

УДК 665.372:543.422.25

**ФАКТОРЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА ПОГРЕШНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ  
КАЧЕСТВА СЕМЯН ПОДСОЛНЕЧНИКА ЯМР-АНАЛИЗАТОРАМ АМВ-1006М,  
И СПОСОБЫ УМЕНЬШЕНИЯ ИХ ВЛИЯНИЯ**

**Агафонов О.С.**

350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, д. 17  
ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК  
sacred\_jktu@bk.ru

В статье представлены результаты исследований факторов влияющих на погрешность результатов измерения показателей качества семян подсолнечника с использованием импульсного метода ЯМР, в условиях производственных лабораторий. Представлены основные пути снижения влияния данных факторов на результаты измерения показателей качества семян подсолнечника. Приведены результаты измерений полученные после внедрения разработанной методики и пробоотборного устройства, для экспресс-способа определения показателей качества масличных семян

*Ключевые слова:* ядерно-магнитная релаксация (ЯМР), семена подсолнечника, влажность, масличность, массовая доля олеиновой кислоты, пробоотборное устройство.

**Введение.** В ходе проведенных ранее исследований [1-3] был разработан современный экспресс-способ определения показателей качества семян подсолнечника с использованием импульсного метода ЯМР. Отличительной особенностью разработанного способа является возможность одновременного определения масличности, влажности и массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, отсутствие необходимости применения токсичных химических реагентов и неразрушающий характер,

По результатам испытаний разработанного способа в условиях производственных лабораторий, получены данные о эксплуатационных характеристиках разработанного способа. При проведении анализа результатов производственных испытаний были выявлены основные факторы, оказывающие значительное влияние на величину погрешности результатов измерений:

- разнокачественность анализируемых образцов семян;
- различие температуры анализируемых семян и температуры в лаборатории, где располагает ЯМР-анализатор, используемый при проведении анализов;
- человеческий фактор при отборе проб с помощью пробоотборного стакана, входящего в комплект каждого серийного ЯМР-анализатора АМВ-1006М

Цель исследования заключается в выявление технологических операций в результате которых возникают погрешности измерений показателей качества семян подсолнечника на основе импульсного метода ЯМР и разработки способов по их уменьшения в условиях производственных лабораторий.

**Материалы и методы.** Лабораторные исследования выполнялись в отделе физических методов исследований ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК с применением современных физико-химических и физических методов исследований, современной радиоэлектронной базы комплектующих элементов.

Для исследований были отобраны образцы семян подсолнечника селекции ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК, а также образцы семян, отобранные на предприятиях, где производятся производственные испытания разработанного экспресс способа определения показателей качества семян подсолнечника, Массовая доля олеиновой кислоты в исследуемых образцах изменялась в диапазоне от 49% до 86%.

Определение аттестованного значения массовой доли олеиновой кислоты выполняли в лаборатории биохимии ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК после извлечения из них масла методом прессования, в соответствии с ГОСТ 30418-96 [6] на хроматографе «Хроматэк-Кристалл 5000».

Ядерно-магнитные релаксационные (ЯМ-релаксационных) характеристики протонов масла семян подсолнечника, измеряли на модернизированных серийных ЯМР-анализаторах АМВ-1006М в отделе физических методов исследований ВНИИМК, и используемых в производственных лабораториях ряда предприятий. Пробоподготовку исследуемых образцов семян подсолнечника для определения масличности и влажности с использованием импульсного метода ЯМР проводили по ГОСТ 8.597-2010 [7].

**Результаты и обсуждения.** В работах [4, 5] показано, что разнокачественность семян подсолнечника определяется природными биологическими особенностями семян, условиями их выращивания, а также может возникать в случаях, когда в одну партию входят семена различного происхождения. Для анализируемых образцов семян, отобранных в ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК, разнокачественность по показателю массовой доли олеиновой кислоты не превышала 4%, в то время как в анализируемых образцах семян, отобранных в процессе производственных испытаний, данный показатель изменял в диапазоне от 3 до 10%.

