

## Определение масличности и влажности семян методом импульсного ЯМР

Масличность и влажность – главные товарные показатели семенных культур, таких как подсолнечник, рапс, горчица, соя, хлопчатник и т.д. Определение этих характеристик является обязательным условием сертификации сельскохозяйственных товаров, определяя их стоимость. Традиционные методы определения масличности и влажности семян основаны на применении вредных растворителей и реактивов. Анализ с использованием данных методов требует значительного времени, воспроизводимость и точность результатов низкая. Кроме того, требуется постоянное внимание со стороны персонала, проводящего анализ, что опять-таки негативно влияет на точность результата. Существуют другие методы определения масличности и влажности, обеспечивающие высокоточные результаты (например, ИК-спектроскопия), однако их использование затруднено ввиду сложности калибровки приборов и невозможности унификации данных.

Метод ядерного магнитного резонанса (ЯМР) лишен вышеперечисленных недостатков. Основным международным нормативным документом, определяющим процедуру одновременного определения масличности и влажности методом ЯМР, является **ISO 10565**. Сущность метода заключается в количественной оценке протонов, принадлежащих воде, удерживаемой клетчаткой и протонов, принадлежащих маслу. Разделение этих фракций в релаксационном спаде возможно вследствие того, что вода сильно связана

клетчаткой, подвижность протонов этой фракции ограничена и сигнал спадает на порядок быстрее по сравнению с сигналом от более подвижных протонов фракции масла. Для анализа используется двухимпульсная последовательность «ССИ - спиновое эхо» (рис. 1).

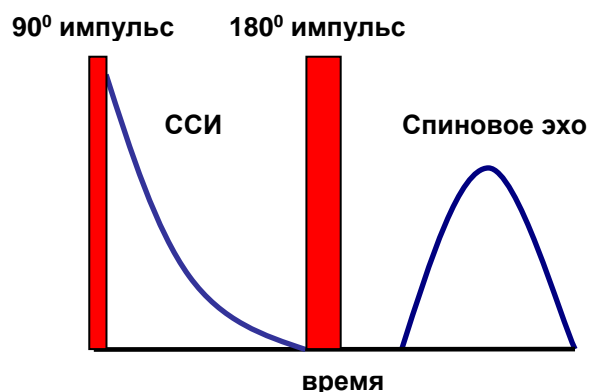


Рис. 1. Последовательность ССИ - спиновое эхо

Сигнал ЯМР сразу после  $90^\circ$  радиочастотного импульса (ССИ) пропорционален суммарному содержанию воды и масла, сигнал после  $180^\circ$  импульса (спиновое эхо) пропорционален только содержанию масла. Т.о., содержание воды можно получить вычитанием из амплитуды ССИ амплитуды спинового эхо.

Для анализа необходимы электронные или механические весы, обеспечивающие точность измерения массы пробы до 0.01 г и стеклянные ампулы соответствующего диаметра. Отбор и подготовка проб сводится только к удалению из массы семян инородных объектов (земля, поврежденные семена).

ЯМР-анализатор «Спин Трэк» (рис. 2) удовлетворяет требованиям стандарта **ISO 10565**. Анализ харак-

теризуется высокой точностью, воспроизводимостью и высокой степенью сходимости с результатами анализа, полученными при использовании других методов. Небольшие габаритные размеры и масса позволяют использовать его как на месте переработки, так и на местах непосредственной разработки сырья.



Рис. 2. ЯМР-анализатор «Спин Трэк»

Большинство видов семян имеют объем, сравнимый с объемом образца для наиболее широко используемых магнитных систем. Значительная разница в параметрах отдельных семян требует одновременно подвергать анализу большое число семян для получения точного значения влажности и масличности для большой партии сырья. ЯМР-анализатор «Спин Трэк» может быть укомплектован магнитной системой с использованием пробирки диаметром до 40 мм. При использовании пробирок меньшего диаметра рекомендуется подвергать исследуемый материал размолу, что усложняет проведение эксперимента, но не ухудшает точность измерений. Продолжительность анализа – не более 2 минут. Процедура калибровки соответствует описанной в **ISO 10565**. Типичный вид калибровочных кривых приведен на рис. 3-4.

Система снабжена гибким программным обеспечением **Relax**, которое полностью автоматизирует процесс анализа и требует минимального участия в нем оператора.

Программное обеспечение поддерживает платформу Microsoft® Windows® 7.

