

УДК 633.853.494

ББК 42.14+24.5

И-88

Агафонов Олег Сергеевич, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник отдела контроля качества и стандартизации ФГБНУ «Краснодарский научно-исследовательский институт хранения и переработки сельскохозяйственной продукции», e-mail: sacred_jktu@bk.ru;

Лисовая Екатерина Валерьевна, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник отдела контроля качества и стандартизации ФГБНУ «Краснодарский научно-исследовательский институт хранения и переработки сельскохозяйственной продукции», e-mail: kisp@kubannet.ru;

Корнен Николай Николаевич, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник отдела специализированных, функциональных пищевых продуктов и кормовых добавок ФГБНУ «Краснодарский научно-исследовательский институт хранения и переработки сельскохозяйственной продукции», e-mail: kornen@inbox.ru;

Шахрай Татьяна Анатольевна, кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник отдела хранения и комплексной переработки сельскохозяйственного сырья ФГБНУ «Краснодарский научно-исследовательский институт хранения и переработки сельскохозяйственной продукции», e-mail: tutu@pisem.net;

Викторова Елена Павловна, доктор технических наук, профессор, заместитель директора по научной и инновационной деятельности ФГБНУ «Краснодарский научно-исследовательский институт хранения и переработки сельскохозяйственной продукции», e-mail: kisp@kubannet.ru.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЯДЕРНО-МАГНИТНЫХ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК РАПСОВЫХ ЛЕЦИТИНОВ

(рецензирована)

Цель исследования – исследовать ядерно-магнитные релаксационные характеристики – времена спин-спиновой релаксации и амплитуды ЯМР сигналов протонов рапсовых лецитинов в зависимости от температуры и массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, то есть фосфолипидов, содержащихся в рапсовых лецитинах.

Выявлено, что рапсовые лецитины представляют сложную четырехкомпонентную систему, при этом каждая из компонент характеризуется определенными временами спин-спиновой релаксации и амплитудами ЯМР сигналов протонов, содержащихся в рапсовых лецитинах. Выявлено, что амплитуды ЯМР сигналов протонов третьей и четвертой компонент рапсовых лецитинов зависят от массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, то есть зависят от массовой доли фосфолипидов, содержащихся в рапсовых лецитинах.

Ключевые слова: рапсовые лецитины, ядерно-магнитная релаксация, ядерно-магнитные релаксационные характеристики.

Agafonov Oleg Sergeevich, Candidate of Technical Sciences, leading researcher of the Department of Quality Control and Standardization of FSBSI «Krasnodar research institute of storage and processing of agricultural production», e-mail: sacred_jktu@bk.ru;

Lisovaya Ekaterina Valeryevna, Candidate of Technical Sciences, leading researcher of the Department of Quality Control and Standardization of FSBSI «Krasnodar research institute of storage and processing of agricultural production», e-mail: kisp@kubannet.ru; tutu@pisem.net;

Kornen Nikolay Nikolaevich, Candidate of Technical Sciences, leading researcher of the Department of Specialized, Functional Foodstuff and feed additives of FSBSI «Krasnodar research institute of storage and processing of agricultural production», e-mail: kornen@inbox.ru;

Shakhrai Tatyana Anatolyevna, Candidate of Technical Sciences, associate professor, leading researcher of the Department of Storage and Complex Processing of Agricultural Raw Materials of FSBSI «Krasnodar research institute of storage and processing of agricultural production», e-mail: tutu@pisem.net;

Viktorova Elena Pavlovna, Doctor of Engineering, professor, deputy director for Scientific and Innovative Activity of FSBSI «Krasnodar research institute of storage and processing of agricultural production», e-mail: kisp@kubannet.ru <mailto:tutu@pisem.net>

RESEARCH OF NUCLEAR AND MAGNETIC RELAXATION CHARACTERISTICS OF COLZA LECITHINS

(reviewed)

The research objective is to investigate nuclear magnetic relaxation characteristics of – periods of spin relaxation and amplitude of nuclear magnetic resonance signals of protons of colza lecithins depending on temperature and a mass fraction of substances, insoluble in acetone, that is the phospholipids contained in colza lecithins. It has been revealed that colza lecithins represent complex four-component system, thus each of the components is characterized by certain periods of spin relaxation and amplitudes of nuclear magnetic resonance of signals of the protons contained in colza lecithin. It's been revealed that amplitudes of nuclear magnetic resonance of signals of protons of the third and fourth components of colza lecithin depend on a mass fraction of substances, insoluble in acetone, that is depend an mass share of the phospholipids contained in colza lecithin.

