

УДК 665.35:543.422.25

ББК 35.782

Э-41

*Викторова Елена Павловна, доктор технических наук, профессор, заместитель директора по науке Краснодарского научно-исследовательского института хранения и переработки сельскохозяйственной продукции – филиала ФГБНУ СКФНЦСВВ; e-mail: [kisp@kubannet.ru](mailto:kisp@kubannet.ru) <mailto:tutu@pisem.net>;*

*Руснак Глеб Витальевич, младший научный сотрудник отдела контроля качества и стандартизации Краснодарского научно-исследовательского института хранения и переработки сельскохозяйственной продукции – филиала ФГБНУ СКФНЦСВВ; e-mail: [kisp@kubannet.ru](mailto:kisp@kubannet.ru) <mailto:tutu@pisem.net>;*

*Шахрай Татьяна Анатольевна, кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник отдела хранения и комплексной переработки сельскохозяйственного сырья Краснодарского научно-исследовательского института хранения и переработки сельскохозяйственной продукции – филиала ФГБНУ СКФНЦСВВ; e-mail: [sakrai@yandex.ru](mailto:sakrai@yandex.ru);*

*Агафонов Олег Сергеевич, кандидат технических наук, старший научный сотрудник отдела физических методов исследований ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур имени В.С. Пустовойта»; e-mail: [sacred\\_jktu@bk.ru](mailto:sacred_jktu@bk.ru);*

*Прудников Сергей Михайлович, доктор технических наук, профессор наук, заведующий отделом физических методов исследований ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур имени В.С. Пустовойта»; e-mail: [vnimk-centr@mail.ru](mailto:vnimk-centr@mail.ru)*

**ЭКСПРЕСС-СПОСОБЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МАСЛА  
В РАСТИТЕЛЬНЫХ ЛЕЦИТИНАХ НА ОСНОВЕ ИМПУЛЬСНОГО  
МЕТОДА ЯДЕРНО-МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА  
(рецензирована)**

*Разработаны экспресс-способы определения массовой доли масла в растительных лецитинах (подсолнечных, соевых, расовых) на основе импульсного метода ядерно-магнитного резонанса, которые имеют ряд преимуществ по сравнению с арбитражным способом, а именно, исключается применение токсичного органического растворителя (ацетона), то есть способы являются экологически безопасными, значительно сокращается время осуществления анализа (вместо 10 часов) – 5 минут, то есть способы являются экспрессными, а также снижаются требования к квалификации лабораторного персонала, так как процесс осуществления анализа автоматизирован.*

**Ключевые слова:** *экспресс-способы, растительные лецитины, импульсный метод ядерно-магнитного резонанса, ядерно-магнитные релаксационные характеристики.*

*Victorova Elena Pavlovna, Doctor of Technical Sciences, Professor, Deputy Director for Science of the Krasnodar Scientific Research Institute of Agricultural Products Storage and Processing - Branch of the FSBSI NCFSCHWT, e-mail: [kisp@kubannet.ru](mailto:kisp@kubannet.ru);*

**Rusnak Gleb Vitalievich**, a junior researcher of the Quality Control and Standardization Department of Krasnodar Scientific Research Institute of Agricultural Products Storage and Processing - Branch of the FSBSI NCF SCHWT, e-mail: [kisp@kubannet.ru](mailto:kisp@kubannet.ru);

**Shakhray Tatyana Anatolievna**, Candidate of Technical Sciences, an associate professor, a leading researcher of the Department of Storage and Complex processing of Agricultural raw materials of the Krasnodar Scientific Research Institute of Agricultural Products Storage and Processing - branch of the FSBSI NCF SCHWT, e-mail: [sakrai@yandex.ru](mailto:sakrai@yandex.ru);

**Agafonov Oleg Sergeevich**, Candidate of Technical Sciences, a senior researcher of the Physical Methods of Research Department of the All-Russian Research Institute of Oilseeds named after V. Pustovoit, e-mail: [sacred\\_jktu@bk.ru](mailto:sacred_jktu@bk.ru);

**Prudnikov Sergey Mikhailovich**, Doctor of Technical Sciences, professor, head of the Department of Physical Methods of Research, All-Russian Research Institute of Oilseeds named after V. Pustovoit, e-mail: [vnimk-centr@mail.ru](mailto:vnimk-centr@mail.ru)

### **EXPRESS METHODS FOR DETERMINING OIL WEIGHT FRACTION IN VEGETABLE LECITHINS BASED ON THE PULSE METHOD OF NUCLEAR-MAGNETIC RESONANCE**

