

## ГРАДУИРОВКА ЯМР-АНАЛИЗАТОРОВ АМВ-1006М С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАТУРАЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ И ОБРАЗЦОВ-ИМИТАТОРОВ

© О. С. Агафонов, С. М. Прудников

ФГБНУ Федеральный научный центр «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур  
имени В. С. Пустовойта» (ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК), г. Краснодар, Россия  
ORCID: 0000-0002-0209-5432  
e-mail: sacred\_jktu@bk.ru

Поступила в редакцию – 12 февраля 2021 г., после доработки – 17 марта 2021 г.  
Принята к публикации – 25 марта 2021 г.

*Для получения повторяемых и воспроизводимых результатов измерений показателей качества сельскохозяйственного сырья, с использованием инструментальных средств измерений, большое значение имеет процесс градуировки. Градуировку возможно проводить различными способами. В статье представлены результаты исследования метрологических характеристик ЯМР-анализаторов АМВ-1006М, полученные при их градуировке для определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Градуировка производилась с использованием семян подсолнечника и специально разработанных стандартных образцов (СО)-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян. Разработанные СО-имитаторы обладают высокой долговременной стабильностью своих физико-химических показателей, не требуют особых условий хранения и эксплуатации. Полученные данные подтвердили целесообразность использования для целей градуировки именно СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты. При проведении градуировки анализаторов границы величины случайной погрешности результатов измерений при использовании СО-имитаторов были в 3 раза меньше, по сравнению с результатами, полученными при градуировке анализаторов с использованием натуральных образцов семян. Исследование влияния температуры на результаты градуировки показало, что среднеквадратическое отклонение результатов измерений для СО-имитаторов не превышает 0,8% абс., в то время как при использовании натуральных семян были получены значения 2,5% абс.*

**Ключевые слова:** семена подсолнечника, массовая доля олеиновой кислоты, ядерно-магнитная релаксация, стандартные образцы-имитаторы, градуировка, метрологическое обеспечение

### Ссылка при цитировании:

Градуировка ЯМР-анализаторов АМВ-1006М с использованием натуральных образцов и образцов-имитаторов / О. С. Агафонов [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 1. С. 47–57. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-47-57>.

### For citation:

Agafonov O. S., Prudnikov S. M. Graduation of AMR-1006M NMR analyzers using natural samples and samples-imitators. *Measurement standards. Reference materials*. 2021;17(1): 47–57. <http://dx.doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-1-47-57> (In Russ.).

# GRADUATION OF AMR-1006M NMR ANALYZERS USING NATURAL SAMPLES AND SAMPLES-IMITATORS

© Oleg S. Agafonov, Sergey M. Prudnikov

V. S. Pustovoit All-Russian Research Institute of Oil Crops, Krasnodar, Russia  
ORCID: 0000-0002-0209-5432  
e-mail: sacred\_jktu@bk.ru

Received – 12 February, 2021. Revised – 17 March, 2021.  
Accepted for publication – 25 March, 2021.

*The article presents the results of the study of the metrological characteristics of NMR analyzers AMV-1006M obtained during their calibration to determine the mass fraction of oleic acid in sunflower seed oil using sunflower seeds and specially developed reference materials (RM) – imitators of the mass fraction of oleic acid in seed oil. When calibrating an NMR analyzer under repeatability conditions, it was found that the relative standard deviations of the measurement results and the limits of the confidence random error of the measurement results using RM simulators are almost 3 times lower than the results of the measurement with use of natural sunflower seeds. When checking the reproducibility of the calibration results using four NMR analyzers, it was found that the reproducibility of the calibration of NMR analyzers using RM simulators of the mass fraction of oleic acid is more than 3 times better than when using sunflower seeds. The data obtained is explained by the fact that RM-simulators have a fairly homogeneous structure, which is formed during their manufacture. Sunflower seeds are a complex heterogeneous system with a heterogeneous structure in the volume of the analyzed sample. The study of the effect of temperature on the calibration results showed that the standard deviation of the measurement results for RM-simulators does not exceed 0.8% abs., while the using of natural seeds, values of 2.5% abs. were obtained. Thus, the use of RM simulators can significantly reduce the calibration error of NMR analyzers associated with the effect of temperature. The obtained data confirmed the expediency of using for calibration of the AMV-1006M NMR analyzers precisely CO-simulators of the mass fraction of oleic acid.*

**Key words:** sunflower seeds, mass fraction of oleic acid, nuclear magnetic decomposition, imitators of reference materials, express method

## Используемые в статье сокращения:

ИК-спектроскопия – Инфракрасная спектроскопия;  
СО – стандартные образцы;  
ЯМР – ядерный магнитный резонанс

## Abbreviations used in the article:

IR-spectrometry;  
RM-reference materials;  
NMR-nuclear magnetic resonance

## Введение

В настоящее время одним из ключевых условий стабильного развития предприятий является внедрение управляющих систем с реализацией принципов обратной связи. Внедрение подобных систем позволяет улучшить качество готовой продукции и гарантировать ее стабильное качество. На этапе заготовки семян подсолнечника, в соответствии с нормативными документами [1], предприятия масложировой отрасли отслеживают показатели масличности и влажности, которые непосредственно влияют на выход масла, условия хранения и переработки. Появление новых

видов сырья, в частности семян высокоолеинового подсолнечника [2], поставило перед предприятиями новую задачу – контроль содержания олеиновой кислоты в масле семян. В настоящее время данный показатель не регламентируется государственными стандартами, а устанавливается предприятиями самостоятельно (минимальное базисное значение, которое в зависимости от требований предприятия может изменяться в пределах от 78 до 85 %).