Keywords: colza lecithin, nuclear magnetic relaxation, nuclear magnetic relaxation characteristics.

К пищевым добавкам, проявляющим, наряду с комплексом технологических свойств, а именно, эмульгирующих и водоудерживающих, и физиологические свойства – гипохолестеринемические, гипополипидемические, антиоксидантные и иммуномоделирующие, относятся лецитины, вырабатываемые из растительных масел [1-5].

Наиболее широко в пищевой промышленности применяются лецитины, полученные из подсолнечных и соевых масел. В условиях филиала «Лабинский МЭЗ» ООО «МЭЗ Юг Руси» в 2011 году освоен промышленный выпуск лецитинов из рапсовых масел, которые по своим свойствам не уступают подсолнечным и соевым лецитинам.

Одним из основных физико-химических показателей лецитинов является массовая доля веществ, нерастворимых в ацетоне, характеризующая содержание собственно фосфолипидов в лецитинах. В работе [6] была показана эффективность применения метода ЯМР-релаксации для определения указанного показателя, при этом было установлено, что ЯМР характеристики подсолнечных и соевых лецитинов отличаются.

Учитывая это, целью исследования является изучение ЯМР-характеристик рапсовых лецитинов для разработки экспресс-способа определения основного показателя – массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне (фосфолипидов).

Ядерно-магнитные релаксационные характеристики протонов фосфолипидов и масла, содержащихся в лецитинах, исследовали на модифицированном ЯМР-анализаторе АМВ-1006М с применением импульсного метода Кара-Парселла-Мейбума-Гилла.

Ранее было установлено, что подсолнечные и соевые лецитины являются 4-х компонентными системами, учитывая это, для подтверждения многокомпонентного характера огибающей сигналов спинового эха протонов рапсовых лецитинов исследовали ЯМР-характеристики 20 образцов рапсовых лецитинов с различной массовой долей

веществ, нерастворимых в ацетоне, т.е. фосфолипидов, при температурах в интервале от 20⁰С до 60⁰С.

На рисунках 1 и 2 приведены для примера зависимости, характеризующие влияние температуры на изменение времен спин-спиновой релаксации рапсовых лецитинов с массовой долей веществ, нерастворимых в ацетоне, равной 51,0 % и 60,4 %, соответственно.

Из приведенных на рисунках 1 и 2 зависимостей видно, что в сигналах ЯМР протонов рапсовых лецитинов, как и в сигналах ЯМР протонов подсолнечных и соевых лецитинов, наблюдается четыре группы протонов, с существенно различающимися временами спин-спиновой релаксации.

Установлено, что время спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты рапсовых лецитинов существенно зависит от температуры – с увеличением температуры время спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты значительно возрастает, время спин-спиновой релаксации протонов второй компоненты с повышением температуры возрастает незначительно, а время спин-спиновой релаксации протонов третьей и четвертой компонент не зависит от температуры.

