pm 1$  % необходимо

обеспечить стабильность поддержания оптимальных РУ с погрешностью не более  $\pm 2 \cdot 10^{-6}$  отн. ед.

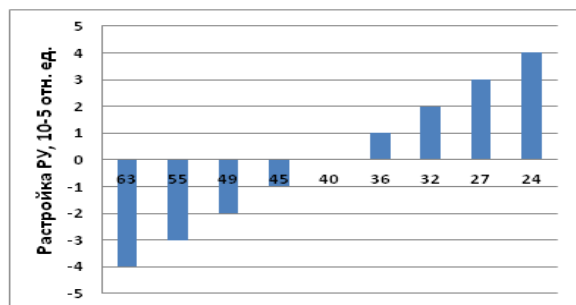


Рисунок 1 – Влияние расстройки РУ на измеренное значение массовой доли олеиновой кислоты (40 %) в масле семян подсолнечника с масличностью 51,5 %

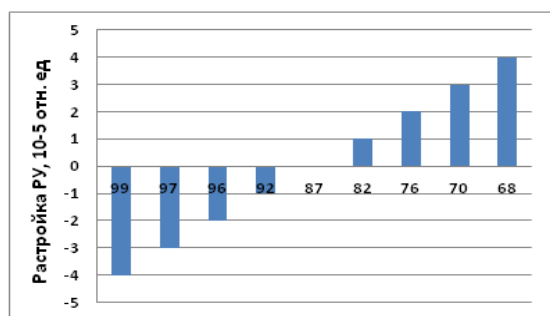


Рисунок 2 – Влияние расстройки РУ на измеренное значение массовой доли олеиновой кислоты (87 %) в масле семян подсолнечника с масличностью 45,2 %

На рисунке 3 и 4 представлены графики влияния расстройки мощности УМР на измеренные значения содержания олеиновой кислоты в масле семени подсолнечника.

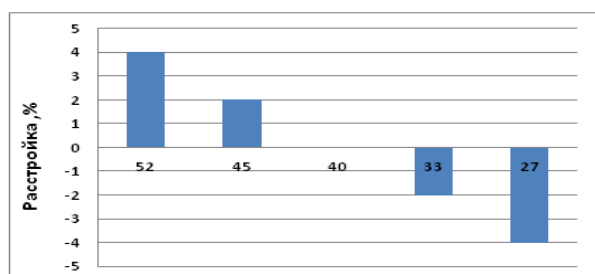


Рисунок 3 – Влияние расстройки УМР на измеренное значение массовой доли олеиновой кислоты (40 %) в масле семян подсолнечника с масличностью 51,5 %

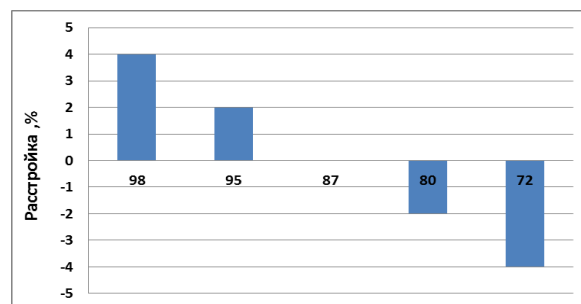


Рисунок 4 – Влияние расстройки мощности УМР на измеренное значение массовой доли олеиновой кислоты (87 %) в масле семян подсолнечника с масличностью 45,5 %

Из представленных данных видно, что расстройка УМР также оказывает существенное влияние на измеренное значение содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Так изменение УМР на 1 % приводит к изменению измеренного значения содержания олеиновой кислоты в среднем на 3,5–4,0 %.

**Выводы.** На основании полученных данных можно сделать следующие выводы. Расстройка РУ (в диапазоне  $\pm 4 \cdot 10^{-5}$  отн. ед.) и УМР (в диапазоне  $\pm 4$  %) не оказывает влияния на измеренные значения масличности и влажности семян подсолнечника.