Значительное влияние на массовую долю олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника оказывают не только видовые особенности, но и условия

выращивания семян [3–5]. Возможен вариант и преднамеренной фальсификации семян (ввиду более высокой стоимости такого сырья). Указанные факторы ставят перед предприятиями задачу необходимости оперативного контроля данного показателя.

В настоящее время для определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника в качестве арбитражного метода используется хроматографический [6, 7]. Недостатком такого способа является его низкая производительность, большая трудоемкость, высокие требования к квалификации персонала и наличие расходных материалов. Перечисленные недостатки не позволяют использовать хроматографический метод при оперативном контроле массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Встречающиеся в литературных источниках экспрессные способы с использованием рефрактометрического метода [8], а также метода ИК-спектроскопии [9–11] сложно реализуемы в условиях заводских лабораторий, обладают малой представительностью, требуют больших затрат времени на реализацию и получение градуировочных зависимостей и их уточнение в процессе работы, а коэффициенты корреляции не превышают 85 %.

Ранее нами был разработан инструментальный способ определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника [12] с использованием импульсного метода ЯМР. Преимуществом данного способа является оперативность (время анализа одной пробы менее 1 минуты), отсутствие сложной пробоподготовки, высокая представительность, а также возможность одновременного определения нескольких показателей.

Для обеспечения высокой повторяемости и воспроизводимости результатов измерений с использованием косвенных инструментальных способов большое значение имеет методика проведения градуировки анализаторов. В настоящее время для измерительных приборов нет универсальных методик их градуировки, а существующие нормативные документы носят рекомендательный характер. Кроме того, измерительные приборы имеют большое разнообразие по номенклатуре.

Анализ литературных источников показал, что при проведении градуировок количественных анализаторов в масложировой отрасли используются следующие основные методы:

- с использованием натуральных образцов масличных семян [13, 14]. Очевидным минусом является их невысокая долговременная стабильность, так как они являются сложными биологическими объектами,

а их физико-химические показатели изменяются при хранении;

- разнородностью градуировки с использованием натуральных образцов является изготовление стандартных образцов (СО) с использованием натуральных компонентов, например шротов и масла [15]. Преимуществом перед натуральными образцами у таких СО является возможность получить повторяемые характеристики, минус – они требуют особых условий хранения, сложны в изготовлении;

- с использованием СО-имитаторов, изготовленных из химически инертных веществ. Они позволяют получать метрологические характеристики в заданном диапазоне, не требуют особых условий при хранении, обладают высокой долговременной стабильностью [16, 17].

Для выполнения градуировки ЯМР-анализаторов АМВ-1006М<sup>1</sup> нами был разработан специальный комплект СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника [18].

Целью данной работы является изучение влияния используемых образцов на результаты градуировки ЯМР-анализаторов при определении массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Результаты работы позволят практически обосновать эффективность применения СО-имитаторов для градуировки количественных ЯМР-анализаторов.

## Материалы и методы

Исследования проводились на центральной экспериментальной базе (ЦЭБ) ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК (г. Краснодар) в 2017–2020 гг. Пробоподготовку семян подсолнечника проводили в соответствии с ГОСТ 8.597-2010 [19], который используется при определении масличности и влажности семян масличных культур с использованием импульсного метода ЯМР [20]. Которая заключалась в выделении из анализируемого образца навески семян подсолнечника массой (150±5) г и просеивании выбранной пробы через сито с диаметром отверстий 3 мм, для удаления сорной примеси. Каждая пробу перед измерениями проверяли на наличие метал примесей. Подготовленные пробы хранили в плотно закрытых емкостях при температуре 23 °С. Измерение олеиновой кислоты проводили с использованием количественного ЯМР-анализатора АМВ-1006М (ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК, Краснодар). Данный анализатор используется на большинстве предприятий масложировой отрасли России и стран СНГ для экспрессного определения

<sup>1</sup> ЯМР-анализаторы АМВ-1006М // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/325229>

масличности и влажности семян масличных культур и продуктов их переработки. Анализатор был специально модернизирован с целью определения содержания олеиновой кислоты с использованием специального программного обеспечения [20].

Массовая доля олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, подготовленных для исследований, изменялась в диапазоне от 31 % до 86 % (табл. 1).

