

ТЕХНОЛОГИЯ ПРОДОВОЛЬСТВЕННЫХ ПРОДУКТОВ

УДК 664.644.8:502.3

ББК 35.782

Э 40

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;

Прудников Сергей Михайлович, доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник отдела контроля качества и стандартизации ФГБНУ «Краснодарский научно-исследовательский институт хранения и переработки сельскохозяйственной продукции», e-mail: kniihr@mail.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: sakrai@yandex.ru;

Викторова Елена Павловна, доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник отдела контроля качества и стандартизации ФГБНУ «Краснодарский научно-исследовательский институт хранения и переработки сельскохозяйственной продукции», e-mail: kniihr@mail.ru.

ЭКОЛОГИЧЕСКИ БЕЗОПАСНЫЙ ЭКСПРЕСС-СПОСОБ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА РАПСОВЫХ ЛЕЦИТИНОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА ЯДЕРНО-МАГНИТНОЙ РЕЛАКСАЦИИ

(рецензирована)

Цель исследования – разработать экологически безопасный экспресс-способ оценки качества рапсовых лецитинов на основе метода ядерно-магнитной релаксации.

Выявлено, что аналитическим параметром для определения основного показателя качества лецитинов – массовой доли фосфолипидов (веществ, нерастворимых в ацетоне) является сумма амплитуды ЯМР сигналов протонов третьей компоненты, характеризующей молекулы фосфолипидов, находящиеся в лецитинах в виде ассоциатов высоких порядков, и амплитуды ЯМР сигналов протонов четвертой компоненты, характеризующей молекулы фосфолипидов, находящиеся в лецитинах в виде мицелл.

На основании проведенных исследований разработан экологически безопасный и экспрессный способ определения массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне (фосфолипидов), в рапсовом лецитине, который защищен патентом РФ на изобретение и имеет «ноу-хау».

Ключевые слова: рапсовые лецитины, фосфолипиды, экспресс-способ, ядерно-магнитная релаксация, аналитический параметр, вещества, нерастворимые в ацетоне, амплитуда ЯМР сигналов протонов, способ.

Agafonov Oleg Sergeevich, Candidate of Technical Sciences, a leading researcher of Quality Control and Standardization Department of FSBEI "Krasnodar Research Institute of agricultural products storage and processing", e-mail: sacred_jktu@bk.ru;

Prudnikov Sergei Mikhailovich, Doctor of Technical Sciences, professor, a chief researcher of Quality Control and Standardization Department of FSBEI "Krasnodar Research Institute of agricultural products storage and processing", e-mail: kniihp@mail.ru;

Kornen Nikolai Nikolaevich, Candidate of Technical Sciences, senior researcher of the Department of Specialized, Functional Foods and Food Additives of FSBEI "Krasnodar Research Institute of agricultural products storage and processing, e-mail: kornen@inbox.ru;

Shakhray Tatiana Anatolievna, Candidate of Technical Sciences, associate professor, a chief researcher of the Department of Storage and Integrated Processing of Agricultural Raw Materials of FSBEI "Krasnodar Research Institute of agricultural products storage and processing, e-mail: sakrai@yandex.ru;

Viktorova Elena Pavlovna, Doctor of Technical Sciences, professor, a chief researcher of Quality Control and Standardization Department of FSBEI "Krasnodar Research Institute of agricultural products storage and processing", e-mail: kniihp@mail.ru

ENVIRONMENTALLY FRIENDLY EXPRESS-METHOD OF RAPE LECITHINS QUALITY ESTIMATION USING NUCLEAR MAGNETIC RELAXATION METHOD

(Reviewed)

The purpose of the research is to develop environmentally friendly express-method to assess rape lecithin quality using the nuclear magnetic relaxation method.

It's been revealed that the analytical parameter to determine the main indicator of lecithin quality - a mass fraction of phospholipids (substances insoluble in acetone) is the sum of NMR signals amplitude of the third component protons, which characterizes phospholipid molecules present in the lecithins in the form of associations of high orders, and NMR signals amplitude of protons of the fourth component characterizing phospholipid molecules present in lecithins in the form of micelles.

