

■ СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ / MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48
УДК 633.52:633.854.54

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ-ИМИТАТОРОВ МАССОВОЙ ДОЛИ ОЛЕИНОВОЙ КИСЛОТЫ В МАСЛЕ СЕМЯН ПОДСОЛНЕЧНИКА

© О. С. Агафонов, С. М. Прудников

ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур им. В. С. Пустовойта»,
г. Краснодар, Российская Федерация
e-mail: sacred_jktu@bk.ru

Поступила в редакцию – 29 июля 2019 г., после доработки – 02 октября 2019 г.
Принята к публикации – 18 октября 2019 г.

В статье представлены результаты исследований ядерно-магнитных релаксационных характеристик протонов, содержащихся в различных марках кремнийорганических жидкостей, с целью обоснования возможности их применения при разработке стандартных образцов-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Приведены данные, характеризующие ЯМР-релаксационные характеристики кремнийорганических жидкостей, различающихся по показателю вязкости. Исходя из диапазона изменения времени спин-спиновой релаксации протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты (157–200 мс), выбраны кремнийорганические жидкости, которые позволяют наиболее точно имитировать огибающие сигналов спинового эхо протонов масла в семенах. Разрабатываемые стандартные образцы-имитаторы предполагается использовать для градуировки ЯМР-анализаторов с целью определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Ключевые слова: семена подсолнечника, масло, массовая доля олеиновой кислоты, ядерно-магнитная релаксация, экспресс-метод, стандартные образцы-имитаторы, вещества-имитаторы

Ссылка при цитировании:

Агафонов О. С., Прудников С. М. Разработка стандартных образцов-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 41–48. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48.

For citation:

Agafonov O. S., Prudnikov S. M. Development of Simulator Reference Materials of Oleic Acid Mass Fraction in Sunflower Seed Oil. Reference materials. 2019;15(4): 41–48. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48 (In Russ.).

DEVELOPMENT OF SIMULATOR REFERENCE MATERIALS OF OLEIC ACID MASS FRACTION IN SUNFLOWER SEED OIL

© Oleg S. Agafonov, Sergey M. Prudnikov

Federal State Budgetary Scientific Institution
«National Research Institute of Oil Crops n. a. V. S. Pustovoit» (VNIIMK),
Krasnodar, Russian Federation
E-mail: sacred_jktu@bk.ru

Received – 29 July, 2019. Revised – 02 October, 2019.

Accepted for publication – 18 October, 2019.

The article presents the results of studying of nuclear magnetic relaxation characteristics of protons, which contain in various organosilicon fluid brands, with the aim of justifying the possibility of their use in the development of simulator reference materials (RMs) of oleic acid mass fraction in sunflower seed oil. The data characterizing the NM-relaxation characteristics of organosilicon liquids, varying in a viscosity index, are provided. Based on the range of changes in the time of spin-spin relaxation of protons containing in oil of sunflower seeds with various mass fraction of oleic acid (157–200 msec) there are select silicon organic fluids, that allow the most accurate simulation of wave-form envelopes of oil protons spin echo signals in the seeds. The simulator reference materials under development are intended for use in the calibration of NMR-analyzers for determination of oleic acid mass fraction in of sunflower seed oil.

Keywords: sunflower seeds, oil, mass fraction of oleic acid, nuclear-magnetic relaxation, express-method, simulator reference materials, simulator substances

Введение

Одним из направлений развития современной селекции масличных культур является получение семян с измененным жирнокислотным составом, что позволяет получить новые виды растительных масел с ценными потребительскими свойствами. Одним из примеров масличного сырья с измененным жирнокислотным составом масла является высокоолеиновый подсолнечник. Масло с повышенным содержанием олеиновой кислоты обладает более высокими потребительскими качествами, по этой причине стоимость семян высокоолеинового подсолнечника значительно выше семян с традиционным жирнокислотным составом. Вследствие чего перед организациями, занимающимися селекцией, производством, заготовкой и переработкой такого сырья, возникает необходимость в контроле жирнокислотного состава масла. В настоящее время содержание олеиновой кислоты в семенах подсолнечника государственными стандартами не регламентируется, а устанавливается предприятиями-переработчиками семян индивидуально.