(reviewed)

*Express methods for determining oil weight fraction in vegetable lecithins (sunflower, soybean, and rapeseed) based on the pulse nuclear magnetic resonance method have been developed, which have a number of advantages compared with arbitration method, namely, the use of toxic organic solvent (acetone) is excluded, i.e. these methods are environmentally safe, the analysis time is significantly reduced (instead of 10 hours) - 5 minutes, that is, these are express methods and qualification requirements to laboratory personnel are also reduced, since the process of performing the analysis is automated.*

**Keywords:** *express methods, vegetable lecithins, pulsed nuclear magnetic resonance method, nuclear magnetic relaxation characteristics.*

В настоящее время отечественные масложировые предприятия выпускают растительные лецитины в соответствии с требованиями ГОСТ 32052-2013 «Добавки пищевые. Лецитины» и требованиями СТО 2481-55505939-001-2011 «Лецитин растительный».

Указанные лецитины широко применяются в производстве продуктов питания, биологически активных, пищевых и кормовых добавок, так как проявляют технологические и функциональные свойства, благодаря присутствию в их составе эссенциальных фосфолипидов, витамина Е (токоферолов), провитамина Д ( $\beta$ -ситостеролов) [1-7].

Основными физико-химическими показателями, определяемыми в лецитинах, выпускаемых по требованиям ГОСТ 32052-2013, являются массовая доля веществ, нерастворимых в ацетоне (фосфолипидов), массовая доля веществ, нерастворимых в толуоле, массовая доля влаги и летучих веществ, кислотное и перекисное число. В отличие от лецитинов, выпускаемых по требованиям ГОСТ 32052-2013, в лецитинах, выпускаемых по требованиям СТО 2481-55505939-001-2011, наряду с указанными показателями, определяется и такой показатель, как массовая доля масла, так как жидкие лецитины представляют собой сложную систему, состоящую в основном из фосфолипидов и масла.

Однако, способ определения массовой доли масла, содержащегося в жидких лецитинах, имеет ряд недостатков, а именно, требует применения токсичного органического растворителя – ацетона, длителен, так как для его реализации требуется более 10 часов, а также для его реализации необходима высокая квалификация лабораторного персонала.

Ранее в наших работах была показана эффективность применения импульсного метода ЯМР для определения массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, т.е. фосфолипидов, в растительных лецитинах и на основании проведенных исследований разработаны экологически безопасные экспресс-способы определения массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне (фосфолипидов), содержащихся в растительных лецитинах [8-12].

Кроме этого, было установлено, что в качестве аналитических параметров, позволяющих определять массовую долю масла в лецитинах, могут быть использованы такие ядерно-магнитные релаксационные характеристики, как амплитуда сигналов ЯМР протонов первой компоненты, характеризующих триацилглицерина масла, находящиеся в виде индивидуальных молекул, и амплитуда сигналов ЯМР протонов второй компоненты, характеризующих триацилглицерина масла, находящиеся в лецитинах в виде ассоциатов - димеров [8-12].

Учитывая это, целью исследования является разработка экспресс-способов определения массовой доли масла в растительных лецитинах на основе импульсного метода ядерно-магнитного резонанса.

Для этого изучали влияние массовой доли масла, содержащегося в лецитинах, на их ЯМР-характеристики, а именно, на значения амплитуд сигналов ЯМР протонов четырех компонент лецитинов, первая ( $A_1$ ) и вторая ( $A_2$ ) из которых характеризует масло, а третья ( $A_3$ ) и четвертая ( $A_4$ ) – фосфолипиды.

Измерение ядерно-магнитных релаксационных характеристик лецитинов осуществляли на ЯМР-анализаторе АМВ-1006М второго поколения, а обработку экспериментальных данных проводили в соответствии с рекомендациями, приведенными в работе [13].

В таблице 1 приведены значения амплитуд сигналов ЯМР протонов компонент в зависимости от массовой доли масла, содержащегося в подсолнечных лецитинах.

В таблице 2 приведены данные, характеризующие выбранный аналитический параметр –  $(A_1+A_2)/A_{\text{сис}}$ , %, в зависимости от массовой доли масла, содержащегося в подсолнечных лецитинах.