Environmentally safe and express method to determine mass fraction of substances insoluble in acetone (phospholipids), in rapeseed lecithin protected by the RF patent for the invention and has the "know-how" is has been developed on the basis of the conducted studies.

Keywords: *rape lecithins, phospholipids, express way, nuclear magnetic relaxation, analytical parameter, substances insoluble in acetone, NMR proton signal amplitude, method.*

Растительные лецитины – пищевые добавки, являющиеся источниками эссенциальных фосфолипидов, жирорастворимых витаминов, макро- и микроэлементов, а также моно- и полиненасыщенных жирных кислот. Кроме этого, лецитины обладают рядом технологических свойств, а именно, водо- и жиродерживающей способностью, эмульгирующей и антиоксидантной способностью, что обуславливает их применение в производстве пищевых продуктов и БАД [1-7].

Учитывая, что основные действующие компоненты лецитинов, благодаря которым они обладают комплексом не только технологических, но и физиологически функциональных свойств, представлены фосфолипидами, в ГОСТе 32052-2013 «Добавки пищевые. Лецитины Е 322» [8] одним из основных показателей качества является массовая доля веществ, нерастворимых в ацетоне, то есть массовая доля собственно фосфолипидов.

В настоящее время этот показатель определяется в соответствии с методикой, приведенной в указанном стандарте [9]. Однако, указанная методика имеет ряд недостатков и, прежде всего, длительность осуществления анализа (более 14 часов), а также применение токсичных органических растворителей – толуола и ацетона. Кроме этого, результаты определения этого показателя в значительной степени зависят от уровня квалификации исследователя.

Наиболее эффективным способом, с точки зрения безопасности, точности и воспроизводимости результатов определения указанного показателя, является способ на основе метода ядерно-магнитной релаксации (ЯМР) [9].

Ранее в работе [10] нами было показано, что способ, приведенный в указанном патенте, не может быть использован для определения массовой доли фосфолипидов, то есть массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, в рапсовом лецитине, так как значение амплитуд ЯМР сигналов протонов третьей и четвертой компонент, содержащихся в рапсовых лецитинах, характеризующих количество протонов фосфолипидов, содержащихся в рапсовых лецитинах, и значения амплитуд ЯМР сигналов протонов третьей и четвертой компонент, содержащихся в подсолнечных лецитинах, отличаются (при одной и той же массовой доле фосфолипидов), что обусловлено особенностями состава жирных кислот и их содержанием в исследуемых лецитинах.

Учитывая это, целью исследования являлось исследование ЯМР-характеристик рапсовых лецитинов с различной массовой долей веществ, нерастворимых в ацетоне, то есть фосфолипидов, а именно, амплитуд ЯМР сигналов протонов каждой из компонент и выявление необходимой зависимости для разработки безопасного и экспрессного способа оценки качества рапсовых лецитинов.

Для исследования были отобраны образцы рапсовых лецитинов с различной массовой долей веществ, нерастворимых в ацетоне, которая была определена по методике в соответствии ГОСТ 32052-2013 [8].

В исследуемых образцах при температуре 23°C были измерены ЯМР характеристики на ЯМР-анализаторе АМВ-1006М второго поколения, затем полученные экспериментальные данные обрабатывали в соответствии с рекомендациями, приведенными в работе [11].

В таблице 1 приведены полученные экспериментальные данные.