На сегодняшний день основным способом, который является арбитражным, применяемым для определе-

ния массовой доли жирных кислот в масле семян подсолнечника, является хроматографический [1]. Данный способ имеет ряд недостатков: дорогостоящее оборудование, сложная пробоподготовка, высокие требования к квалификации персонала, применение токсичных химических растворителей.

Известен метод определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника с использованием рефрактометрического метода, недостатками данного способа является необходимость предварительной пробоподготовки семян (извлечение масла, фильтрация и термостатирование), данный метод не подходит для масел, в которых массовая доля фосфолипидов в семенах должна быть не более 0,4 % и неомыляемых не более 0,3 %, показатель преломления масла не более 1,4717 и не менее 1,4697, кроме того не подходит для семян с массовой долей олеиновой кислоты более 84 % [2].

В научной литературе существуют упоминания о возможности с использованием ИК-спектроскопии определения содержания ненасыщенных жирных кислот в семенах льна, рапса [3, 4]. Но ввиду ряда особенностей данный метод невозможно использовать для

определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Перспективным направлением является разработка и внедрение инструментальных методов определения показателей качества масложирового сырья и продуктов их переработки с использованием импульсных методов ЯМР [5–8]. Одним из таких способов является разработанный экспресс-метод одновременного определения показателей качества семян (масличность, влажность и массовая доля олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника), он не требует дополнительной пробоподготовки, применения токсичных химических растворителей, не требует высокой квалификации от персонала, относится к неразрушающим методам анализа (что особенно актуально для селекционных предприятий) [9–11].

Для эффективного применения метода требуется разработка простых в использовании и обладающих долговременной стабильностью средств метрологического контроля, что является сложной и интересной технической задачей. Наличие соответствующих стандартных образцов и стандартизированных методик измерений обеспечивает возможность использования ЯМР-анализатора в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений в соответствии с требованиями [12], гарантирует точность и правильность получаемых результатов измерений.

Анализ литературных источников показывает, что известны следующие методы градуировки и поверки ЯМР-анализаторов для определения показателей качества масличных семян:

– использование натуральных образцов семян масличных растений [13]. Сложность их применения заключается в том, что они не обладают долговременной стабильностью физико-химических характеристик, не однородны по свойствам, что усложняет процесс градуировки;

– использование образцов-имитаторов семян на основе кремнийорганических жидкостей [14], которые характеризуются высокой долговременной стабильностью своих физико-химических характеристик (образцы могут сохранять свои свойства 10 и более лет), однородны по составу.

Таким образом, образцы-имитаторы семян на основе кремнийорганических жидкостей являются одним из способов решения проблемы создания однородных и стабильных стандартных образцов. Во ВНИИМК был разработан комплект государственных стандартных образцов утвержденных типов ГСО 3107–84 – ГСО 3112–84 масличности и влажности семян подсолнечни-

ка (в настоящее время действующие по сроку годности экземпляров), которые более 30 лет успешно эксплуатируются на предприятиях масложировой отрасли. ГСО позволяют имитировать значения масличности и влажности семян масличных культур и продуктов их переработки, устойчивы к воздействию факторов внешней среды [15].

Имитаторы сигналов свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спиновых эхо протонов масла в семенах масличных культур [14], включают две кремнийорганические жидкости, одна из которых имеет время спин-спиновой релаксации протонов в диапазоне (90–130) мс, а другая – с более коротким временем – (35–40) мс.

Особенности состава стандартных образцов масличности и влажности семян масличных культур не позволяют применять их для градуировки ЯМР-анализаторов по показателю массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, так как применяемые кремнийорганические жидкости не позволяют воспроизводить характер огибающих сигналов спинового эхо протонов масла в семенах подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты.

Целью данной работы является исследование ЯМ-релаксационных характеристик кремнийорганических жидкостей для создания на их основе стандартных образцов, имитирующих ЯМ-релаксационные характеристики протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты.

Материалы и методы

Исследования проводились на центральной экспериментальной базе (ЦЭБ) ВНИИМК г. Краснодар в 2017–2018 гг. Жирнокислотный состав масла семян подсолнечника определяли на хроматографе «Хроматэк-Кристалл 5000» (ЗАО СКБ Хроматэк, г. Йошкар-Ола) в соответствии с нормативными документами. Массовая доля олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника подготовленных для исследований, изменялась в диапазоне от 33 % до 87 %. [1].

