Измерение содержания масла и воды в семенах в соответствии с ISO 10565

Краткий обзор

- Быстрый, точный и воспроизводимый метод
- Минимальная подготовка образца
- Простая линейная калибровка, без хемометрии
- Самый простой и надежный доступный метод; подходит для применения персоналом любой квалификации

Применение

Точное и быстрое определение содержания масла и воды в масличных семенах является важным для селекционеров, производителей и покупателей, это позволяет определять коммерческую ценность таких культур, как рапс (канола), подсолнечник, семена льна (лен), соя и арахис.

Ядерно-магнитный резонанс (ЯМР) предлагает чистую, быструю и точную альтернативу традиционным методам жидкостной химической обработки. Кроме того, калибровку намного проще выполнять, чем калибровку в ближнем ИК-диапазоне (NIR). ЯМР также используется для измерения выхода масла при выведении улучшенных сортов сельскохозяйственных культур и в дробилках семян для измерения содержания масла в жмыхе и остатках для определения эффективности экстракции (ИСО 10632).

Преимущества ЯМР

Для определения содержания масла обычно используются методы экстракции растворителем. Однако, такие методы могут занимать много времени, требовать квалифицированных операторов и использования опасных растворителей.

ИК-метод является быстрым методом, но измеряет только поверхностный слой, поэтому для улучшения воспроизводимости может потребоваться измельчение образца. Кроме того, ИК-метод требует калибровки с использованием большого количества стандартных образцов, которые представляют множество факторов, включая содержание масла и воды, тип семян или зерна, размер или цвет частиц. Следовательно, результаты могут быть неточными, если образец выходит за пределы диапазона калибровки.

Напротив:

- ЯМР не требует растворителей, которые опасны при использовании и утилизации.
- ЯМР – это метод измерения в массе, поэтому измеряется все масло в пробе, независимо от размера частиц
- ЯМР – это метод для семян подсолнечника, поскольку он не зависит от цвета; он используется как официальный метод Министерства сельского хозяйства США (USDA)
- Для калибровки масла и воды можно использовать всего три образца
- ЯМР обеспечивает быстрое измерение для различных размеров образцов
- ЯМР используется в методе ИСО 10565, принятом FOSFA (Международная федерация ассоциаций по торговле маслами, масличными семенами и жирами).

Настольный анализатор ядерно-магнитного резонанса (ЯМР) **MQC+** представляет собой метод, альтернативный жидкостной химической обработке и ИК спектрометрии; он легкий и быстрый в применении, прост в калибровке и требует минимальной подготовки образца. Таким образом, он идеально подходит для повседневной работы без каких-либо дополнительных химикатов, сложных калибровок или специального обучения операторов.

Метод

Измерение масла и воды включает дифференциацию двух аналитов на основе их времен релаксации ЯМР.

Сигнал ЯМР от твердых веществ в образце быстро падает, оставляя сигналы, исходящие только от масла и связанной воды.

Впоследствии сигнал от связанной воды падает, оставляя только сигнал от масла. Вода определяется путем сравнения между сигналом масла и комбинированным сигналом масла+связанная вода. Метод ИСО 10565 рекомендует, чтобы содержание воды во всех семенах составляло менее 10 % для получения надежных результатов. На практике это значение может быть на несколько процентов выше в зависимости от типа семян.

Калибровка

Поскольку ЯМР является сравнительным методом, для проведения измерений необходим набор калибровочных стандартов, состоящий из семян с известным содержанием масла и воды. Хотя требуются только три надлежащим образом охарактеризованных стандарта семян, рекомендуется использовать, по крайней мере, шесть образцов с известным содержанием масла и воды в диапазоне искомых концентраций. Контрольные значения для масла и воды обычно определяются экстракцией в аппарате Сокслета и сушкой в печи, соответственно.

Качество калибровки всегда будет зависеть от точности данных этих стандартов. Однако, метод ЯМР более воспроизводим, чем методы жидкостной химической обработки, поэтому погрешность уменьшается за счет анализа большего количества стандартных образцов.

Альтернативно первичную калибровку общего содержания масла можно произвести на аппарате ЯМР с использованием чистого масла, которое нужно проанализировать.

Измерение

Образцы переливают в стеклянные пробирки для ЯМР до заданной отметки и взвешивают. Большие образцы обычно выдерживают при комнатной температуре в стабильных условиях окружающей среды. Время измерения обычно составляет 16 секунд на образец согласно стандартным методам ИСО.