Таблица 1 - Значения амплитуд ЯМР сигналов протонов компонент рапсовых лецитинов в зависимости от массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне (фосфолипидов)

Массовая доля веществ, нерастворимых в ацетоне, % (ГОСТ 32052-2013)	Амплитуда сигналов ЯМР протонов компоненты, отн. ед.				Амплитуда системы (A _{сис}), отн. ед.	(A ₃ +A ₄)/A _{сис} , %
	первой (A ₁)	второй (A ₂)	третьей (A ₃)	четвертой (A ₄)		
64,2	107	163	315	243	846	61,4
58,8	111	176	308	234	854	59,2
57,0	109	173	308	233	882	57,7
55,9	129	196	305	224	919	55,1
54,6	130	196	304	216	938	54,7
53,0	142	207	296	210	897	52,1
52,7	159	214	308	201	907	51,0
50,9	166	247	310	196	968	48,7
49,9	168	241	298	190	973	46,6
50,4	168	257	315	198	946	47,7
62,7	169	261	280	188	824	65,7
55,4	179	266	286	176	896	54,4
54,9	218	278	294	177	907	54,0
60,2	208	287	291	160	854	61,9

Учитывая тот факт, что аналитическим параметром для определения массовой доли фосфолипидов (веществ, нерастворимых в ацетоне) является сумма амплитуды ЯМР сигналов протонов третьей компоненты, характеризующей молекулы фосфолипидов, находящиеся в

лецитинах в виде ассоциатов высоких порядков, и амплитуды ЯМР сигналов протонов четвертой компоненты, характеризующей молекулы фосфолипидов, находящиеся в лецитинах в виде мицелл, построена графическая зависимость, приведенная на рисунке.

