

Определение содержания твердого жира SFC (Solid Fat Content) в маслах и жирах с помощью ЯМР-анализатора «Спин Трэк»

1. Введение

Качество пищевых продуктов, содержащих жиры и масла, значительно зависит от содержания в них твердого жира (SFC – Solid Fat Content). SFC анализ является общепринятой процедурой в процессе хлебопечения, в кондитерском производстве и масложировой промышленности. Традиционные методы измерения SFC довольно медленные, обладают низкой воспроизводимостью результатов. Кроме того, требуется использование вредных для здоровья химикатов и постоянного участия оператора в процессе анализа. Определение SFC методом ЯМР проводится быстро и точно без указанных выше требований.

2. Метод

Существует два подхода к измерению SFC с помощью метода ЯМР: прямой и косвенный. Косвенный метод базируется на измерении только жидкой фракции, что требует взвешивания образцов и поддержки их постоянного объема, поэтому этот метод считается довольно сложным. Прямой метод основан на непосредственном вычислении соотношения твердой и жидкой компонент образца, но предъявляет высокие требования к точности оборудования. В то же время процедура подготовки образца максимально проста – требуется лишь поместить исследуемый образец в датчик.

После возбуждения образца мощным 90° радиочастотным импульсом регистрируется сигнал ССИ (спад свободной индукции). ССИ – это электрический сигнал, регистрируемый приемной частью прибора. Он сопровождает процесс релаксации магнитных моментов протонов водорода – возвращение спиновой системы в состояние равновесия после радиочастотного возбуждения. ССИ содержит вклад и от жидкой и от твердой части образца. Протоны жидкой фазы более подвижны, чем протоны твердой. Это обеспечивает более быстрый спад ССИ твердой фазы и видимое разделение фаз в общем спаде. Значение SFC рассчитывается по двум точкам ССИ (рис. 1). Амплитуда ССИ в точке S со-

ответствует суммарному содержанию протонов твердой и жидкой фазы, а точка L только жидкой. Формула на рис. 1 определяет принцип расчета SFC как отношения соответствующих амплитуд.

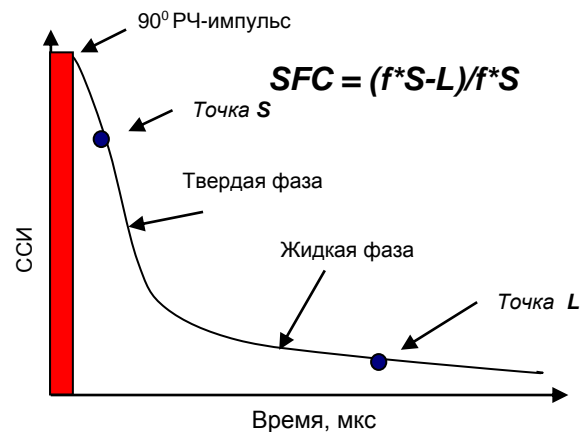


Рис. 1. Расчет SFC по ССИ

Обычно SFC рассчитывается для определенного ряда температур (от 10°C до 35-40°C). Другое название SFC анализа – снятие кривой плавления.

Наиболее точные измерения возможны при условии, что точка S соответствует максимальной амплитуде ССИ, т.е. непосредственно после радиочастотного импульса. Однако вследствие переходных процессов в резонансном контуре датчика в течение нескольких микросекунд регистрация ССИ приемной частью прибора невозможна. Этот промежуток времени называется «мертвым временем» или «временем звона». Длительность мертвого времени должна быть наименьшей для обеспечения максимальной точности измерений. Невозможность регистрации ССИ в течение мертвого времени компенсируется использованием т.н. F-фактора, который определяется в результате измерения образцов с известным значением SFC.

3. Оборудование



Рис 2. ЯМР-анализатор «Спин Трэк»

ЯМР-анализатор «Спин Трэк» (Рис. 2), производимый ООО «Резонансные системы», идеально подходит для измерений SFC, благодаря короткому мертвому времени (<8 микросекунд), высокой скорости сбора данных и высокому отношению сигнал-шум, что обеспечивает быстрый и точный анализ с высокой воспроизводимостью данных. Небольшая масса и габаритные размеры позволяют использовать прибор как для рутинного анализа на производстве, так и в специализированных лабораториях. «Спин Трэк» удовлетворяет требованиям международных стандартов **AOCS Cd 16b-93**, **AOCS Cd 16-81 revized in 2000**, **ISO 8292**, **IUPAC 2.150**.