Для выполнения поставленной задачи были подготовленные образцы кремнийорганических жидкостей различных марок (видов), их основные характеристики представлены в табл. 1.

В исследуемых образцах кремнийорганических жидкостей кинетическая вязкость изменялась в диапазоне от 105 до 110000 мм²/с (данные по вязкости кремнийорганических жидкостей взяты из паспортов на конкретную партию исследуемых образцов при температуре

Таблица 1. Основные характеристики исследуемых кремнийорганических жидкостей
Table 1. Main characteristics of organosilicon fluids under study

Образец кремнийорганической жидкости	Внешний вид	Вязкость кинематическая мм ² /с 20 °С
ПМС-100	Жидкость от бесцветного до желтого цвета, массовая доля примесей не более 0,01 %	105
ПМС-500		515
ПМС-1000		1015
ПМС-1500		1483
ПМС-2500		2564
ПМС-5000		5023
ПМС-10000		10560
ПМС-75000		71480
ПМС-100000		110000

20 °С (относительная погрешность измерения динамической вязкости при данной температуре составляет $\pm 10\%$) [16]. Чем больше номер кремнийорганической жидкости, тем больше ее динамическая вязкость. В свою очередь, существует зависимость ЯМ-релаксационных характеристик исследуемого образца от вязкости.

Все образцы перед исследованиями ЯМ-релаксационных характеристик выдерживались при температуре $(23 \pm 0,2)$ °С в течение 2 часов. Из образцов семян предварительно удаляли сорную примесь и поврежденные семена. ЯМ-релаксационные характеристики протонов в масле семян подсолнечника и кремнийорганических жидкостей исследовали на ЯМР-анализаторе АМВ-1006М (производитель) с управлением и обработкой результатов на базе персонального компьютера и использованием импульсного метода Карра-Парселла-Мейбума-Гилла. Относительная погрешность измерения амплитуд сигналов ЯМР не более $\pm 0,1\%$, времен спин-спиновой релаксации протонов T₂ для однокомпонентных веществ в диапазоне от 5 до 500 мс не более $\pm 0,5\%$.

Обработка экспериментальных данных производилась с использованием методов математического и физического моделирования, статистической обработки, интерполяции и корреляционного анализа из пакета программ Mathcad. 8 (Professional), Statistica for Windows и Matlab. 5.1 «Relaxsometr» [17].

Результаты исследования

В ходе проведенных ранее исследований [18, 5] установлено, что с увеличением массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника происходит значительное уменьшение времени спин-спиновой релаксации протонов масла первой компоненты

с 201 до 157 мс в диапазоне массовой доли олеиновой кислоты от 33 % до 87 %. При этом времена спин-спиновой релаксации протонов второй и третьей компонент масла и четвертой компоненты воды практически не изменяются.

На рис. 1 наглядно показано, как изменяется время спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты масла семян подсолнечника в зависимости от массовой доли олеиновой кислоты в них.

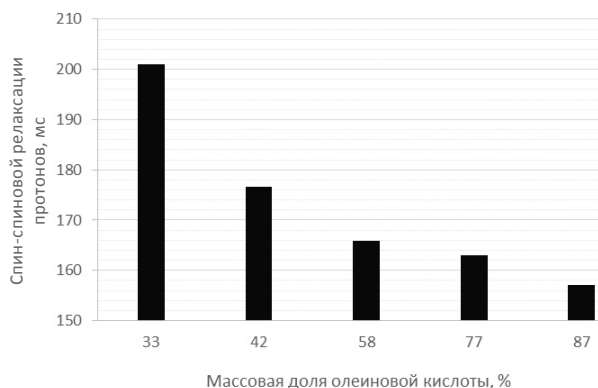


Рис. 1. Изменение времени спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты масла семян подсолнечника в зависимости от массовой доли олеиновой кислоты

Fig. 1. Change in the protons spin-spin relaxation time of the sunflower seed oil first component, depending on the oleic acid mass fraction

Следовательно, при создании образцов-имитаторов, имитирующих огибающие сигналов спинового эхо протонов масла, содержащихся в масле семян подсолнечника, с различной массовой долей олеиновой кислоты, необходимо подобрать вещества-имитаторы, времена спин-спиновой релаксации протонов которых будут находиться в диапазоне от 150 до 200 мс.