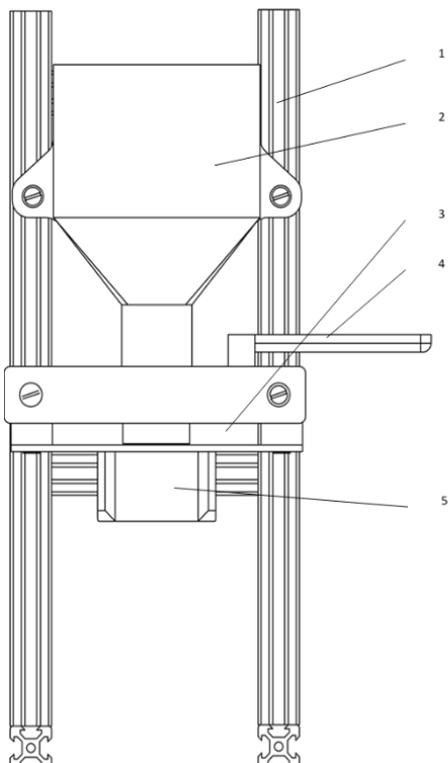
Решением, позволяющим уменьшить влияние этого фактора на величину погрешности измерения показателей качества семян подсолнечника, является увеличения представительности анализируемого образца за счет увеличения количества параллельных анализируемых проб с 5 до 10.

Второй фактор, влияющий на величину погрешности измерений показателей качества семян подсолнечника, – это различие температуры анализируемых семян и температуры в лаборатории, где располагает ЯМР-анализатор используемый при проведении анализов.

Третий фактор – это человеческий фактор при отборе проб с помощью пробоотборного стакана, входящего в комплект каждого серийного ЯМР-анализатора АМВ-1006М.

При этом наибольшее влияние второй и третий факторы оказывают на точность измерений массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. В то время как на измеренные значения показателей масличности и влажности семян подсолнечника указанные факторы влияют в значительно меньшей степени благодаря встроенной коррекции результатов измерений.

Решением, позволяющим уменьшить влияние второго и третьего факторов на измеренные значения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, является оснащение ЯМР-анализаторов дополнительным пробоотборным устройством (рис.). Основными требованиями, которые предъявлялись при разработке конструкции такого пробоотборника, являются фиксированный объем пробы и возможность измерения ее температуры непосредственно перед проведением измерений.



*Рисунок* – Чертеж второго варианта пробоотборного устройства для семян подсолнечника

При разработке пробоотборного устройства использовались современные программные решения для трехмерного проектирования и аддитивных технологий (3D-печать), что позволило упростить технологию изготовления пробоотборного устройства.

Основные элементы усовершенствованного пробоотборного устройства следующие:

- стойка из алюминиевого профиля (1);
- бункер для семян с встроенным цифровым датчиком температуры (2);
- каретка, совмещенная с дозатором заданного объема (3) и ручкой (4);
- фиксатор пробирки анализатора (5).

Все узлы пробоотборного устройства выполнены из прочного пластика и размещаются на стойке, выполненной из конструкционного анодированного алюминия. Это обеспечивает прочность, простоту изготовления, низкую стоимость и легкость устройства, а также привлекательный внешний вид. Бункер дозатора имеет прямоугольную форму, коническую в нижней части и открытую верхнюю часть для заполнения бункера анализируемым образцом семян. Объем бункера равен  $300 \text{ см}^3$ , что обеспечивает возможность выделения до 12 проб объемом  $25 \text{ см}^3$  из анализируемого образца.

В таблице 1 представлены данные измеренных значений массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника полученных с применением пробоотборного устройства. Аттестованное значение – данные полученные хроматографическим методом.