Из подготовленных образцов семян, с помощью лабораторного пресса извлекали масло. Полученное масло отфильтровали для удаления примесей. Затем масло растворяли в гексане, после чего к нему добавляли свежеприготовленный раствор этилата натрия в метаноле, с концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>. После интенсивного перемешивания с последующим отстаиванием, полученную смесь отфильтровывали через бумажный фильтр [6].

Жирнокислотный состав масла семян подсолнечника определяли на хроматографе «Хроматэк-Кристалл

5000» (ЗАО СКБ Хроматэк, г. Йошкар-Ола). Подготовку анализатора к работе и анализ приготовленных метиловых эфиров проводили в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

СО-имитаторы массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника были разработаны и запатентованы во ВНИИМК для упрощения процесса градуировки количественных ЯМР-анализаторов АМВ-1006М [21]. Внешне они представляют собой герметичные керамические ампулы. Внутренняя часть которых заполнена смесью кремнийорганических жидкостей, имитирующих различное содержание олеиновой кислоты. Средневзвешенное значение времени спин-спиновой релаксации протонов используемых кремнийорганических жидкостей изменяется в диапазоне от 100 до 200 мс. Имитируемые значения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника в СО-имитаторах представлены в табл. 2.

Таблица 1. Жирнокислотный состав масла семян подсолнечника, используемых для градуировки  
Table 1. Fatty acid composition of sunflower seed oil used for graduation.

Образец	Массовая доля жирных кислот в масле семян подсолнечника, % к общей сумме:					
	Пальмитиновая С 16:0	Стеариновая С 18:0	Олеиновая С 18:1	Линолевая С 18:2	Линоленовая С 18:3	Прочие
1	5	3,6	31,1	60,1	0,1	0,1
2	5,9	3,9	47,6	41,2	0,2	1,2
3	5,2	2,1	68,9	18,5	3,9	1,4
4	5,7	6,7	72,1	13,9	0,1	1,5
5	4,3	3,7	79,0	11,2	0,4	1,4
6	4,3	3,7	86,2	5,5	0,1	0,2

Таблица 2. Характеристика СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника

Table 2. Characteristics of imitators of RM for mass fraction of oleic acid in sunflower seed oil

Номер образца	Аттестованное значение- имитируемая массовая доля олеиновой кислоты СО, %	Границы абсолютной погрешности аттестованных значений СО (P=0,95), %
1	31	±1
2	52	
3	62	
4	73	
5	81	
6	93	

Для аттестации значений массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника разработанных СО-имитаторов использовали модернизированный вариант ЯМР-анализатора АМВ-1006М (условно – образцовая установка, так как в настоящее время данная методика только разрабатывается и не утверждена). Указанный анализатор был отградуирован по натуральным образцам семян подсолнечника, массовую долю олеиновой кислоты в которых определяли в соответствии с ГОСТ 31663–2012 «Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров жирных кислот» [7]. В соответствии с указанным ГОСТом повторяемость результатов измерений не превышает 1 % абс. Для уменьшения величины случайной составляющей погрешности измерений использовали средние значения массовой доли олеиновой кислоты десяти параллельных определений для каждого образца семян подсолнечника.

Следует отметить, что в большинстве случаев на масложировых предприятиях используется ГОСТ 30418–96, что снижает точно получаемых результатов в виду его большей погрешности до 5 % абс. [6].

С использованием аттестованных СО-имитаторов проводили градуировку других ЯМР-анализаторов, указанных в исследовании. Данные исследования

проводили с целью показать преимущества использования СО-имитаторов для градуировки других (условно рабочих) ЯМР-анализаторов АМВ-1006М с целью обеспечения воспроизводимости результатов градуировки и обеспечения единства результатов дальнейших измерений на всех рабочих ЯМР-анализаторах. В будущем предполагается, что аттестация всех комплектов СО-имитаторов будет проводиться на одной (условно – образцовой установке).

При проведении измерения ядерно-магнитных релаксационных (ЯМ-релаксационных) характеристик анализируемые образцы термостатировали при необходимой температуре в течение 2 часов.

Полученная с помощью натуральных образцов семян подсолнечника градуировочная зависимость имеет вид, представленный на рис. 1. Из представленных данных видно, что между ЯМ-релаксационными характеристиками протонов олеиновой кислоты и содержанием олеиновой кислоты в масле семян наблюдается линейная зависимость с коэффициентом корреляции более 0,991. Линейный характер сохраняется во всем исследуемом диапазоне содержания олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника.

