

УДК 665.372:543.422.25

ББК 35.782

А-235

Агафонов Олег Сергеевич, аспирант кафедры технологии жиров, косметики и экспертизы товаров факультета инженерии, экспертизы и компьютерного моделирования высоких технологий Кубанского государственного технологического университета, т.:(861)2536760;

Лисовая Екатерина Валериевна, кандидат технических наук, ассистент кафедры технологии жиров, косметики и экспертизы товаров факультета инженерии, экспертизы и компьютерного моделирования высоких технологий Кубанского государственного технологического университета, т.:(861)2536760;

Корнена Елена Павловна, доктор технических наук, профессор, заведующая кафедрой технологии жиров, косметики и экспертизы товаров факультета инженерии, экспертизы и компьютерного моделирования высоких технологий Кубанского государственного технологического университета, т.:(861) 2752493;

Прудников Сергей Михайлович, доктор технических наук, заведующий отделом физических методов исследования ГНУ ВНИИМК РАСХН, т.:(861)2757447.

СРАВНИТЕЛЬНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ИЗВЕСТНЫХ И РАЗРАБОТАННЫХ СПОСОБОВ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА РАСТИТЕЛЬНЫХ ЛЕЦИТИНОВ*

(рецензирована)

Цель работы – проведение сравнительной характеристики известных и разработанных способов определения содержания масла и содержания фосфолипидов в растительных лецитинах.

Ключевые слова: ядерно-магнитная релаксация, ядерно-магнитные релаксационные характеристики, растительные лецитины, способы оценки качества, погрешность измерений.

Agafonov Oleg Sergeevich, post graduate student of the Department of Technology of Fats, Cosmetics and Expertise of the Faculty of Engineering, Expertise and Computer Modeling of High Technologies, Kuban State Technological University, tel.: (861) 2536760;

Lisovaya Ekaterina Valeriyevna, Candidate of Technical Sciences, assistant of the Department of Technology of Fats, Cosmetics and Expertise of the Faculty of Engineering, Expertise and Computer Modeling of High Technologies, Kuban State Technological University, tel.: (861) 2536760;

Kornena Elena Pavlovna, Doctor Of Technical Sciences, professor, head of the Department of Technology of Fats, Cosmetics and Expertise of the Faculty of Engineering, Expertise and Computer Modeling of High Technologies, Kuban State Technological University, tel.: (861) 275-24-93;

Prudnikov Sergey Michailovich, Doctor Of Technical Sciences, head of the Department of Physical Methods of Investigation of the SNI RSIMK RAAS, tel.: (861) 2757447.

COMPARATIVE CHARACTERISTICS OF COMMON AND DEVELOPED QUALITY EVALUATION METHODS OF VEGETABLE LECITHIN *

The purpose of the work is a comparative characteristic of known and developed methods of determining the oil and phospholipidic contents in vegetable lecithin.

Keywords: nuclear magnetic relaxation, nuclear magnetic relaxation characteristics, vegetable lecithin, ways to assess the quality, accuracy of measurements.

В последнее время актуальными являются исследования, направленные на разработку экологически чистых и оперативных способов оценки качества фосфолипидных концентратов (лецитинов), используемых в качестве биологически активных добавок (БАД) к продуктам питания, а также в качестве основного действующего компонента при производстве липосомальных систем и фармацевтических препаратов.

Используемые в пищевых целях растительные лецитины должны по показателям качества соответствовать определенным требованиям. Основными показателями качества лецитинов являются содержание собственно фосфолипидов и содержание нейтрального масла [1].

Применяемые в настоящее время способы определения содержания масла и фосфолипидов в фосфолипидных концентратах (лецитинах) проводятся без средств автоматизации [2].

Известный способ определения содержания масла в фосфолипидном концентрате предусматривает отбор анализируемой пробы фосфолипидного концентрата, экстракцию растворителем масла из пробы фосфолипидного концентрата и расчет содержания масла по формуле, а способ определения содержания фосфолипидов в фосфолипидном концентрате – также отбор анализируемой пробы фосфолипидного концентрата, определения в нем содержания влаги, масла и веществ, нерастворимых в диэтиловом эфире, и расчет содержания фосфолипидов по формуле [2].

Недостатками этих способов является длительность (6-16 часов) и сложность анализа. Кроме того, их проведение требует применения токсичных химических реактивов (ацетон, диэтиловый эфир). В значительной мере сопоставимость и точность получаемых результатов зависит от квалификации персонала.