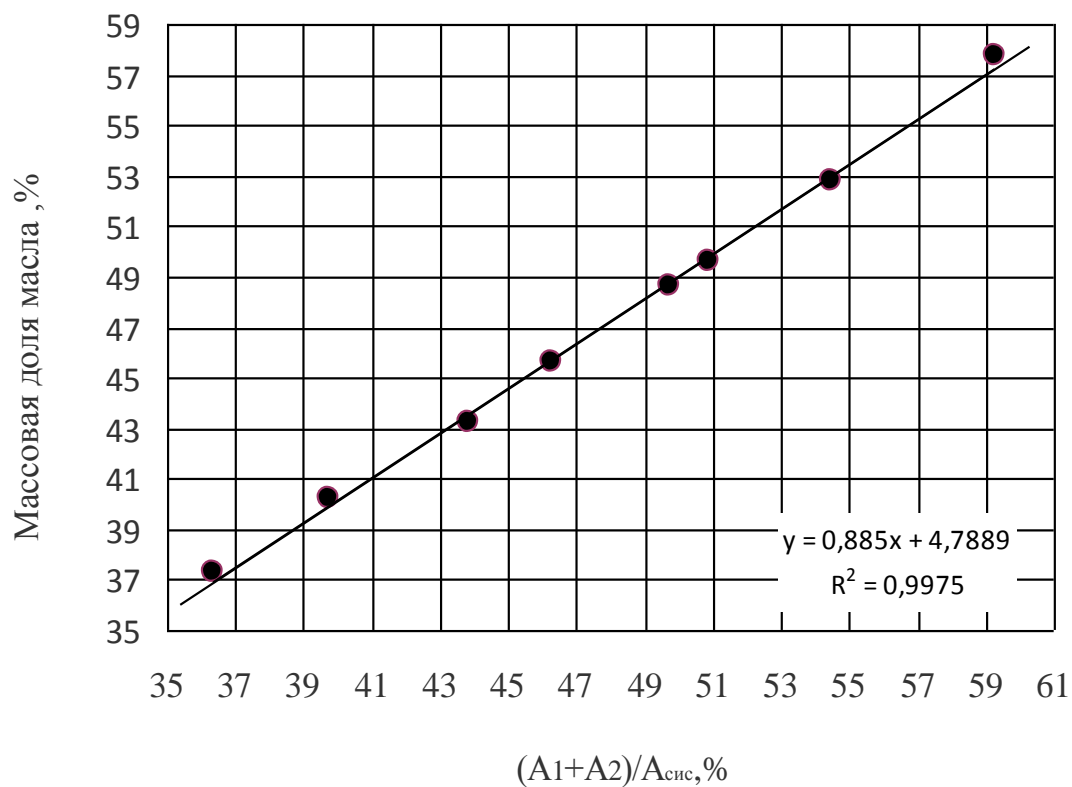
Таблица 1 – Значения амплитуд сигналов ЯМР протонов компонент ( $A_i$ )  
и амплитуд сигналов ЯМР протонов системы в целом ( $A_{\text{сис}}$ )  
для подсолнечных лецитинов с различной массовой долей масла

Массовая доля масла, содержащегося в подсолнечных лецитинах, %	Амплитуда сигналов ЯМР протонов компоненты, отн. ед.				Сумма ( $A_1 + A_2$ ), отн. ед.	$A_{\text{сис}}$ , отн. ед.
	первой ( $A_1$ )	второй ( $A_2$ )	третьей ( $A_3$ )	четвертой ( $A_4$ )		
57,8	233	453	226	245	686	1157
52,8	202	399	215	288	601	1104
49,6	185	367	219	305	542	1066
48,6	157	364	247	279	521	1047
45,6	141	334	241	312	475	1028
43,2	130	304	283	272	434	989
40,2	107	273	296	283	380	959
37,3	84	258	308	290	342	940

Таблица 2 – Значения аналитического параметра  $(A_1 + A_2)/A_{\text{сис}}$ , %  
в зависимости от массовой доли масла, содержащегося  
в подсолнечных лецитинах

Массовая доля масла, содержащегося в подсолнечных лецитинах, %	Аналитический параметр $(A_1 + A_2)/A_{\text{сис}}$ , %
57,8	59,3
52,8	54,4
49,6	50,8
48,6	49,7
45,6	46,2
43,2	43,8
40,2	39,6
37,3	36,4

На рисунке 1 приведена зависимость массовой доли масла, содержащегося в подсолнечных лецитинах, от значения аналитического параметра –  $(A_1 + A_2)/A_{\text{сис}}$ , %.