Для обработки данных, полученных в ходе исследования, использовались методы математического и физического моделирования, статистической

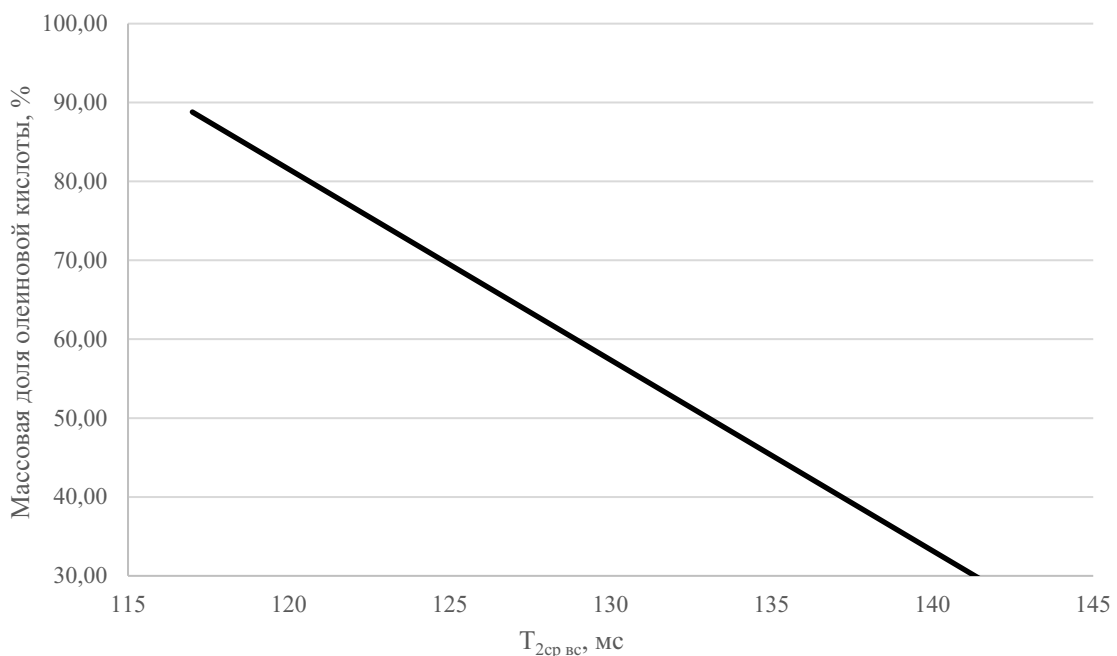


Рис. 1. Градуировочный график для определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечник, с использованием импульсного метода ЯМР

Fig. 1. Calibration chart of oleic acid mass fraction in sunflower seed oil determination with use of NMR pulse method

обработки, интерполяции и корреляционного анализа из пакета программ Mathcad. 8 (Professional) и Matlab 5.1 «Relaxsonometr».

### Результаты и обсуждения

На первом этапе исследований были получены результаты повторяемости градуировки одного ЯМР-анализатора АМВ-1006М с использованием СО-имитаторов и натуральных образцов семян. В табл. 3 представлены данные результатов измерений СО-имитаторов и семян подсолнечника с различными аттестованными значениями массовой доли олеиновой кислоты, выполненных в 12 повторениях на одном и том же ЯМР-анализаторе.

Относительные среднеквадратические отклонения результатов измерений ( $S_{\bar{x}}$ ) и границы доверительной случайной погрешности результатов измерений ( $\varepsilon$ ) для

результатов измерений при применении СО-имитаторов практически в 3 раза ниже по сравнению с результатами измерений с использованием семян подсолнечника.

Для проверки воспроизводимости результатов градуировок с использованием СО-имитаторов и образцов семян подсолнечника были использованы четыре ЯМР-анализатора АМВ-1006М, находящихся в одинаковых условиях эксплуатации для исключения влияния температуры на результаты градуировок (табл. 4 и 5).

Подготовленные образцы семян и СО-имитаторы массовой доли олеиновой кислоты термостатировали при температуре  $23 \pm 0,5$  °С в течение 2 часов перед каждой градуировкой.

Из данных табл. 4 и 5 следует, что результаты воспроизводимости градуировки ЯМР-анализаторов с использованием СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты также практически в 3 раза лучше

Таблица 3. Результаты повторяемости метрологических характеристик при градуировке ЯМР-анализатора АМВ-1006М с использованием СО-имитаторов и натуральных образцов семян  
Table 3. Results of repeatability of metrological characteristics during АМВ-1006М NMR analyser calibration with use of RM-imitators and natural RMs of seeds

Измерение	Измеренное значение массовой доли олеиновой кислоты, %			
	СО-имитаторы		семена	
	31	81	31	79
1	30	80	30	77
2	30	80	29	75
3	31	80	31	78
4	30	82	34	79
5	30	80	28	77
6	32	81	32	76
7	31	82	32	79
8	30	80	30	76
9	31	82	35	82
10	32	81	36	81
11	31	81	35	78
12	32	80	34	83
$\bar{x}$	<b>30,8</b>	<b>80,8</b>	<b>32,2</b>	<b>78,4</b>
$S_{\bar{x}}$	<b>0,25</b>	<b>0,26</b>	<b>0,79</b>	<b>0,75</b>
$\varepsilon$	<b>0,57</b>	<b>0,59</b>	<b>1,79</b>	<b>1,71</b>

Таблица 4. Воспроизводимость результатов измерений при градуировке ЯМР-анализаторов с использованием СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты  
 Table 4. Reproducibility of measurement results of NMR analysers calibration with use of RM-imitators for mass fraction of oleic acid