Учитывая это, возникает необходимость разработки экологически чистых экспрессных способов оценки качества фосфолипидных концентратов (лецитинов). Среди современных физико-химических методов оценки качества и идентификации наиболее эффективными и безопасными являются способы на основе метода ядерно-магнитной релаксации [3].

Специалистами кафедры технологии жиров, косметики и экспертизы товаров Кубанского государственного технологического университета и ВНИИ масличных культур им. В.С. Пустовойта разработаны экспресс-способы оценки качества растительных лецитинов на основе метода ядерно-магнитной релаксации [4].

Способы оценки качества растительных лецитинов заключаются в измерении ядерно-магнитных релаксационных характеристик лецитинов при определенной температуре и расчете по формулам содержания масла и собственно фосфолипидов [4].

Следует отметить, что на величину погрешности определения массовой доли масла и фосфолипидов в лецитине могут оказывать влияние следующие факторы: изменение массы и температуры анализируемой пробы, а также массовая доля влаги.

На рисунке 1 приведены данные по влиянию массы пробы лецитина на результаты определения содержания масла и фосфолипидов.

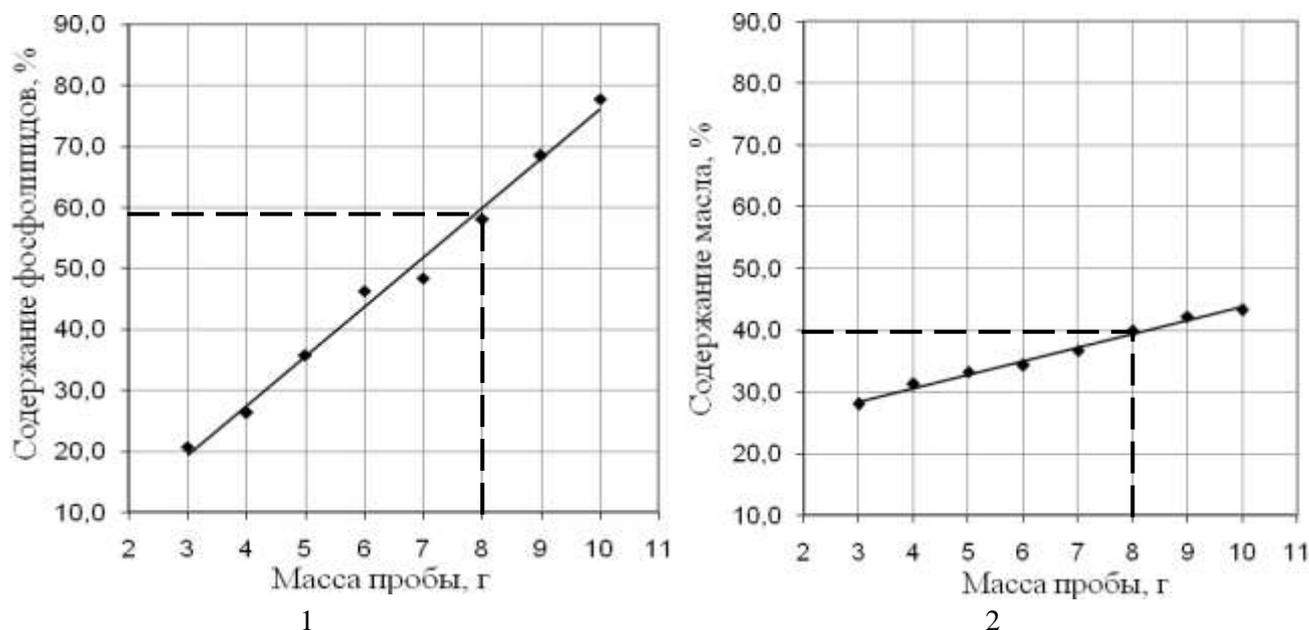


Рис. 1. Влияние массы анализируемой пробы лецитинов на содержание: 1 - фосфолипидов; 2 - масла

Из приведенных на рисунке 1 данных видно, что влияние массы пробы в диапазоне от 3 до 10 г описывается линейной зависимостью. Это объясняется тем, что в анализируемом диапазоне масс коэффициент заполнения не превышает максимально возможного значения.

Следует отметить, что увеличение массы пробы оказывает большее значение на результаты измерения содержания фосфолипидов.

Изменение массы пробы лецитинов на 1 г приводит к изменению измеренного на ЯМР-

анализаторе значения содержания фосфолипидов почти на 5%, а содержания масла – на 2,3%.