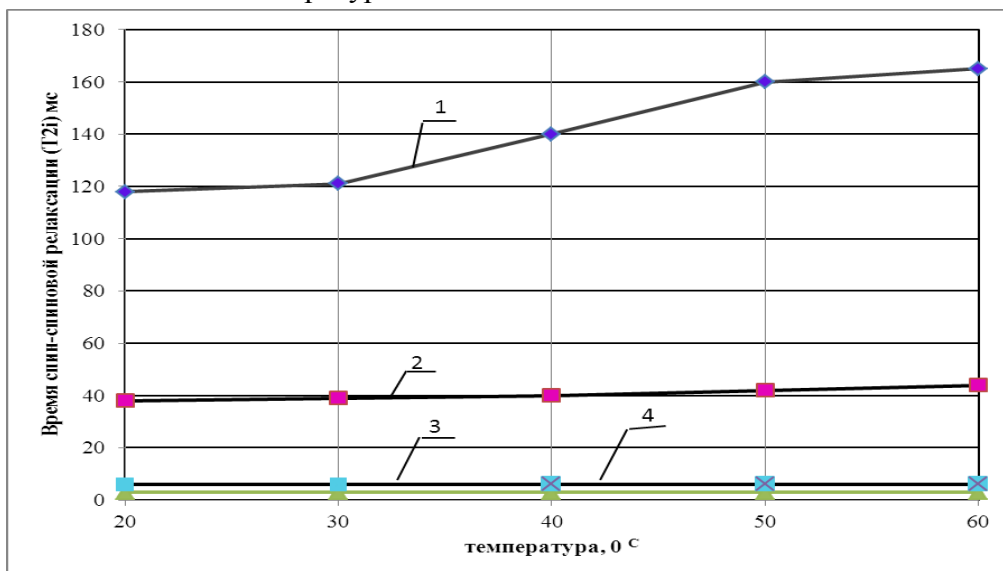


Рисунок 1. Влияние температуры на времена спин-спиновой релаксации протонов компонент рапсовых лецитинов с массовой долей веществ, нерастворимых в ацетоне, 51,0 %:
1 – первая компонента; 2 – вторая компонента; 3 – третья компонента;
4 – четвертая компонента

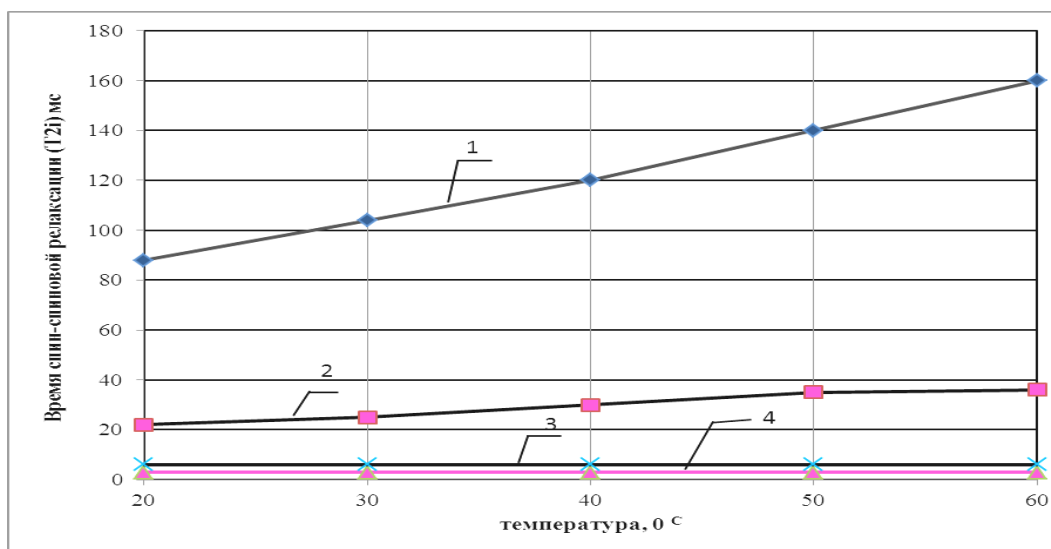


Рисунок 2. Влияние температуры на времена спин-спиновой релаксации протонов компонент рапсовых лецитинов с массовой долей веществ, нерастворимых в ацетоне, 60,4 %: 1 – первая компонента; 2 – вторая компонента; 3 – третья компонента; 4 – четвертая компонента

Следует отметить, что время спин-спиновой релаксации протонов первой компоненты существенно зависит от температуры, то есть первая компонента характеризует протоны индивидуальных молекул триациглицеринов (ТАГ) масла, содержащегося в лецитинах. Кроме того, время спин-спиновой релаксации протонов второй компоненты, которое с повышением температуры возрастает незначительно, характеризует, по-видимому, ассоциаты молекул ТАГ масла, содержащегося в лецитинах в виде димеров. Учитывая, что время спин-спиновой релаксации протонов третьей и четвертой компонентов не зависит от температуры, то третья и четвертая компоненты представлены молекулами фосфолипидов, содержащихся в лецитинах в виде ассоциатов высоких порядков и мицелл.