Образец	Аттестованное значение, %	Результаты измерений массовой доли олеиновой кислоты, на четырех анализаторах, %				$S_{\bar{x}}$	$\varepsilon$
		1	2	3	4		
1	31	30,4	31,1	31,6	32,3	<b>0,40</b>	<b>1,28</b>
2	52	51,7	53,2	52,6	51,6	<b>0,38</b>	<b>1,21</b>
3	62	61,4	62,7	62,5	60,9	<b>0,43</b>	<b>1,38</b>
4	73	72,3	73,4	73,7	74,0	<b>0,37</b>	<b>1,18</b>
5	81	81,9	79,9	80,2	80,7	<b>0,44</b>	<b>1,40</b>
6	93	93,8	94,1	92,6	94,3	<b>0,38</b>	<b>1,21</b>

Таблица 5. Воспроизводимость результатов измерений при градуировке ЯМР-анализаторов с использованием семян подсолнечника  
 Table 5. Reproducibility of measurement results of NMR analysers calibration with use of sunflower seeds

Образец	Аттестованное значение, %	Результаты измерений массовой доли олеиновой кислоты, на четырех анализаторах, %				$S_{\bar{x}}$	$\varepsilon$
		1	2	3	4		
1	31	28,3	32,4	31,9	33,6	<b>1,14</b>	<b>3,63</b>
2	48	45,3	45,1	46,7	49,7	<b>1,06</b>	<b>3,38</b>
3	69	71,7	65,8	71,6	70,8	<b>1,41</b>	<b>4,47</b>
4	72	76,2	73,5	73,4	70,3	<b>1,21</b>	<b>3,83</b>
5	79	75,8	82,3	80,4	80,9	<b>1,41</b>	<b>4,48</b>
6	86	83,3	84,2	83,4	87,8	<b>1,06</b>	<b>3,37</b>

по сравнению с результатами градуировки с использованием натуральных образцов семян подсолнечника.

Проведенные нами исследования показывают, что использование СО-имитаторов позволяет обеспечить более высокие значения метрологических характеристик градуировки ЯМР-анализаторов, по сравнению с использованием натуральных образцов семян в качестве стандартных образцов.

Это объясняется тем, что СО-имитаторы имеют однородную структуру, которая формируется в процессе их изготовления. Семена подсолнечника являются сложной гетерогенной системой с неоднородной структурой даже в одной анализируемой пробе.

Далее исследовалось влияние температуры на результаты градуировки ЯМР-анализаторов. Исследование проводилось в помещении эксплуатации ЯМР-анализатора АМВ-1006М, в которой температура изменялась в диапазоне  $23 \pm 1$  °С. Такой режим соответствовал рядовым условиям в заводских лабораториях с использованием сплит-систем. В течение 12 часов периодически (каждые 30 минут) проводили градуировку анализатора при фактической, измеряемой цифровым термометром, температуре в помещении (рис. 2). Цвет маркера обозначает вид используемых образцов: чёрный – СО-имитаторы массовой доли олеиновой кислоты, серые – натуральные семена подсолнечника.