Установлено, что погрешность определения содержания фосфолипидов и содержания масла в лецитинах при изменении массы пробы в диапазоне $\pm 0,05$ г составляет $\pm 0,3\%$ абс. и $\pm 0,1\%$ абс. соответственно.

Для получения воспроизводимых и точных результатов на ЯМР-анализаторе АМВ-1006М необходимо обеспечить оптимальное соотношение показателя сигнал/шум. Этот показатель, главным образом, зависит от величины амплитуды сигналов ЯМР анализируемого образца и уровня шума ЯМР-анализатора.

Установлено, что при массе образца 9 г и более величина амплитуды сигналов ЯМР превышает допустимые значения. При массе образца 7 г и менее соотношение сигнал/шум снижается, что приводит к увеличению погрешности. На основании этого, масса пробы лецитинов выбрана равная 8 г.

Помимо массы пробы лецитина, на величину погрешности определения содержания масла и фосфолипидов оказывает температура пробы.

На рисунках 2 и 3 приведены графические зависимости по влиянию температуры исследуемых образцов на результаты определения содержания фосфолипидов и масла.

Из приведенных данных видно, что увеличение температуры пробы на 1°C приводит к уменьшению измеряемого значения содержания фосфолипидов в лецитинах на 0,5% абс. В случае определения содержания масла увеличение температуры пробы на 1°C приводит к увеличению измеряемого значения содержания масла в лецитинах на 0,9% абс. Это позволяет говорить, что при поддержании температуры образцов с точностью $\pm 0,2^\circ\text{C}$ погрешность измерения составляет не более $\pm 0,2\%$.

В таблицах 1 и 2 приведены данные по влиянию влажности лецитинов на результаты определения содержания фосфолипидов и масла.

В результате исследования влияния влажности анализируемых образцов лецитинов на величину погрешности определения содержания фосфолипидов и масла методом ЯМ-релаксации было установлено, что изменение влажности лецитинов в диапазоне от 0,2 до 3% статистически незначимо.

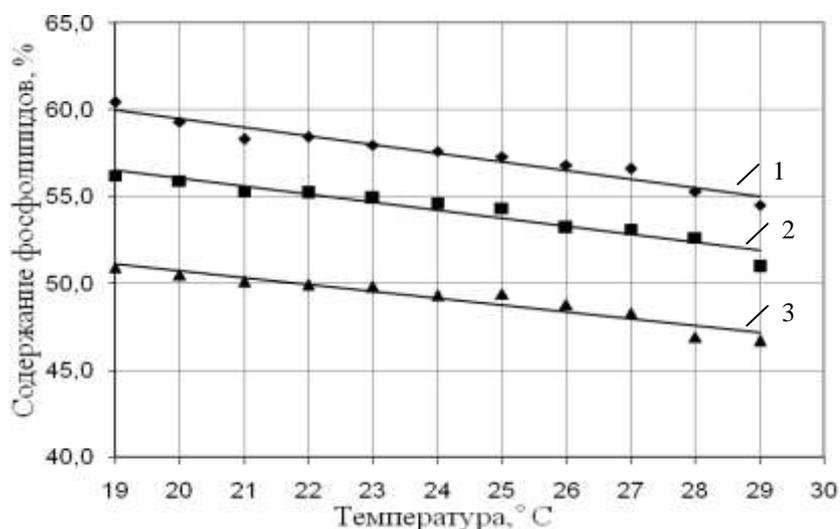


Рис. 2. Влияние температуры на результаты определения содержания фосфолипидов в лецитине:
1 – лецитин с содержанием фосфолипидов 58,2%; 2 – лецитин с содержанием фосфолипидов 55,0%;
3 – лецитин с содержанием фосфолипидов 50,0