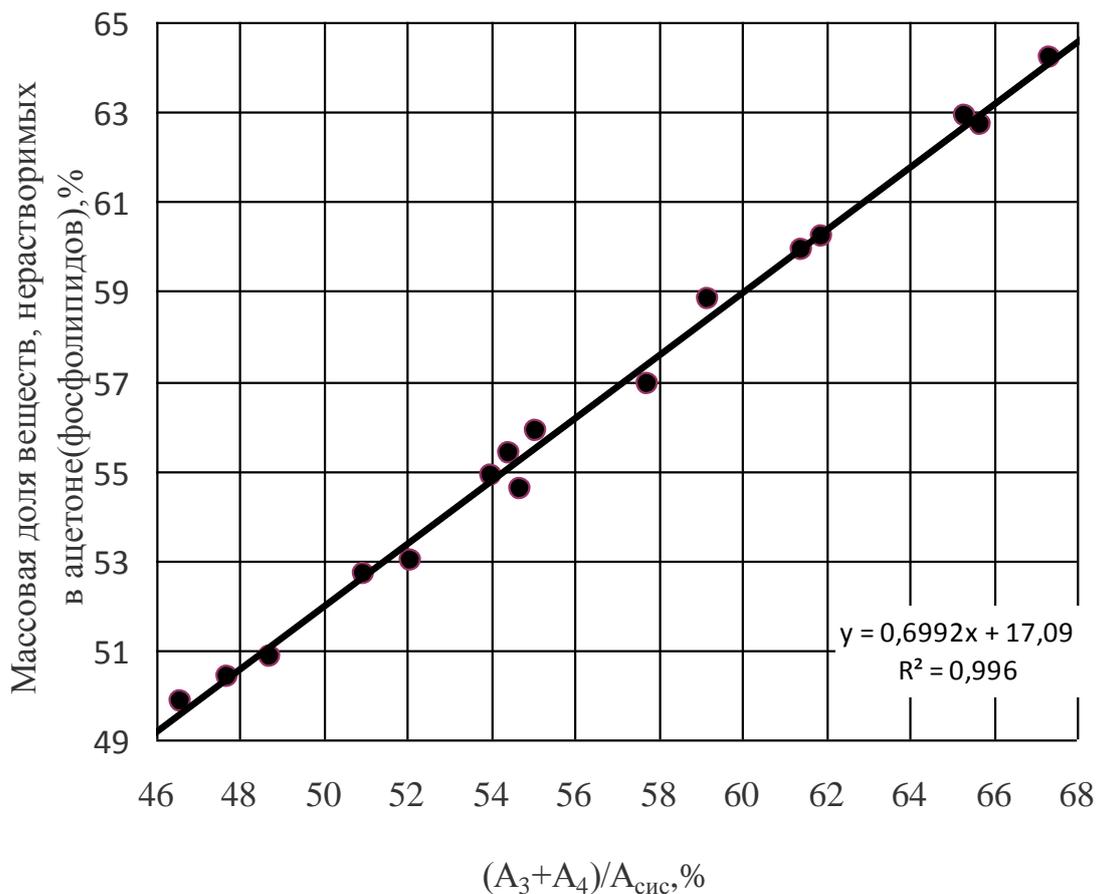


Рисунок 1. Зависимость массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне, от суммы амплитуд ЯМР сигналов протонов третьей (A_3) и четвертой (A_4) компонент лецитинов при температуре 23 °С

Представленная на рисунке зависимость описывается уравнением (коэффициент корреляции $R^2 = 0,9960$) следующего вида:

$$y = 0,6992x + 17,09,$$

где y – массовая доля веществ, нерастворимых в ацетоне, %; x – $(A_3 + A_4) / A_{\text{сис}}, \%$.

На основании проведенных исследований разработан экологически безопасный и экспрессный способ определения массовой доли веществ, нерастворимых в ацетоне (фосфолипидов), в рапсовом лецитине. Разработанный способ защищен патентом РФ на изобретение и имеет «ноу-хау» [12].

Литература:

1. Исследование технологических свойств растительных лецитинов / Корнен Н.Н. [и др.] // Новые технологии. 2015. Вып. 3. С. 19-24.
2. Фосфолипидная биологически активная добавка к пище, обладающая антиоксидантными свойствами: патент 2309617 Рос. Федерация: МПК-8 A23L1 / Петрик А.А. [и др.]; заявл. 10.03.2006; опубл. 10.11.2007, Бюл. №31. 4 с.
3. Герасименко Е.О., Бутина Е.А., Корнена Е.П. Пищевые растительные фосфолипиды, получение и тенденции применения // Масложировая промышленность. 1999. №2. С. 25-26.

4. Арутюнян Н.С., Корнена Е.П. Фосфолипиды растительных масел. М.: Агропромиздат, 1986. 256 с.
5. Тимофеенко Т.И., Артеменко И.П., Корнена Е.П. Фосфолипидные продукты функционального назначения. Краснодар: КубГТУ, 2002. 210 с.
6. Масложировой продукт, обладающий гипотензивными свойствами: патент 2108728 Рос. Федерация: МПК А23D / Тимофеенко Т.И. [и др.]; заявитель и патентообладатель учебно-научно-производственная фирма «Липиды»; заявл. 29.10.96; опубл. 20.04.98, Бюл. №31. 5 с.
7. Фосфолипидный пищевой продукт «Тонус»: патент 2007925 Рос. Федерация: МПК-8 А23D9/00 / Арутюнян Н.С. [и др.]; заявл. 18.02.92; опубл. 28.02.94, Бюл. №14. 5 с.
8. Добавки пищевые. Лецитин Е 322. Общие технические условия: ГОСТ 32052-2013. М.: Стандартиформ, 2013. 27 с.
9. Способ определения содержания фосфолипидов в фосфолипидном концентрате (лецитине): патент 2431140 Рос. Федерация: МПК-8 G01N33/02 / Корнена Е.П. [и др.]; заявл. 10.07.2010.; опубл. 10.10.2011.
10. Сравнительная оценка ЯМР характеристик подсолнечных и рапсовых фосфолипидов / Лисовая Е.В. [и др.] // Научный журнал КубГАУ. 2015. №113(09).
11. Прудников С.М., Зверев Л.В., Джиоев Т.Е. Система приема и обработки сигналов импульсных релаксометров ядерного магнитного резонанса: свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ: патент 2001610425 Рос. Федерация; заявл 17.04.01.
12. Способ определения содержания ацетоннерастворимых веществ (фосфолипидов) в рапсовом лецитине: патент 2581447 Рос. Федерация / О.С. Агафонов [и др.]; заявл. 27.03.2015; опубл. 20.04.2016; Бюл. №11.