На первом этапе были исследованы ЯМ-релаксационные характеристики более тридцати различных кремнийорганических жидкостей, отличающихся друг от друга физическими характеристиками, и выбраны десять из них для дальнейших исследований. В отобранных образцах кремнийорганических жидкостей показатель вязкости изменялся в диапазоне от 105 до 110 000 сПз. Из образцов были выделены навески по 5 г и термостатированы в течение 2 часов при температуре $(23 \pm 0,2)$ °С. Измерение огибающих сигналов спинового эхо протонов проводили в 5 повторах с интервалами 1 час, и последующим усреднением. На рис. 2 показаны огибающие сигналов спинового эхо протонов, содержащихся в кремнийорганических жидкостях различных марок, снятые при температуре 23 °С.

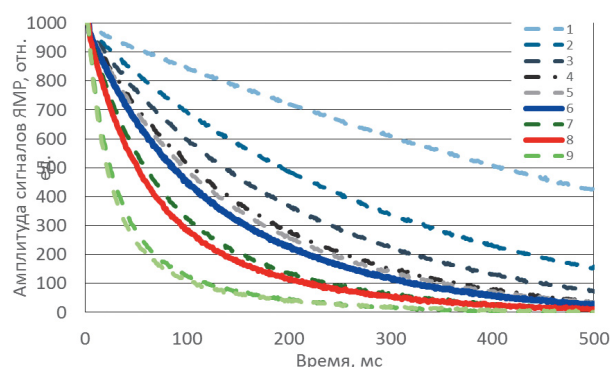


Рис. 2. Огибающие сигналов спинового эхо протонов кремнийорганических жидкостей

Fig. 2. Wave-form envelopes of spin echo signals of organosilicon fluid protons

Из данных, представленных на рис. 2, видно, что чем больше показатель вязкости жидкости, тем ее время спин-спиновой релаксации меньше. После разделения огибающих сигналов спинового эхо протонов на компоненты было установлено, что в их составе, как и в растительных маслах, можно выделить три группы протонов, отличающихся степенью связанности подвижности образующих их молекул. Выделенные группы протонов отличаются значениями времен спин-спиновой релаксации и амплитудой сигналов ЯМР. Результаты разделения исследуемых образцов кремнийорганических жидкостей на компоненты представлены в табл. 2.

Из данных табл. 2 можно сделать вывод, что с увеличением вязкости кремнийорганической жидкости возрастает амплитуда сигналов ЯМР протонов первой и второй компонент, в 16 и 300 раз соответственно в исследуемом диапазоне вязкости кремнийорганических жидкостей. В то же время амплитуда сигналов ЯМР третьей компоненты снижается в 6 раз с 750 до 138 отн. ед. С увеличением вязкости кремнийорганической жидкости уменьшается время спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты с 912 до 135 мс, второй компоненты – с 758 до 28 мс. Время спин-спиновой релаксации протонов третьей компоненты незначительно увеличивается.

Наибольший интерес представляет время спин-спиновой релаксации протонов компонент, так как именно оно является показателем, демонстрирующим степени связи отдельных протонов, а, следовательно, и структуры исследуемых веществ.

Таблица 2. ЯМ-релаксационные характеристики протонов, содержащихся в исследуемых образцах кремнийорганических жидкостей различных марок

Table 2. NM-relaxation proton characteristics contained in the studied samples of organic-silicon liquids of various grades

Номер образца кремний органической жидкости	Время спин-спиновой релаксации протонов компонент, мс			Амплитуда сигналов ЯМР протонов, отн. ед.		
	T21	T22	T23	A1	A2	A3
ПМС-100	912	758	3	11	1	750
ПМС-500	322	56	2	17	16	554
ПМС-1000	231	62	2	16	43	512
ПМС-1500	223	72	2	22	108	441
ПМС-2500	215	80	3	15	178	370
ПМС-5000	191	67	2	19	185	369
ПМС-10000	162	56	6	11	304	242
ПМС-75000	155	49	6	16	321	215
ПМС-100000	135	28	8	75	362	138

В ходе анализа результатов проведенных исследований установлено, что оптимальным, исходя из сформулированных выше требований, является выбор кремнийорганических жидкостей номер ПМС-5000 и ПМС-75000 с временами спин-спиновой релаксации протонов первых компонент соответственно 191 и 155 мс. Различные соотношения этих жидкостей позволят наиболее точно имитировать огибающие сигналов спинового эхо протонов масла, содержащихся в семенах подсолнечника, в диапазоне массовой доли олеиновой кислоты от 30 % до 90 %.