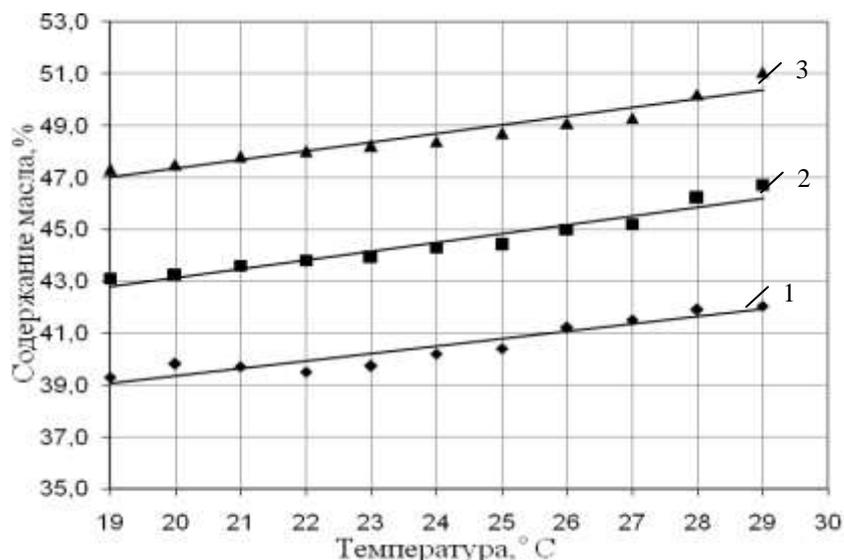


Рис. 3. Влияние температуры результаты определения содержания масла в лецитине:
 1 – лецитин с содержание масла 40,1%; 2 – лецитин с содержание масла 43,3%;
 3 – лецитин с содержание масла 48,1%

В таблице 3 приведена сравнительная характеристика известного и разработанных способов определения содержания фосфолипидов и масла в лецитинах.

Из приведенных данных видно, что разработанные способы позволяют значительно сократить время определения содержания фосфолипидов и масла в лецитинах, отличаются достаточной точностью и сопоставимостью результатов, а также не зависят от субъективных данных исследователя.

Кроме того, разработанные способы не требуют применения токсичных химических реактивов.

Таблица 1 - Влияние влажности лецитинов на результаты определения содержания фосфолипидов в лецитине

Влажность лецитинов, %	Содержание фосфолипидов, %		Средне-квадратичное отклонение, σ	Систематическая ошибка, Δ	Основная погрешность при доверительном интервале 0,95, $\varepsilon_{0,95}$
	Известный способ	Разработанный способ			
0,2	56,2	56,8	0,9	0,6	2,0
0,5	56,2	56,2	0,8	0	1,8
0,9	56,2	55,8	0,9	-0,4	2,0
2,3	56,2	56	0,9	-0,2	2,0
0,3	49,6	49,1	0,9	-0,5	2,0
0,4	49,6	48,8	0,8	-0,8	1,8
1,0	49,6	50,3	1,3	0,7	2,9
3,0	49,6	49,4	0,5	-0,2	1,1

Таблица 2 - Влияние влажности лецитинов на результаты определения содержания масла в лецитине

Влажность лецитинов, %	Содержание масла, %		Средне-квадратичное отклонение, σ	Систематическая ошибка, Δ	Основная погрешность при доверительном интервале 0,95, $\varepsilon_{0,95}$
	Известный способ	Разработанный способ			
0,2	42	41,4	0,7	-0,6	1,6
0,5	42	42,1	0,8	0,1	1,8
0,9	42	42,3	0,9	0,3	2,0
2,3	42	42,6	1,1	0,6	2,4
0,3	48,6	48,7	1,3	0,1	2,9
0,4	48,6	49,3	0,9	0,7	2,0
1,1	48,6	48,7	0,5	0,1	1,1
2,9	48,6	49,2	0,8	0,6	1,8

Таблица 3 - Сравнительная характеристика способов определения содержания фосфолипидов и масла в лецитинах

Наименование характеристики	Значение характеристики	
	Известный	Разработанный (ЯМР)
Диапазон измерения содержания фосфолипидов, %	40÷70	40÷70
Диапазон измерения содержания масла, %	30÷60	30÷60
Масса анализируемой пробы, г	7±1,0	8±1,0
Время проведения анализа, часов	16	1
Систематическая составляющая погрешности измерения, %, не более	-	±1,0
Среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерения, %, не более	-	0,5
Допускаемое относительное расхождение между результатами последовательных определений, % к среднему значению показателя, не более	-	5,0

*Работа выполнялась в рамках реализации Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы.

Литература:

1. ТУ 91 46-001-02067862-06. Фосфолипиды растительные пищевые.
2. Лабораторный практикум по технологии переработки жиров / Н.С. Арутюнан [и др.]. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Агропромиздат, 1991. С. 33-37.
3. Научно-практическое обоснование способов идентификации и оценки качества масличных семян и продуктов их переработки на основе метода ЯМР // Современные приоритеты питания, пищевой промышленности и торговли: сб. науч. тр. / под ред. В.М. Позняковского. М.: Российские университеты; Кемерово: Кузбассвузиздат, 2006. С. 124-137.
4. Разработка экспресс-способов оценки качества подсолнечных лецитинов линолевого типа / О.С. Агафонов [и др.] // Новые технологии. 2010. Вып. 3. С. 11-13.