Установлено также, что время спин-спиновой релаксации протонов отдельных компонент лецитинов с различной массой долей веществ, нерастворимых в ацетоне, в интервале температур от 20⁰C до 60⁰C отличается незначительно, следовательно, указанные ядерно-магнитные характеристики не могут быть выбраны в качестве аналитического параметра для определения массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне.

В таблицах 1 и 2 приведены данные, характеризующие влияние температуры на амплитуды ЯМР сигналов протонов компонент рапсовых лецитинов.

Из приведенных в таблицах 1 и 2 данных видно, что в диапазоне температур от 20⁰C до 60⁰C происходит перераспределение компонентного состава лецитинов, а именно, повышение температуры приводит к увеличению амплитуды сигналов ЯМР протонов первой компоненты, при этом амплитуды сигналов ЯМР протонов второй, третьей и четвертой компонент снижаются.

Таблица 1 – Влияние температуры на амплитуды ЯМР сигналов протонов рапсовых лецитинов с массовой долей веществ, нерастворимых в ацетоне, 51,0 %

Наименование ЯМР характеристики	Температура, °C				
	20	30	40	50	60
Амплитуда ЯМР сигналов компонент (A _i), усл.ед.:					
первой	229	272	317	377	395
второй	359	356	336	298	255
третьей	294	278	266	262	257

четвертой	148	136	133	119	100
Амплитуда ЯМР сигналов системы ($A_{\text{сис}}$), усл.ед.	030	1042	1052	1056	1007
Амплитуда ЯМР сигналов протонов компонент (A_i), % к общей сумме ($A_{\text{сис}}$):					
первой	22,2	26,1	30,1	35,7	39,2
второй	34,9	34,1	31,9	28,2	25,3
третьей	28,5	26,7	25,3	24,8	25,5
четвертой	14,4	13,1	12,7	11,3	10,0

Перераспределение компонентного состава лецитинов при повышении температуры можно объяснить тем, что молекулы триацилглицеринов, находящиеся в виде ассоциатов-димеров (вторая компонента), а также молекулы триацилглицеринов частично вовлеченные в ассоциаты фосфолипидов высоких порядков (третья компонента) и в мицеллы фосфолипидов (четвертая компонента) переходят в состояние индивидуальных молекул, которые характеризуются первой компонентой.

Следует отметить, что с увеличением массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, то есть с увеличением массовой доли фосфолипидов, содержащихся в рапсовых лецитинах, амплитуды ЯМР сигналов протонов третьей и четвертой компонент увеличиваются.

Таблица 2 – Влияние температуры на амплитуды ЯМР сигналов протонов рапсовых лецитинов с массовой долей веществ, нерастворимых в ацетоне, 60,4 %

Наименование ЯМР характеристики	Температура, °C				
	20	30	40	50	60
Амплитуда ЯМР сигналов Компонент (A_i), усл.ед.:					
первой	142	170	192	226	271
второй	221	228	233	230	217
третьей	282	240	256	280	270
четвертой	222	232	211	183	164
Амплитуда ЯМР сигналов системы ($A_{\text{сис}}$), усл.ед.	867	870	892	919	922
Амплитуда ЯМР сигналов протонов компонент (A_i), % к общей сумме ($A_{\text{сис}}$):					
первой	16,4	19,5	21,5	24,6	29,4
второй	25,5	26,2	26,2	25,0	23,5
третьей	32,5	27,6	28,7	30,5	29,3
четвертой	25,6	26,7	23,7	19,9	17,8

Таким образом, амплитуды ЯМР сигналов протонов третьей и четвертой компонент могут быть выбраны в качестве аналитических параметров для определения массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне.