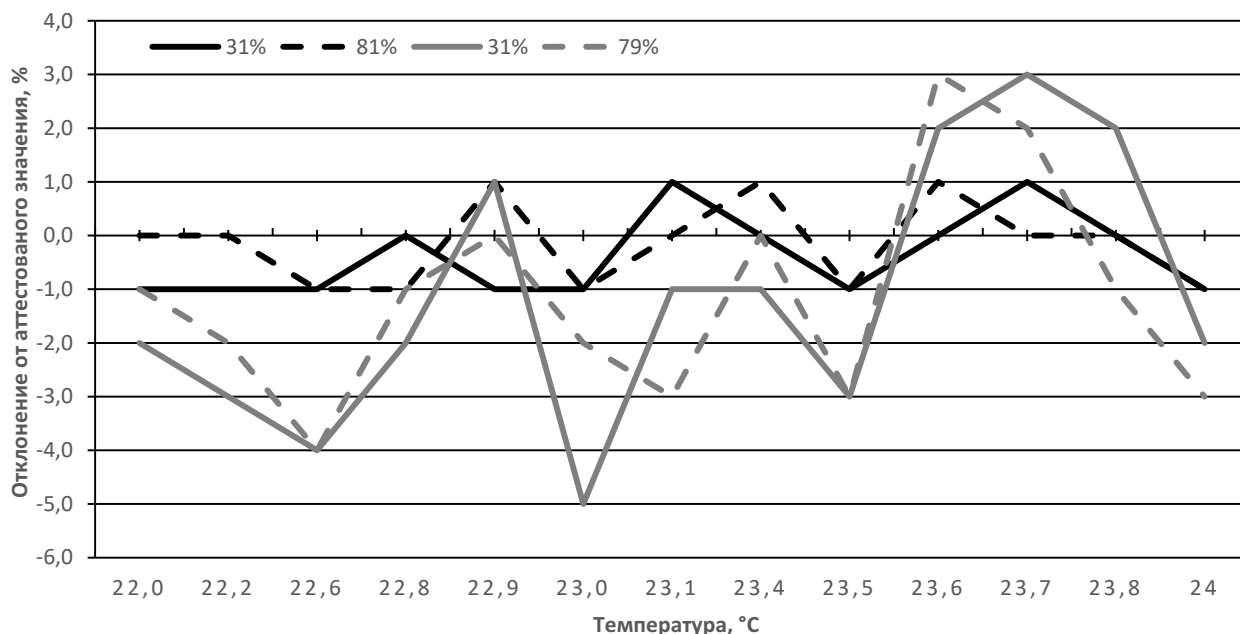


Рис. 2. Погрешность градуировки ЯМР-анализатора AMB-1006M при различной температуре

Fig. 2. Calibration error of NMR analyser AMB-1006M at different temperature

Представленные данные показывают, что ядерно-магнитные релаксационные характеристики протонов масла в семенах в большей степени, чем аналогичные характеристики протонов СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты подвержены влиянию температуры. Так, среднеквадратическое отклонение для СО-имитаторов не превышает 0,8 %, в то время как для семян были получены значения 2,5 %. Такой характер воздействия температуры можно объяснить тем, что температура в меньшей степени влияет на подвижность протонов, содержащиеся в веществах-имитаторах, чем в натуральных семенах.

### Заключение

Цель представленного исследования заключалась в метрологической оценке влияния применяемых для градуировки количественных ЯМР-анализаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника на показатели повторяемости и воспроизводимости градуировок. Сравнения проводили с использованием натуральных образцов семян подсолнечника и разработанных авторами СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян.

Исследование показало, что использование СО-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника позволяет улучшить показатели повторяемости и воспроизводимости результатов

градуировок практически в три раза. Это достигается высокой однородностью СО-имитаторов. Она формируется в процессе их производства, а также благодаря применяемым веществам-имитаторам ЯМ-релаксационных характеристик.

Разработанные СО-имитаторы меньше подвержены влиянию температуры, обладают более высокой стабильностью своих физико-химических показателей, а следовательно, и аттестованных значений. Важной является простота использования СО-имитаторов по сравнению с натуральными образцами. Разработан и запатентован комплект СО, позволяющий имитировать массовую долю олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника от 31 % до 93 % [18].

Так как данная работа затрагивает только вопросы повторяемости и воспроизводимости результатов градуировки количественных ЯМР-анализаторов с использованием СО-имитаторов и натуральных семян подсолнечника, в дальнейшем будет рассмотрен вопрос правильности измеренных результатов показателя массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, полученных с использованием импульсного метода ЯМР. Данные исследования проводятся с 2019 г. по настоящее время на масложировых предприятиях России: Урюпинском и Сорочинском элеваторах, Большеглушицком ХПП (Самарская область), ООО «Олсам» и АО «Павловск-агропродукт» (Воронежская область).



**Вклад соавторов**

Авторы внесли равноценный вклад в подготовку и написание статьи.

**Конфликт интересов**

Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на IV Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (С.-Петербург, 1–3 декабря 2020 г.). Материал

статьи допущен к публикации после доработки тезисов доклада, оформления статьи и проведения процедуры рецензирования.

Переводная версия статьи на английском языке планируется к публикации в книге *Medvedevskikh S., Sobina E., Kremleva O., Okrepilov M. (eds.)*. Reference Materials in Measurement and Technology. RMMT 2020. Switzerland: Springer, Cham.