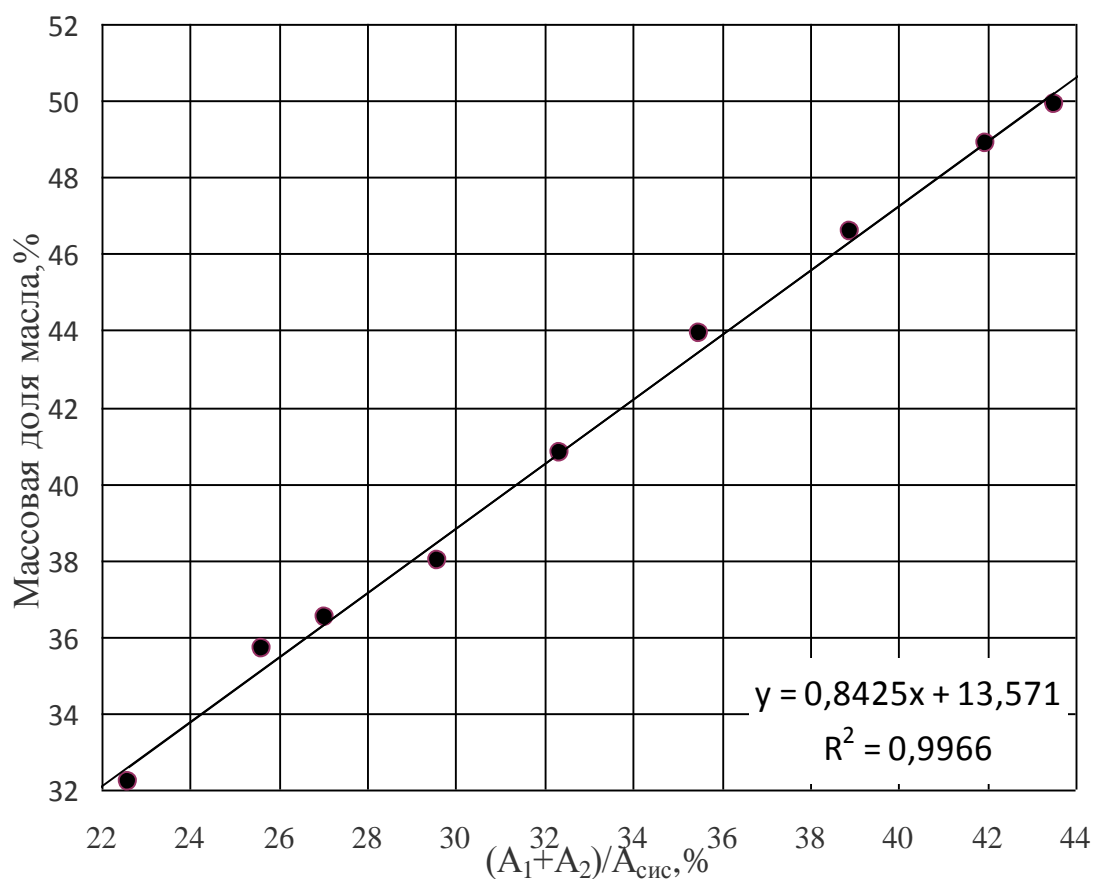
**Рис. 1.** Зависимость массовой доли масла, содержащегося в подсолнечных лецитинах, от значения аналитического параметра, определенного с применением импульсного метода ЯМР

Указанная зависимость описывается уравнением следующего вида (коэффициент корреляции  $R^2 = 0,9975$ ):

$$M_{\text{п}} = 0,885x + 4,7889,$$

где  $M_{\text{п}}$  – массовая доля масла, %;  $x$  –  $(A_1 + A_2) / A_{\text{сис}}$ , %.

Следует отметить, что аналогичная зависимость получена и для определения массовой доли масла, содержащегося в соевых лецитинах (рис. 2).



**Рис. 2.** Зависимость массовой доли масла, содержащегося в соевых лецитинах, от значения аналитического параметра, определенного с применением импульсного метода ЯМР