Следующим этапом было создание и исследование смесей указанных кремнийорганических жидкостей для имитации масла семян подсолнечника с различным значением времен спин-спиновой релаксации, соответствующих интересующему диапазону массовой долей олеиновой кислоты от 30 % до 90 %. На рис. 3 представлены огибающие сигналов спинового эхо, полученные от протонов масла в семенах подсолнечника с массовой долей олеиновой кислоты 81 % и от протонов смеси кремнийорганических жидкостей ПМС-5000 и ПМС-7500 в соотношении 35:65.

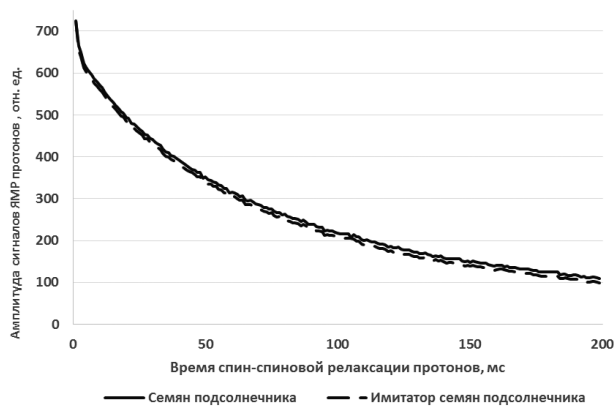


Рис. 3. Огибающие сигналов спинового эхо протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с массовой долей олеиновой кислоты 81 % и его имитаторе при температуре 23 °С

Fig. 3. Wave-form envelopes of the spin echo signals of protons contained in sunflower seed oil with an oleic acid mass fraction of 81 % and its simulator at a temperature of 23 °C

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ 30418–96. Масла растительные. Метод определения жирнокислотного состава. Минск, Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2013.
- ГОСТ 28238–89 Подсолнечник. Метод определения массовой доли олеиновой кислоты по показателю преломления масла. М.: ИПК Издательство стандартов, 2010.

Огибающие сигналов спинового эхо, представленные на рис. 3, показывают, что выбранные по результатам исследования кремнийорганические жидкости ПМС-5000 и ПМС-7500 позволяют с достаточной точностью имитировать сигналы ЯМР, фиксируемые от протонов масла, содержащегося в семенах подсолнечника.

Обсуждение и заключения

В результате проведенных исследований ЯМ-релаксационных характеристик протонов, содержащихся в кремнийорганических жидкостях, были выбраны две кремнийорганические жидкости. Применение смесей выбранных жидкостей при создании образцов-имитаторов позволяет достаточно точно имитировать ЯМ-релаксационные характеристики протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты. Время спин-спиновой релаксации протонов первой жидкости составляет 190 мс, а второй – 155 мс, а их смеси в разных соотношениях позволяют имитировать различные значения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Разработан и запатентован комплект стандартных образцов-имитаторов [19], состоящий из 6 образцов-имитаторов, позволяющий имитировать массовую долю олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника от 30 % до 90 %.

Стандартные образцы-имитаторы характеризуются высокой долговременной стабильностью своих физико-химических показателей, значительно упрощают процесс градуировки, а их использование не требует специальных знаний от операторов. Погрешность аттестованных значений при соблюдении условий эксплуатации не превышает 2 %.

По результатам предварительных исследований погрешность определения олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника с использованием импульсного метода ЯМР и разработанных стандартных образцов-имитаторов не должна превышать 5 %.

REFERENCES

- GOST 30418–96. Vegetable oils. Method for determination of fatty acid content. Minsk, 2013. (In Russ.).
- GOST 28238–89 Sunflower. Method for determination of oleic acid mass fraction according to the oil refraction index. Moscow, IPK publishing standards, 2010. (In Russ.).