**ЛИТЕРАТУРА**

1. ГОСТ 22391–2015 Подсолнечник. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2019.
2. Four types of sunflower oil // National Sunflower Association. URL: <https://sunflowerusa.com/oil/Four-Types-of-Sunflower-Oil/> (дата обращения: 15.01.2021).
3. Fadul O. Changes in oil fatty acid composition during seed development of sunflower // Asian journal of plant sciences. 2012. № 11. P. 241–245. <https://doi.org/10.3923/ajps.2012.241.245>.
4. Van der Merwe R., Labuschagne M. Effects of temperature on oleic acid percentage during grain-filling in sunflowers and other oil crops // ResearchGate. 2014. URL: [https://www.researchgate.net/publication/293071400\\_Effects\\_of\\_temperature\\_on\\_oleic\\_acid\\_percentage\\_during\\_grain-filling\\_in\\_sunflowers\\_and\\_other\\_oil\\_crops](https://www.researchgate.net/publication/293071400_Effects_of_temperature_on_oleic_acid_percentage_during_grain-filling_in_sunflowers_and_other_oil_crops). (дата обращения: 15.01.2021).
5. Akkaya M., Çil A., Yücel H., Kola O. 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 international. 2019. № 39. С. 448–453. <https://doi.org/10.1590/fst.20118>.
6. ГОСТ 30418–96. Масла растительные. Метод определения жирнокислотного состава. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2013. С. 7.
7. ГОСТ 31663–2012. Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров жирных кислот. Москва: Стандартинформ, 2019. С. 7.
8. ГОСТ 28238–89 Подсолнечник. Метод определения массовой доли олеиновой кислоты по показателю преломления масла. Москва: Стандартинформ, 2010. С. 4.
9. Determination of oleic acid in sunflower seeds by infrared spectroscopy and multivariate calibration method / M. A. Cantarelli [et al.] // Talanta. 2009. V. 80. № 2. P. 489–492. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2009.07.004>.
10. 10. фименко С. Г., Ефименко С. К. Экспресс-оценка содержания олеиновой и линолевой жирных кислот масла в измельченных семянках подсолнечника с помощью ИК-спектрии // Масличные культуры. Научно-технический бюллетень ВНИИМК. 2018. 4(176). С. 58–63.
11. Pérez-Vich B., Velasco L., Fernández-Martínez J. Determination of seed oil content and fatty acid composition in sunflower through the analysis of intact seeds, husked seeds, meal and oil by near-infrared reflectance spectroscopy // Journal of the American Oil Chemists' Society. 1998. V. 75. № 5. С. 547–555. <https://doi.org/10.1007/s11746-998-0064-1>.
12. 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 сельскохозяйственно-го сырья и создания продуктов здорового питания: материалы 18 междунар. науч.-практич. конф., посвященная памяти В. М. Горбачева. М, 2015. С. 24–27.
13. The minispec Масличность и влажность в семенах и орехах // Высокотехнологичное научное оборудование. URL: [http://spectrante.ru/images/pdf\\_series/Zernovie.pdf](http://spectrante.ru/images/pdf_series/Zernovie.pdf). (дата обращения: 15.01.2021).
14. ГСО 10899–2017 Стандартный образец массовой доли жира (масличности) в семенах подсолнечника (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389300> (дата обращения: 15.01.2021).
15. К вопросу о стандартизации определения содержания масла в семенах сои метом ЯМР-релаксации / О. Харчук [и др.] // Biotehnologii avansate – realizări și perspective: Simpozionul științific național cu participare internațională. Ed. III, Chișinău 24–25 octombrie 2013 / под ред. Botnari V. [и др.]. Chișinău, Republica Moldova: Tipografia Academiei de Științe a Moldovei, 2013. P. 48.
16. Имитатор свободной процессии ядерного магнитного резонанса и спинового эхо масла с различной массовой долей олеиновой кислоты в семенах подсолнечника: пат. 2001610425 РФ; заявл. 20.02.2018; опуб. 18.01.2019, Бюл. 2.
17. ГСО 3107–84 Стандартный образец масличности и влажности семян подсолнечника (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: [www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823](http://www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823)
18. Агафонов О. С., Прудников С. М. Разработка стандартных образцов-имитаторов массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника. Эталоны. Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 4. С. 42–48. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48>.
19. ГОСТ 8.597–2010 ГСИ. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика выполнения измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса. Москва: Стандартинформ, 2011. 8 с.

20. Прудников С. М., Зверев Л. В., Джиоев Т. Е. Система приема и обработки сигналов импульсных релаксометров ядерного магнитного резонанса, свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ № 2001610425, Москва: 2001.
21. Имитатор сигналов свободной прецессии ядерного магнитного резонанса и спинового эхо протонов масла с различной массовой долей олеиновой кислоты в семенах подсолнечника: пат. 2677644 С1 РФ; заявл. 20.02.2018; опуб. 18.01.2019, Бюл. 2.