Представленная на рисунке 2 зависимость описывается уравнением следующего вида (коэффициент корреляции  $R^2 = 0,9966$ ):

$$M_c = 0,8425x + 13,571,$$

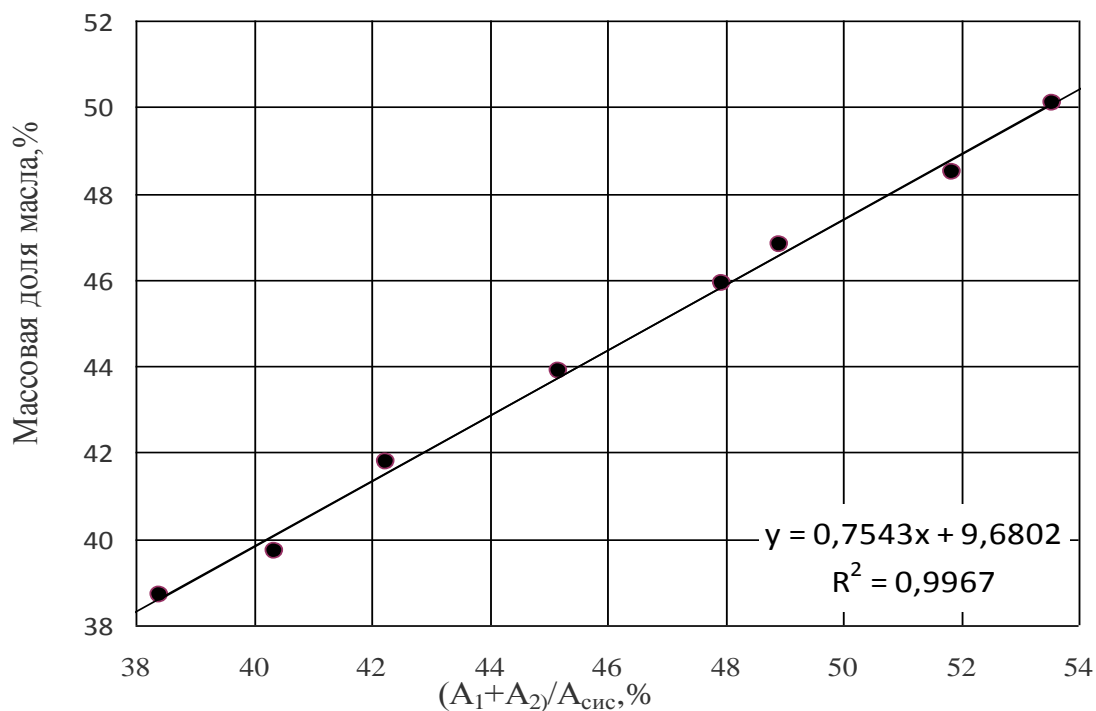
где  $M_c$  – массовая доля масла, %;  $x = (A_1 + A_2) / A_{\text{сис}}, \%$ .

На рисунке 3 приведена зависимость массовой доли масла, содержащегося в рапсовых лецитинах, от значения аналитического параметра –  $(A_1 + A_2) / A_{\text{сис}}, \%$ .

Зависимость массовой доли масла, содержащегося в рапсовых лецитинах, от значения аналитического параметра описывается уравнением следующего вида (коэффициент корреляции  $R^2 = 0,9967$ ):

$$M_p = 0,7543x + 9,6802,$$

где  $M_p$  – массовая доля масла, %;  $x = (A_1 + A_2) / A_{\text{сис}}, \%$ .



**Рис. 3.** Зависимость массовой доли масла, содержащегося в рапсовых лецитинах, от значения аналитического параметра, определенного с применением метода ЯМР

Таким образом, на основании проведенных исследований разработаны экологически безопасные экспресс-способы определения массовой доли масла, содержащегося в растительных лецитинах (подсолнечных, соевых, рапсовых).

Разработанные способы имеют ряд преимуществ по сравнению с арбитражным способом, а именно, исключается применение токсичного органического растворителя (аcetона), то есть способы являются экологически безопасными, значительно сокращается время осуществления анализа (вместо 10 часов) – 5 минут, то есть способы являются экспрессными, а также снижаются требования к квалификации лабораторного персонала, так как процесс осуществления анализа автоматизирован.

Кроме этого, появляется возможность одновременного определения массовой доли масла и массовой доли веществ, нерастворимых в аcetоне (фосфолипидов), содержащихся в растительных лецитинах, с применением импульсного метода ЯМР.

#### *Литература:*

1. Тимофеенко Т.И., Артеменко И.П., Корнена Е.П. Фосфолипидные продукты функционального назначения. Краснодар: КубГТУ, 2002. 209 с.
2. Исследование технологических свойств растительных лецитинов / Н.Н. Корнен [и др.] // Новые технологии. 2015. Вып. 3. С. 19-24.
3. Тимофеенко Т.И. Функциональный продукт на основе натуральных растительных фосфолипидов // Известия вузов. Пищевая технология. 2002. №2/3. С. 47-48.
4. Корнен Н.Н. Технологические свойства растительных фосфолипидных продуктов // Новые технологии. 2012. Вып. 4. С. 12-14.

