Определение масличности и влажности семян методом импульсного ЯМР

1. Введение

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.

2. Сущность метода

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).

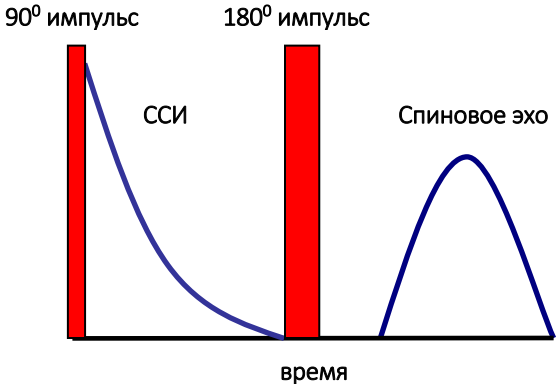

Рис. 1. Последовательность ССИ - спиновое эхо

Сигнал ЯМР сразу после 90^0 радиочастотного импульса (ССИ) пропорционален суммарному содержанию воды и масла, сигнал после 180^0 импульса (спиновое эхо) пропорционален только содержанию масла. Т.о., содержание воды можно получить вычитанием из амплитуды ССИ амплитуды спинового эхо.

3. Рекомендуемое оборудование

ЯМР-анализатор низкого разрешения **«Спин Трэк»** (рис. 2), производимый ООО «Резонансные системы», в следующей конфигурации:

Рис 2. ЯМР-анализатор «Спин Трэк»

- Анализатор с термостабилизированной магнитной системой (индукция 0,2 - 0,4 Тл, зазор для использования датчика с пробиркой диаметром 40 мм);
- Управляющий ПК с предустановленной ОС Microsoft© Windows© 7, 8, 10 или 11** и управляющей программой Relax 8.0;
- Измерительные кюветы;
- Весы электронные.

**Определяется производителем ПК

ЯМР-анализатор «Спин Трэк» чрезвычайно прост в использовании и обслуживании, поскольку процедура измерений и валидации максимально автоматизированы.

При использовании пробирок меньшего диаметра рекомендуется подвергать исследуемый материал размолу.

4. Измерения и калибровка

Отбор и подготовка проб заключается в удалении из массы семян инородных объектов (земля, поврежденные семена), предварительной сушке при большом содержании влаги и взвешивании.

Калибровка анализатора проводится по образцам семян с заранее определенными значениями масличности (например, экстракционным методом). Калибровочные кривые показаны на рис. 3.

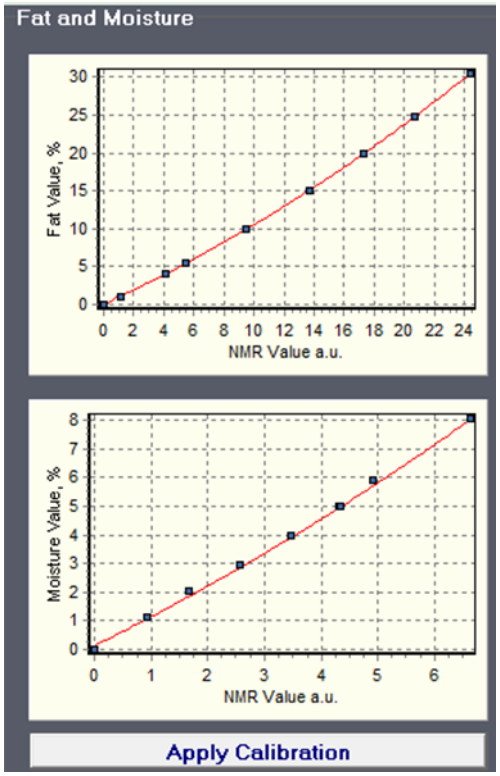

Рис. 3. Калибровочные кривые

После взвешивания образец помещается в датчик прибора, известная масса передается в управляющую программу и запускается измерение. Продолжительность анализа - не более 2 минут. Данные автоматически заносятся в электронный журнал измерений.

Программное обеспечение позволяет работу в следующих режимах: настройка, калибровка, измерение и валидация (оценка воспроизводимости).

5. 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:
424006, Россия, респ. Марий Эл, г. Йошкар-Ола, ул. 70-летия Вооруженных Сил СССР, 20, оф. 307.

Почтовый адрес:
424002, Россия, респ. Марий Эл, г. Йошкар-Ола, ул. Комсомольская, 145, 7.

Тел.: 8 8362 436020

E-mail: info@nmr-design.com

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