## REFERENCE

1. GOST 22391–2015 Sunflower. Specifications. Moscow: Standartinform Publ.; 2020. 13 p. (In Russ.).
2. Four types of sunflower oil. Available from: <https://sunflowerusa.com/oil/Four-Types-of-Sunflower-Oil/>. [Accessed 15 January 2021].
3. Fadul O. Changes in oil fatty acid composition during seed development of sunflower. *Asian journal of plant sciences*. 2012;(11):241–245. <https://doi.org/10.3923/ajps.2012.241.245>
4. Van der Merwe R., Labuschagne M. Effects of temperature on oleic acid percentage during grain-filling in sunflowers and other oil crops. Available from: [https://www.researchgate.net/publication/293071400\\_Effects\\_of\\_temperature\\_on\\_oleic\\_acid\\_percentage\\_during\\_grain-filling\\_in\\_sunflowers\\_and\\_other\\_oil\\_crops](https://www.researchgate.net/publication/293071400_Effects_of_temperature_on_oleic_acid_percentage_during_grain-filling_in_sunflowers_and_other_oil_crops). [Accessed 15 January 2021].
5. Akkaya M., Çil A., Yücel H., Kola O. 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 international*. 2019;(39):448–453. <https://doi.org/10.1590/fst.20118>.
6. GOST 30418–96. Vegetable oils. Method for determination of fatty acid content. Minsk, 2013. 7 p. (In Russ.).
7. GOST 31663–2012. Vegetable oils and animal fats. Determination of methyl esters of fatty acids by gaz chromatography method. Moscow: Standartinform Publ., 2019. (In Russ.).
8. GOST 28238–89 Sunflower. Method for determination of oleic acid mass fraction according to the oil refraction index. Moscow, Standartinform Publ., 2010. 6 p. (In Russ.).
9. Cantarel M. A., Funes I. G., Marchevsky E. J., Camiña J. M. Determination of oleic acid in sunflower seeds by infrared spectroscopy and multivariate calibration method. *Talanta*. 2009;80(2):489–492. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2009.07.004>.
10. Efimenko S. G., Efimenko S. K. Express-evaluation of oleic and linoleic fatty acids content in oil in milled sunflower kernels by means of IR-spectrometry. *Oil Crops*. 2018;176(4):58–63. (In Russ.).
11. Pérez-Vich B., Velasco L., Fernández-Martínez J. Determination of seed oil content and fatty acid composition in sunflower through the analysis of intact seeds, husked seeds, meal and oil by near-infrared reflectance spectroscopy. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 1998;75(5):547–555. <https://doi.org/10.1007/s11746-998-0064-1>.
12. 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. In: *Development of biological and post-genomic technologies for assessing the quality of agricultural raw materials and creating healthy food products: materials of the 18th international scientific and practical conference dedicated to the memory of V. M. Gorbachev*. Moscow, 2015. pp. 24–27. (In Russ.).
13. The minispec Oil content and moisture in seeds and nuts. Available from: [http://spectrante.ru/images/pdf\\_series/Zernovie.pdf](http://spectrante.ru/images/pdf_series/Zernovie.pdf). [Accessed 15 June 2020].
14. SRM 10899–2017 Standartnyi obrazets massovoi doli zhira (maslichnosti) v semenakh podsolnechnika (komplekt) [Reference material of mass fraction of fat (oil content) in sunflower seeds (set)]. Available from: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389300>. [Accessed 15 January 2021]. (In Russ.).
15. Kharchuk O., Kuznetsov E., Kirilov A., Geru I. K voprosu o standartizatsii opredeleniia soderzhaniia masla v semenakh soi metom laMR-relaksatsii [On the issue of standardization of determining the oil content in soybean seeds by NMR relaxation]. In: *Biotehnologii avansate – realizări și perspective: Simpozionul științific național cu participare internațională*. Ed. III, Botnari V. eds. Chișinău, Republica Moldova: Tipografia Academiei de Științe a Moldovei, 2013. p. 48. (In Russ.).
16. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V., Vituk B. I., Gorelikova I. A. Imitator svobodnoi protsessii iadernogo magnitnogo rezonansa i spinovogo ekho masla s razlichnoi massovoi dolei oleinovoii kisloty v semenakh podsolnechnika [Oil with the oleinic acid in sunflower seeds various weight fraction protons nuclear magnetic resonance free precession and spin echo signals simulator]. Patent RF, no. 2001610425, 2001. (In Russ.).
17. SRM 3107–84 Standartnyi obrazets maslichnosti i vlazhnosti semian podsolnechnika (komplekt) [Reference material of oil content and humidity of sunflower seeds (set)]. Available from: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823>. [Accessed 15 January 2021]. (In Russ.).
18. 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):42–48. (In Russ.) <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-4-41-48>.
19. GOST 8.597–2010 State system for ensuring the uniformity of measurements. Oilseeds and oilseeds residues. Determination of oil and moisture content using pulsed nuclear magnetic resonance spectrometry. Moscow: Standartinform Publ., 2011. (In Russ.).
20. Prudnikov S. M., Zverev L. V., Dzhioev T. E. Sistema priema i obrabotki signalov impul'snykh rелаксометров iadernogo magnitnogo rezonansa, svidetel'stvo ob ofitsial'noi registratsii programmy dlia EVM № 2001610425 [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, 2001. (In Russ.).

21. Prudnikov S. M., Agafonov O. S., Zverev L. V., Vitiuk B. Ya., Gorelikova I. A. Imitator signalov svobodnoi pretssessii iadernogo magnetnogo rezonansa i spinovogo ekho protonov masla s razlichnoi massovoi dolei oleinovoj kisloty v semenakh podsolnechnika [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** – канд. техн. наук, 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 ORCID: 0000-0002-0209-5432

**Прудников Сергей Михайлович** – д. техн. наук, 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 ORCID: 0000-0002-5768-0807

## INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Oleg S. Agafonov** – PhD (Eng.), Senior Researcher at the Department of Physical Methods of Research, V. S. Pustovoit All-Russian Research Institute of Oil Crops. 17 Filatova str., Krasnodar, 350038, Russia e-mail: sacred\_jktu@bk.ru ORCID: 0000-0002-0209-5432

**Sergey M. Prudnikov** – D. Sci. (Eng.), Professor, Head of the Department of Physical Methods of Research, V. S. Pustovoit All-Russian Research Institute of Oil Crops. 17 Filatova str., Krasnodar, 350038, Russia e-mail: vniimk@rambler.ru ORCID: 0000-0002-5768-0807