Результаты

Обычно наилучшая точность достигается, когда стандарты принадлежат к тому же виду, что и образцы для измерения. Однако, разные типы семян с маслами, которые имеют одинаковую плотность водорода, могут определяться на одной калибровке.

Были измерены девять независимо проанализированных образцов семян рапса. Их содержание масла варьировалось от 39 до 51 %, а содержание воды – от 5,2 до 7,1 %. Калибровки для масла и воды были разработаны в соответствии с ISO 10565 с использованием программного обеспечения **MultiQuant** компании «Oxford Instruments», которое позволяет одновременно измерять до четырех параметров образца. Помимо содержания масла и воды, также можно указать количество масла на сухой вес и нормировать на конкретное содержание воды (например, 8 или 9 %). Полученные калибровки представлены на рисунках 1 и 2.

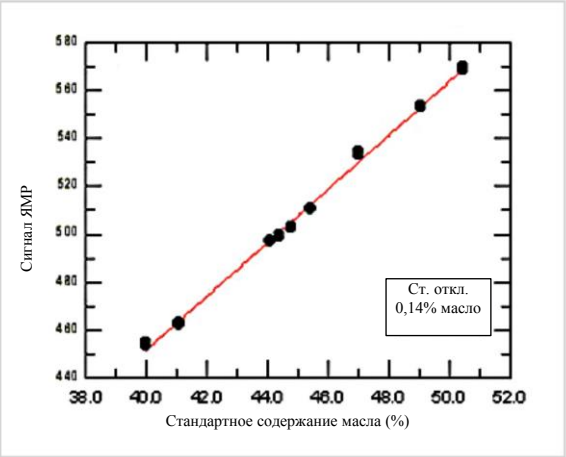


Рисунок 1: Калибровка содержания масла в семенах рапса с водой (стандартное отклонение 0,14 %)

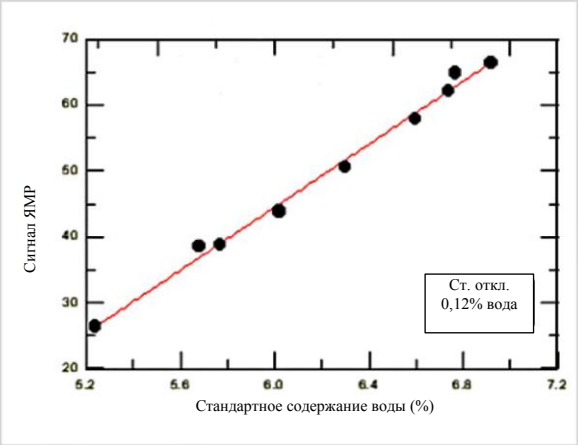


Рисунок 2: Калибровка содержания воды в семенах рапса с маслом (стандартное отклонение 0,12 %)

Затем проверялась воспроизводимость прибора для масла - один образец измерялся десять раз, не вынимая его из прибора. Воспроизводимость образцов была проверена на содержание масла путем измерения пяти разных частей одного и того же образца. Показано, что воспроизводимость прибора составляет 0,03 %, а воспроизводимость образцов – 0,24 % из-за различного распределения содержания масла семян в каждой части. Результаты обеих серий экспериментов показаны в таблице 1.

Значение	**Повторные измерения**										**Ср. знач.**	**СО**
44,25	44,29	44,25	44,22	44,23	44,26	44,27	44,22	44,23	44,22	44,18	44,24	0,03
Значение	**Измерения частей**							**Ср. знач.**	**СО**			
39,5	39,7		39,2		39,4		39,5		39,8		39,5	0,24

Таблица 1. Воспроизводимость показаний прибора и воспроизводимость образца.

Вывод

- ЯМР сохраняет стабильность в течение длительного времени и редко требует калибровки.
- ЯМР нечувствителен к воздушным пустотам между зернами или порошком.
- Преимущественная точность измерения по сравнению с методами жидкостной химической обработки.
- Небольшое время измерения образца (обычно 16 секунд)
- Метод ЯМР - неразрушающий, один и тот же образец можно измерить несколько раз, прежде чем анализировать другими методами.