**Таблица – Измеренные значения массовой доли олеиновой кислоты с применением пробоотборного устройства**

Образец №	Массовая доля олеиновой кислоты, %												Δ, %
	проба										Значение		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	среднее	аттестованное	
1	51	48	54	50	51	49	50	49	48	51	50	49	-1
2	55	56	52	55	51	51	50	49	51	48	52	54	2
3	56	50	51	50	52	54	51	55	50	55	52	55	3
4	71	69	69	66	61	63	59	63	60	64	65	66	2
5	69	65	63	65	71	70	69	75	71	72	69	67	-2
6	74	75	75	69	81	76	77	70	72	77	75	76	1
7	75	81	76	72	72	77	74	75	78	79	76	78	2
8	92	83	81	85	80	85	91	86	83	88	85	86,0	1

Из представленных в таблице данных можно сделать вывод, что применение разработанного пробоотборного устройства позволяет уменьшить погрешность измерений показателя массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника до 3%, в условиях производственных лабораторий, в то время как без пробоотборного устройства погрешность могла достигать 10%.

**Выводы.** В ходе проведенных исследований была выявлена необходимость и разработано пробоотборное устройство позволяющее значительно повысить точность результатов показателя массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника на основе импульсного метода ЯМР. Результат достигается внедрением в методику выполнения измерений разработанного пробоотборного устройства позволяющего повысить точность отбора пробы по объему и проводить измерение температуры каждой анализируемой пробы.

Разработанная конструкция достаточна проста в изготовлении и обладает высокими эксплуатационными характеристиками и позволяет ускорить процесс отбора проб из анализируемого образца семян. В дальнейшем будут проведены испытания разработанного пробоотборного устройства в условиях производственных лабораторий предприятий партнеров.

#### Литература

1. Способ определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника: пат. 2366935 С1 Рос. Федерация, МПК G01N 24/00. / Б.Я. Витюк, И.А. Гореликова.- заявка № 2008116369/04; заявл. 24.04.2008; опубл. 10.09.2009. – Бюл. № 25.
2. Агафонов О.С. и др. Высокоолеиновый подсолнечник и современные методы контроля содержания олеиновой кислоты // Минск.– Пищевая промышленность: наука и технология 2013. – №4(22).– С. 91-94.
3. Агафонов О.С. и др. Применение метода ЯМР для определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника // Материалы 18 Международной научно-практической конференции, посвященная памяти В. М. Горбачева «Развитие биологических и постгеномных технологий для оценки качества сельскохозяйственных культур и продукто здорового питания». – М. – 2015. – С. 24-27.
4. Akkaya Murat Reis, Çil Abdullah, Çil Ayşe Nuran, *at al.*The influence of sowing dates on the oil content and fatty acid composition of standard, mid-oleic and high-

oleic types of sunflower (*Helianthus annuus* L.) // Food Science and Technology, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1590/fst.20118>

5. Демури́н, Я. Н., Борисенко, О. М. Наследование повышенного содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника // Масличные культуры. – 2011. – Вып. (148-149). – С. 72-74.

6. ГОСТ 30418-96. Масла растительные. Метод определения жирнокислотного состава // М.: Стандартинформ. – 2013. – 7 с.

7. ГОСТ 8.597-2010 ГСИ. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика выполнения измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса // М.: Стандартинформ. – 2011. – 8 с.

#### **DEVELOPMENT OF A DEVICE FOR SELECTING SAMPLES OF OIL SEEDS FOR AMV-1006M NMR ANALYZER**

**Agafonov O.S.**

The article presents the results of studies of factors affecting the accuracy of the results of measuring the mass fraction of oleic acid in sunflower seed oil using the pulsed NMR method. Analysis of the data obtained during the production tests allowed identifying factors that increase the error of measurement results. The article presents data characterizing the main components of the developed sampling device, as well as the results of determining the mass fraction of oleic acid in oil of sunflower seeds after incorporation into the measurement technique of the developed sampling device.

*Keywords:* nuclear magnetic relaxation (NMR), sunflower seeds, moisture, oil content, sampling device