3. Горшкова Э. К., Горшков В. И. Экспресс-анализ содержания олеиновой кислоты в масле семени ярового рапса с улучшенным жирнокислотным профилем // Вестник Воронежского государственного аграрного университета. 2018. № 2. С. 59–65. DOI: 10.17238/issn2071–2243.2018.2.59
3. Gorshkova E. K., Gorshkov V. I. EXPRESS Analysis of oleic acid content in spring rapeseed oil with an improved fatty acid profile. Vestnik of Voronezh state agrarian university. 2018;(2):59–65. DOI: 10.17238/issn2071–2243.2018.2.59. (In Russ.).
4. Экспресс-оценка содержания основных жирных кислот в масле семян рапса с помощью ИК-спектроскопии / С. Г. Ефименко [и др.] // Масличные культуры. 2015. № 4(164). С. 35–40.
4. Efimenko S. G., Efimenko S. K., Kucherenko L. A., Nagalevskaya Ya A. Quick-assay of the content of the main fatty acids in oil of rapeseed seeds by means of IR-spectrometry. Oil Crops. 2015; 4(164);35–40. (In Russ.).
5. Способ определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника: пат. 2366935 РФ; заявл. 24.04.2008; Бюл. № 25.
5. Vityuk B. Ya., Gorelikova I. A. A method for determining the content of oleic acid in oil of sunflower seeds. Patent RF, no. 2366935, 2008. (In Russ.).
6. ГОСТ 31757–2012 Масла растительные, жиры животные и продукты их переработки. Определение содержания твердого жира методом импульсного ядерно-магнитного резонанса, 2014.
6. GOST 31757–2012 Animal and vegetable fats and oils and their derivatives. Determination of solid fat content. Pulsed nuclear magnetic resonance method. Moscow, Standardform, 2014. (In Russ.).
7. Экологически безопасный экспресс-способ оценки качества рапсовых лецитинов с применением метода ядерно-магнитной релаксации / О. С. Агафонов [и др.] // Новые технологии. 2016. № 3. С. 11–16.
7. Agafonov O. S., Prudnikov S. M., Kornen N. N., Shakhrai T. A., Viktorova E. P. Environmentally friendly express-method of rapeseed lecithins quality estimation using nuclear magnetic relaxation method. New Technologies. 2016;(3):11–16. (In Russ.).
8. Способ идентификации масличных семян льна и продуктов их переработки / С. М. Прудников [и др.] // Известия вузов. Пищевая технология. 2006. № 2–3.
8. Prudnikov S. M., Blyagoz A. I., Ukraintseva I. I., Shazzo A. A. A method for the identification of oilseeds of flax and products of their processing. News of universities. Food technology. 2006;(2–3). (In Russ.).
9. Высокоолеиновый подсолнечник и современные методы контроля содержания олеиновой кислоты / О. С. Агафонов [и др.] // Пищевая промышленность: наука и технология. 2013. № 4 (22). С. 91–94.
9. Agafonov O. S., Vityuk B. Ya., Gorelikova I. A., Efimenko S. G., Zverev L. V., Prudnikov S. M. High oleic sunflower and modern methods for controlling the content of oleic acid. Food Industry: Science and Technology. 2013;4(22):91–94. (In Russ.).
10. Применение метода ЯМР для определения содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника / О. С. Агафонов [и др.] // Развитие биологических и постгеномных технологий для оценки качества сельскохозяйственного сырья и создания продуктов здорового питания: материалы 18 междунар. науч.-практич. конф., посвященная памяти В. М. Горбачева. М, 2015. С. 24–27.
10. Agafonov O. S., Prudnikov S. M., Zverev L. V., Rusnak G. V. Application of the NMR method to determine the content of oleic acid in sunflower seed oil. Materials of the 18th International Scientific and Practical Conference dedicated to the memory of V. M. Gorbachev «Development of biological and post-genomic technologies for assessing the quality of agricultural raw materials and creating healthy food products. Moscow, 2015. pp. 24–27. (In Russ.).
11. Влияние массовой доли олеиновой кислоты на ЯМР характеристики протонов, содержащихся в семенах подсолнечника и в подсолнечных маслах / С. М. Прудников // Научно-практический журнал «Технология и товароведение инновационных пищевых продуктов». 2017. № 5(46). С. 3–8.
11. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V., Viktorova E. P., Shakhrai T. A. The influence of the mass fraction of oleic acid on the NMR characteristics of the protons contained in sunflower seeds and sunflower oils. Technology and merchandising of the innovative foodstuff. 2017;5(46):3–8. (In Russ.).
12. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 года: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. // Рос. газета. 2008. 2 июля
12. Federal law «On ensuring the uniformity of measurements» No FZ-102 of 26.06.2008. Available at: http://fundmetrology.ru/depository/01_npa/102-fz_2015.pdf. (In Russ.)
13. The minispec Масличность и влажность в семенах и орехах. [Электронный ресурс] // Компания «Спектранта» URL: http://spectrante.ru/images/pdf_series/Zernovie.pdf
13. The minispec Oil content and moisture in seeds and nuts. Available at: URL: http://spectrante.ru/images/pdf_series/Zernovie.pdf
14. Имитатор сигналов свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спиновых эхо от масла в семенах масличных культур: пат. 2191998, РФ; заявл. 22.11.2000; опубл. 27.10.2002.
14. Vityuk B. Ya., Gorelikova I. A., Prudnikov S. M. A simulator of signals of free precession of nuclear magnetic resonance and spin echoes from oil in oilseeds. Patent RF, no. 2191998, 2002. (In Russ.).