В таблице 3 приведены данные, характеризующие влияние температуры на сумму амплитуд ЯМР сигналов протонов третьей и четвертой компонент рапсовых лецитинов.

Таблица 3 – Влияние температуры на сумму амплитуд ЯМР сигналов протонов третьей и четвертой компонент рапсовых лецитинов

Температура, °C	Сумма амплитуд ЯМР сигналов протонов компонент ($A_3 + A_4$), %	
	Лецитины с массовой долей веществ, нерастворимых в ацетоне	
	51,0 %	60,4 %
20	42,9	58,1
30	39,8	54,3

40	38,0	52,4
50	36,1	50,4
60	35,5	47,1

Данные таблицы 3 подтверждают тот факт, что сумма амплитуд ЯМР сигналов протонов третьей и четвертой компонент является аналитическим параметром при определении одного из основных показателей качества лецитинов.

Литература:

1. Корнен Н.Н. Технологические свойства растительных фосфолипидных продуктов // Новые технологии. 2012. Вып. 4. С. 12-14.
2. Корнен Н.Н., Ханферян Р.А., Бутина Е.А. Исследование физиологически функциональных свойств фосфолипидных БАД серии «Витол» // Новые технологии. 2011. Вып. 4. С. 92-95.
3. Пат. 2302128 Рос. Федерация, МПК А23L1/30, А23D9/00. Фосфолипидная биологически активная добавка к пище, обладающая гепатопротекторными свойствами / А.А. Петрик [и др.]. №2005134916/13; заявл. 11.11.2005; опубл. 10.07.2007, Бюл. №19.
4. Пат. 2302127 Рос. Федерация, МПК А23L1/30, А23D9/00. Фосфолипидная биологически активная добавка к пище, обладающая антитоксическими свойствами / А.А. Петрик [и др.]. №2005134914/13; заявл. 11.11.2005; опубл. 10.07.2007, Бюл. №19.
5. Пат. 2302129 Рос. Федерация, МПК А23L1/30, А23D9/00. Фосфолипидная биологически активная добавка к пище, обладающая антиоксидантными свойствами / А.А. Петрик [и др.]. №2005134917/13; заявл. 11.11.2005; опубл. 10.07.2007, Бюл. №19.
6. Агафонов О.С., Лисовая Е.В., Корнена Е.П. Исследование идентификационных особенностей растительных лецитинов методом ядерно-магнитной релаксации // Новые технологии. 2011. Вып. 3. С. 11-14.

References:

1. Kornen N. N. *Technological properties of plant phospholipid products//New technologies. 2012. Iss. 4. P. 12-14.*
2. Kornen N. N., Khanferyan R. A., Butina E.A. *Research of physiologically functional properties of phospholipid dietary supplements of the Vitol series//New technologies. 2011. Iss. 4. P. 92-95.*
3. Pat. 2302128 The Russ. Federation, MPK A23L1/30, A23D9/00. *The phospholipid dietary supplement possessing hepato protecting properties / A.A. Petrik [and oth]. No. 2005134916/13; appl. 11.11.2005; publ. 10.07.2007, Bulletin No. 19.*
4. Pat. 2302127 The Russ. Federation, MPK A23L1/30, A23D9/00. *The phospholipid dietary supplement possessing anti-toxic properties / A.A. Petrik [and oth.]. No. 2005134914/13; appl. 11.11.2005; publ. 10.07.2007, Bulletin No. 19.*
5. Pat. 2302129 The Russ. Federation, MPK A23L1/30, A23D9/00. *The phospholipid dietary supplement possessing antioxidant properties / A.A. Petrik [and oth]. No. 2005134917/13; appl. 11.11.2005; publ. 10.07.2007, Bulletin No. 19.*
6. Agafonov O. S., Lisovaya E.V., Kornen E.P. *Research of identification features of vegetable lecithin by nuclear magnetic relaxation//New technologies. 2011. Iss. 3. P. 11-14.*