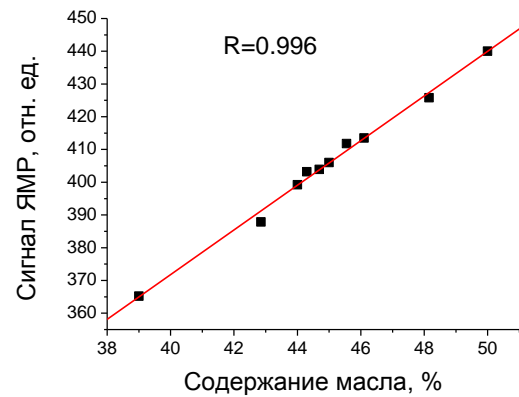


Рис. 3. Калибровка по содержанию масла

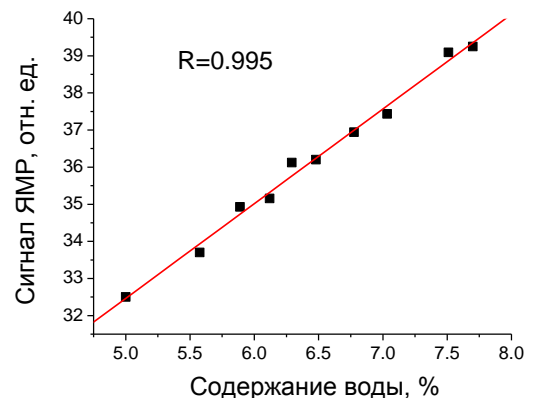


Рис. 4. Калибровка по содержанию воды

**Relax** позволяет проводить:

- Автоматическую калибровку ЯМР-анализатора;
- Автоматизированный одновременный анализ содержания воды и масла;
- Автоматическую генерацию отчета;
- Регистрацию всех действий оператора;
- Ежедневную поверку ЯМР-анализатора;
- Тест функциональных блоков.

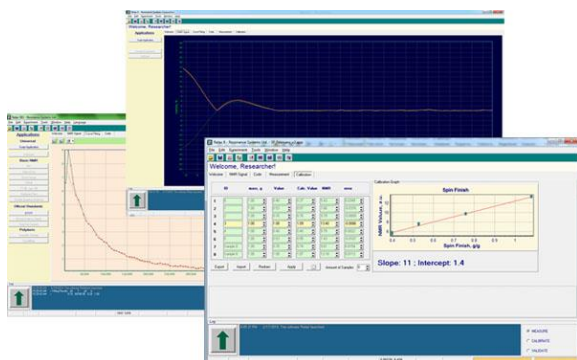


Рис 5. Рабочее окно программы **Relax**

Эксперимент может быть легко сконструирован оператором, так как **Relax** использует язык программирования, подобный **Pascal** и весь эксперимент описывается подпрограммой-скриптом. Все основные импульсные последовательности встроены в программу и включены в официальную поставку.

Стратегия разработчика направлена на максимальное удовлетворение нужд заказчика, поэтому возможна любая конфигурация и быстрая доработка аппаратуры под нестандартную задачу. Обеспечивается проведение технических и научных консультаций. Также обеспечивается постоянная техническая поддержка.

Приказом № 401 от 1 апреля 2015 г. Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандартом) утвержден тип средств измерений "ЯМР-анализатор "Спин Трэк". Регистрационный номер в Государственном реестре средств измерений 32677-15.

### Контактная информация:

Фактический адрес:

424000, Россия, Марий Эл, г. Йошкар-Ола, Поволжский государственный технологический университет, пл. Ленина, 3, кафедра физики.

Юридический адрес:

424002, Россия, Марий Эл, г. Йошкар-Ола, ул. Комсомольская, 145, 7.

Директор – Грунин Леонид Юрьевич, к.х.н.

Тел: 8 903 3261515

Заместитель директора – Николаев Иннокентий Александрович, к.т.н.

Тел: 8 8362 532799

Лаборатория ЯМР:

Тел.: 8 8362 436020

E-mail: [info@nmr-design.com](mailto:info@nmr-design.com)

URL: <http://www.nmr-design.com/ru/>

Банковские реквизиты:

ИНН 1215132129, КПП 121501001,  
ОГРН 1081215004496, ОКПО  
83984100, р. сч.  
40702810300390000886 в ПАО "АК  
БАРС" БАНК, г. Казань, кор. сч.  
3010181040000000225, БИК  
044525225