5. Корнен Н.Н., Ханферьян Р.А., Бутина Е.А. Исследование физиологически функциональных свойств фосфолипидных БАД серии «Витол» // Новые технологии. 2011. Вып. 4. С. 92-95.
6. Медико-биологические свойства фосфолипидных продуктов, полученных по различным технологиям / Н.Н. Корнен [и др.] // Известия вузов. Пищевая технология. 2001. №5/6. С. 90-91.
8. Совершенствование экспресс-способа оценки качества подсолнечных лецитинов с применением метода ядерно-магнитной релаксации / Е.П. Викторова [и др.] // Известия вузов. Пищевая технология. 2016. №4. С. 87-91.
9. Исследование ядерно-магнитных релаксационных характеристик рапсовых лецитинов / О.С. Агафонов [и др.] // Новые технологии. 2015. Вып. 3. С. 9-14.
10. Сравнительная оценка ядерно-магнитных релаксационных характеристик подсолнечных и рапсовых лецитинов / Е.В. Лисовая [и др.] // Научный журнал КубГАУ. Политематический сетевой электронный научный журнал Кубанского государственного аграрного университета. Краснодар: КубГАУ, 2015. №9(113). С. 467-479.
11. Экологически безопасный экспресс-способ оценки качества рапсовых лецитинов с применением метода ядерно-магнитной релаксации / О.С. Агафонов [и др.] // Новые технологии. 2016. Вып. 3. С. 11-15.
12. Разработка экологически безопасного экспресс-способа оценки качества соевых лецитинов / Е.П. Викторова [и др.] // Научный журнал КубГАУ. Политематический сетевой электронный научный журнал Кубанского государственного аграрного университета. Краснодар: КубГАУ, 2016. №7(121). С. 698-707.
13. Система приема и обработки сигналов импульсных релаксометров ядерного магнитного резонанса: свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ / С.М. Прудников, Л.В. Зверев, Т.Е. Джигоев; №2001610425; заявл 17.04.01.

#### **Literature:**

1. *Timofeenko T.I., Artemenko I.P., Kornena E.P. Phospholipid products of functional purpose. Krasnodar: KubSTU, 2002. 209 p.*
2. *Research of technological properties of vegetable lecithins / N.N. Kornen [and others] // New technologies. 2015. Vol. 3. P. 19-24.*
3. *Timofienko T.I. Functional product based on natural plant phospholipids // Proceedings of universities. Food technology. 2002. № 2/3. P. 47-48.*
4. *Kornen N.N. Technological properties of vegetable phospholipid products // New technologies. 2012. Issue. 4. P. 12-14.*
5. *Kornen N.N., Khanferyan R.A., Butina E.A. Investigation of physiologically functional properties of phospholipid BAA of "Vitol" series // New technologies. 2011. Issue. 4. P. 92-95.*
6. *Medical and biological properties of phospholipid products obtained by different technologies / N.N. Kornen [and others] // Proceedings of universities. Food technology. 2001. № 5/6. P. 90-91.*
7. *Improvement of the express method for assessing the quality of sunflower lecithins using the nuclear magnetic relaxation method / E.P. Viktorova [and others] // Proceedings of universities. Food technology. 2016. № 4. P. 87-91.*



8. *Investigation of nuclear-magnetic relaxation characteristics of rapeseed lecithins / O.S. Agafonov [and others] // New technologies. 2015. Vol. 3. P. 9-14.*

9. *Comparative evaluation of nuclear magnetic relaxation characteristics of sunflower and rape lecithins / E.V. Lisovaya [and others] // Scientific journal of KubSAU. Polythematic network electronic scientific journal of the Kuban State Agrarian University. Krasnodar: KubSAU, 2015. № 9 (113). P. 467-479.*

10. *An ecologically safe express method for assessing the quality of rapeseed lecithins using the nuclear magnetic relaxation method. O.S. Agafonov [and others] // New technologies. 2016. Vol. 3. P. 11-15.*

11. *Development of an ecologically safe express method for assessing the quality of soy lecithins / E.P. Viktorova [and others] // Scientific journal of KubSAU. Polythematic network electronic scientific journal of the Kuban State Agrarian University. Krasnodar: KubSAU, 2016. № 7 (121). P. 698-707.*

12. *System for receiving and processing signals of pulsed nuclear magnetic resonance relaxometers: a certificate of official registration of a computer program / S.M. Prudnikov, L.V. Zverev, T.E. Dzhioev; No. 2001610425; appl. 17.04.01.*