В то же время для измеренных значений содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника указанные выше расстройки являются существенными. Для устранения этого влияния необходима разработка технических решений блоков ЯМР-анализатора, обеспечивающих стабилизацию резонансных условий в пределах не более  $\pm 2 \cdot 10^{-6}$  отн. ед. и стабильность мощности УМ не более  $\pm 0,2$  %.

Поддержание указанных условий позволяет определять содержание олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника в диапазоне от 30–90 % с погрешностью не более 1,5–2,0 % абс. ед.

## Список литературы

1. Агафонов О.С., Витюк Б.Я., Прудников С.М. [и др.]. Высокоолеиновый подсолнечник и современные методы контроля содержания олеиновой кислоты // Пищевая промышленность: наука и технология. – Минск: Изд-во ОДО «Геопринт», 2013. – № 4 (22). – С. 91–94.
2. Пат. 2366935 С1 Российская Федерация, МПК G01N 24/00. Способ определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника / Б.Я. Витюк, И.А. Гореликова; 2008116369/04; заявл. 24.04.2008; опубл. 10.09.2009 г., Бюл. № 25.
3. ГОСТ 30418-96. Масла растительные. Метод определения жирнокислотного состава. – Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации: Белорус. гос. ин-т стандартизации и сертификации, 2012. – 7 с.
4. ГОСТ Р 51 483-99. Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров индивидуальных жирных кислот к их сумме. – М.: ИПК Изд-во станартов, 2001. – С. 151–159.
5. ГОСТ 28238-89. Подсолнечник. Метод определения массовой доли олеиновой кислоты по показателю преломления масла. – М.: Изд-во Стандартиформ, 2006. – 7 с.
6. Прудников С.М. Научно-практическое обоснование способов идентификации и оценки качества масличных семян и продуктов их переработки на основе метода ядерной магнитной релаксации: автореф. дис. ... д-ра тех. наук / Сергей Михайлович Прудников. – Краснодар, 2003. – 54 с.

## References

1. Agafonov O.S., Vityuk B.Ya., Prudnikov S.M. [i dr.]. Vysokooleinovy podsolnechnik i sovremennyye metody kontrolya sodержaniya oleinovy kisloty // Pishchevaya promyshlennost': nauka i tekhnologiya. – Minsk: Izd-vo ODO «Geoprint», 2013. – № 4 (22). – S. 91–94.
2. Pat. 2366935 S1 Rossiyskaya Federatsiya, MPK G01N 24/00. Sposob opredeleniya sodержaniya oleinovy kisloty v masle semyan podsolnechnika / B.Ya. Vityuk, I.A. Gorelikova; 2008116369/04; zayavl. 24.04.2008; opubl. 10.09.2009 g., Byul. № 25.
3. GOST 30418-96. Masla rastitel'nye. Metod opredeleniya zhirno-kislotnogo sostava. – Minsk: Mezhhgosudarstvennyy sovet po standartizatsii, metrologii i sertifikatsii: Belarus. gos. in-t standartizatsii i sertifikatsii, 2012. – 7 s.
4. GOST R 51 483-99. Masla rastitel'nye i zhiry zhivotnye. Opredelenie metodom gazovoy khromatografii massovoy doli metilovykh efirov individual'nykh zhirnykh kislot k ikh summe. – M.: IPK Izd-vo stanartov, 2001. – S. 151–159.
5. GOST 28238-89. Podsolnechnik. Metod opredeleniya massovoy doli oleinovy kisloty po pokazatelyu prelomleniya masla. – M.: Izd.-vo Standartinform, 2006. – 7 s.
6. Prudnikov S.M. Nauchno-prakticheskoe obosnovanie sposobov identifikatsii i otsenki kachestva maslichnykh semyan i produktov ikh pererabotki na osnove metoda yadernoy magnitnoy relaksatsii: avtoref. dis. ... d-ra tekh. nauk / Sergey Mikhaylovich Prudnikov. – Krasnodar, 2003. – 54 s.