15. GSO 3107–84 Стандартный образец масличности и влажности семян подсолнечника (комплект) [Электронный ресурс] // Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823>. (дата обращения: 20.06.2019).
16. ГОСТ 13032–77 Жидкости полиметилсилоксановые. Технические условия. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 16 с.
17. Система приема и обработки сигналов импульсных релаксометров ядерного магнитного резонанса / С. М. Прудников [и др.]. // Свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ № 2001610425. Москва, 17 апреля 2001 г.
18. 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 техн. наук. Краснодар. ВНИИМК, 2003, 244 С.
19. Имитатор свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спинового эхо масла с различной массовой долей олеиновой кислоты в семенах подсолнечника: пат. 2677644 РФ; заявл. 18. 01.2019.
15. GSO 3107–84 Reference material of oil content and humidity of sunflower seeds (set). Available at: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823>. (accessed 20.06.2019). (In Russ.).
16. GOST 13032–77 Polymethylsiloxane fluids. Specifications. Moscow, IPK publishing standards, 1997, 16 p. (In Russ.).
17. Prudnikov S. M. et al. A system for receiving and processing signals from pulsed relaxometers of nuclear magnetic resonance. Certificate of official registration of the computer program no. 2001610425. Moscow, April 17, 2001. (In Russ.).
18. Prudnikov S. M. The scientific and practical substantiation of methods of identification and quality assessment of oilseeds and products of their processing on the basis of a method of nuclear magnetic relaxation: the Dissertation. Dr. tech. sciences. Krasnodar. 2003. 244 p. (In Russ.).
19. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V., Vitiuk B. Ya., Gorelikova I. A. Simulator of a free precession of nuclear magnetic resonance and spin echo oil with a different mass fraction of oleic acid in sunflower seeds. Patent RF, no. 2677644, 2019. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Агафонов Олег Сергеевич – к. техн. н., старший научный сотрудник отдела физических методов исследований Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур им. В. С. Пустовойта. Российская Федерация, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, 17
e-mail: sacred_jktu@bk.ru

Прудников Сергей Михайлович – д. техн. н., профессор, заведующий отделом физических методов исследований Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур имени В. С. Пустовойта. Российская Федерация, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, 17
e-mail: vniimk@rambler.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Oleg S. Agafonov – Ph.D. (Engineering), Senior Researcher at the Department of Physical Methods of Research, National Research Institute of Oil Crops n. a. V. S. Pustovoyit. 17 Filatova St., Krasnodar, 350038, Russian Federation
e-mail: sacred_jktu@bk.ru;

Sergey M. Prudnikov – D. Sci. (Engineering), Professor, Head of the Department of Physical Methods of Research, National Research Institute of Oil Crops n. a. V. S. Pustovoyit. 17 Filatova St., Krasnodar, 350038, Russian Federation
e-mail: vniimk@rambler.ru