«Спин Трэк» разработан с использованием достижений современной электроники и чрезвычайно прост в эксплуатации благодаря полностью автоматизированному процессу измерений. Длительность одного стандартного ЯМР измерения не превышает 6 секунд.

4. Измерения и калибровка

Объем образца для измерений 1-3 мл. Цикл измерений SFC для получения 6 точек кривой плавления при использовании специального контейнера для образцов и термостата состоит из следующих этапов:

- Исследуемое вещество расплавляется при 80..100°C и выдерживается при этой температуре в течение 15 мин. Подготавливаются 6 образцов одинакового объема
- Все образцы выдерживаются при температуре 60°C в течение 5-15 мин

- Все образцы выдерживаются при температуре 0°C в течение 60 мин
- Образцы отдельно выдерживаются при необходимой температуре измерения (обычно снимаются показания при 10°C / 15°C / 20°C / 25°C / 30°C / 35°C) в течение 30-35 мин
- Каждый образец помещается в датчик и запускается процесс измерения, длящийся около 6 секунд. Полный цикл для 6 образцов длится примерно 110 мин. Возможно проведение цикла измерений только с одним образцом, последовательно выдерживая его на всех температурах, но это требует намного больше времени.

Процедура калибровки выполняется при помощи комплекта калибровочных образцов, разработанного компанией «Резонансные системы». Комплект состоит из трех образцов с 25, 50 и 75% содержанием твердой фазы. Для получения точных и корректных результатов необходимо производить ежедневную поверку анализатора. Калибровочная кривая анализатора «Спин Трэк» изображена на Рис. 3.

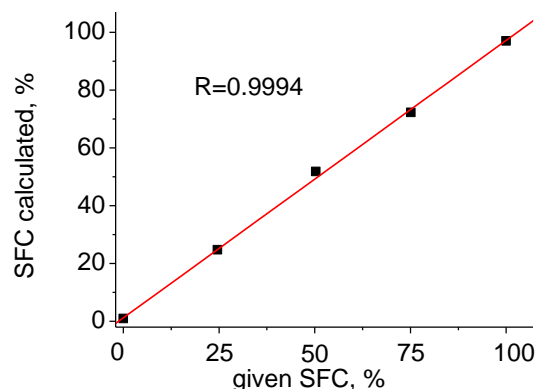


Рис. 3. Калибровочная кривая анализатора «Спин Трэк»

Образцом с 0% содержанием твердого жира является дистиллированная вода, с 100% содержанием твердого жира – ПММА.

Анализатор, прошедший поверку с помощью стандартных калибровочных образцов, разработанных в ООО «Резонансные системы», обладает высокой воспроизводимостью данных. В таблице 1 представлены результаты теста, проведенного в центре сертификации и метрологии.

Таблица 1

SFC, %	1 день	2 день	7 день
23.6	23.3	24.0	23.8
35.4	35.4	35.5	35.2
47.6	47.5	47.5	47.3
56.3	56.5	56.5	56.4
76.8	76.5	76.9	76.6

Все образцы были измерены на анализаторе «Спин Трэк», а затем эксперименты были проведены повторно через 1, 2 и 7 дней. В ходе тестирования образцы выдерживались при постоянной температуре и условиях влажности.

Калибровочные образцы должны храниться в вертикальном положении при температуре 20-23°C и влажности воздуха 25-30%, в защищенном от прямых солнечных лучей и перегрева месте.

5. Программное обеспечение

Все процессы измерений управляются программным пакетом **Relax**, созданным разработчиками ООО «Резонансные системы».

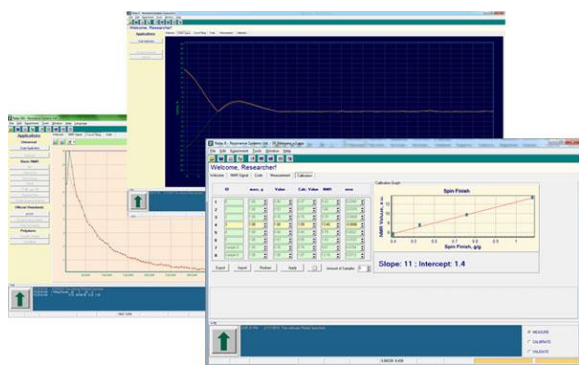


Рис. 4. Интерфейс программного пакета **Relax**

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.

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.

6. Сертификация

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.

6. Наш адрес

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

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