Кроме того, **MQC+** имеет следующие преимущества:

- Датчики легко снимаются (без инструментов) для изменения размера датчика или очистки.
- Функция автоматического взвешивания, используемая в **MQC**+5, увеличивает пропускную способность образца. Образцы можно измерять без необходимости использования клавиатуры или мыши, что экономит время.
- Автоматический расчет содержания масла после измерения по отношению к сухому весу, 9% или другому содержанию воды сокращает объем работы.
- Возможность импорта и экспорта данных, позволяющая использовать прибор в существующих системах.

Компания «Oxford Instruments» предлагает различные комплекты, специально предназначенные для измерения содержания масла и воды в масличных семенах и их остатках (жмыхах или муке).

Для применения в таких целях подходят два прибора, каждый из которых соответствует отраслевому стандарту ИСО 10565 для различных объемов образцов (указаны в скобках):

Для анализа больших образцов/семян

- **MQC**+5 с датчиками диаметром 51 мм (80 мл) или 40 мм (40 мл).
- Для анализа небольшого количества семян или анализа отдельных семян
- **MQC**+23 с датчиками диаметром 26 мм (14 мл), 18 мм (7 мл) или 10 мм (1 мл).

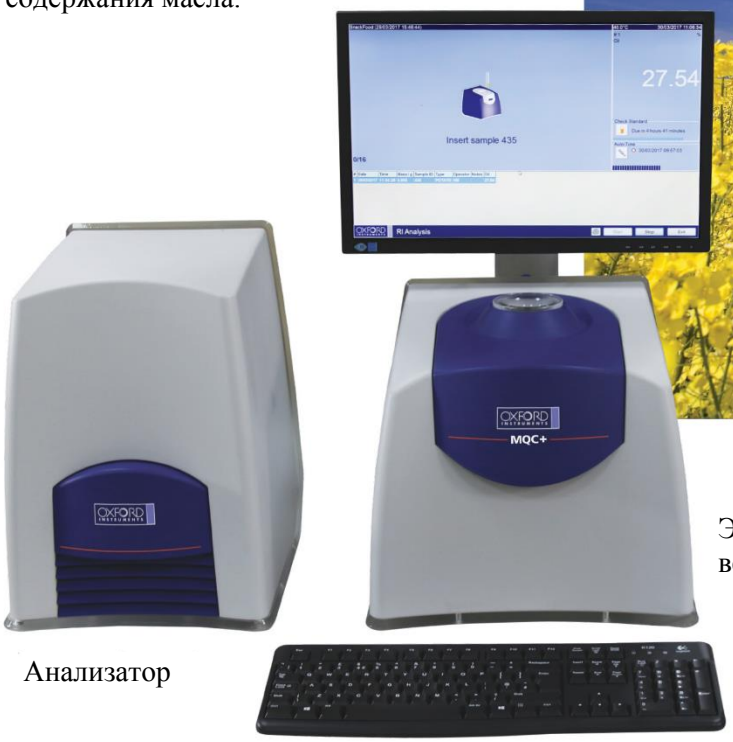
MQC+5 (или **MQC**+23), которым можно управлять с помощью встроенного в него компьютера с Microsoft Windows® или через автономный внешний ПК, также включает:

- Программное обеспечение **MultiQuant**, включая **калибровку RI**, **анализ RI** и приложение **EasyCal** «Содержание масла и воды в семенах»
- Образец для подстройки
- Стеклянные пробирки
- «Нормативы технического обслуживания калибровки» для масла и воды (только для датчиков 51 мм, 40 мм и 26 мм)
- Руководство пользователя
- Таблицу методов

Кроме того, вы также можете приобрести:

- Прецизионные весы (2 знака после запятой для образцов объемом 80 мл и 40 мл и 3 знака после запятой для образцов объемом 14 мл, 7 мл и 1 мл) – требуются обязательно
- Опционально: сухой нагреватель и алюминиевый блок с отверстиями для кондиционирования образца при 40 °С (только датчики 26, 18 и 10 мм).

Примечание. Метод ИСО предусматривает измерение при номинальной комнатной температуре 17…28 °С.
Кондиционирование при 40 °С предпочтительнее, если точные измерения требуются только для определения содержания масла.



Электроника со встроенным ПК

Анализатор

АВРОРА
ТЕХНОЛОГИИ ИЗМЕРЕНИЙ

ООО «АВРОРА»
Почт.адрес: 119071, Россия, Москва, а/я 33
Тел.: +7 (495) 258-83-05/-06/-07, 958-63-19
Факс: +7 (495) 258-83-05 доб.3
Internet: **www.avrora-test.ru**
E-mail: **test@avrora-lab.com**