

## Метод №3

# Вимірювання вмісту олії та вологи у насінні відповідно до ISO 10565

### Застосування

Точне та швидке визначення вмісту олії та води в олійному насінні важливе для селекціонерів, виробників та покупців для визначення комерційної цінності таких культур, як ріпак (канола), соняшник, лляне насіння (льон), соєві боби та арахіс. Ядерний магнітний резонанс (ЯМР) пропонує чисту, швидку та точну альтернативу традиційним мокрим хімічним методам. Крім того, калібрування набагато легше проводити, ніж для ближнього інфрачервоного випромінювання (БліЧ). ЯМР також використовується для вимірювання виходу олії при виведенні покращених сортів сільськогосподарських культур та при подрібненні насіння для вимірювання вмісту олії в макусі та відходах для визначення ефективності екстракції (ISO 10632).

### Переваги методу ЯМР

Для визначення вмісту олії зазвичай використовуються методи екстракції розчинниками. Однак ці методи можуть займати багато часу, вимагають кваліфікованих спеціалістів та використання небезпечних розчинників.

БліЧ-спектрометрія є швидкою, але вимірює лише поверхневий шар, тому для покращення відтворюваності може знадобитися подрібнення зразка. Крім того, БліЧ вимагає калібрування з використанням великої кількості еталонних зразків, які представляють різні фактори, включаючи вміст олії та води, тип насіння або зерна, розмір часток або колір. Тому результати можуть бути неточними, якщо зразок знаходиться за межами діапазону/області калібрування

Для порівняння:

- ЯМР не потребує розчинників, які небезпечні у використанні та при утилізації.
- ЯМР є методом об'ємного вимірювання і тому вимірює всю олію у зразку, незалежно від розміру частинок.



- ЯМР є оптимальним методом для насіння соняшнику, оскільки на нього не впливає колір; тому він використовується як офіційний метод Управління з інспекції зерна, упаковки та складів Міністерства сільського господарства США (USDA GIPSA)
- Калібрування за олійністю та вологістю може бути отримане з використанням всього трьох стандартних зразків
- ЯМР забезпечує швидке вимірювання для різних розмірів зразків.
- ЯМР використовується у методі ISO 10565, який був прийнятий Федерацією Асоціацій Торгівлі Олійними Культурама, Насінням та Жирами (FOSFA)

Настільний аналізатор **MQC+** ядерного магнітного резонансу (ЯМР) є альтернативним методом мокрої хімії та БліЧ; він швидко та легко виконується, простий у калібруванні та вимагає мінімальної підготовки зразка. Тому він ідеально підходить для рутинної роботи, не вимагаючи додаткових хімікатів, складного калібрування чи спеціальної підготовки персоналу.



## Метод

Вимірювання вмісту олії та води включає диференціацію двох аналітів на основі їх часу ЯМР-релаксації. Сигнал ЯМР від твердих частинок у зразку швидко згасає, залишаючи сигнали лише від олії та зв'язаної води. Згодом сигнал від зв'язаної води згасає, залишаючи сигнал лише від олії. Вміст води визначається за різницею між сигналами від олії та сигналами від олії + зв'язаної води. Метод ISO 10565 рекомендує, щоб вміст води становив менше 10% для всього насіння для отримання надійних результатів. Насправді це значення може бути на кілька відсотків вище залежно від типу насіння.

## Калібрування

Оскільки ЯМР є порівняльним методом, перед проведенням вимірювань необхідно отримати набір калібрувальних стандартів, що складаються з реального насіння з відомим вмістом олії та води. Хоча потрібно лише три добре охарактеризованих еталони насіння, рекомендується використовувати не менше шести, з вмістом олії та води, які охоплюють концентрації, що цікавлять. Еталонні значення вмісту олії та води зазвичай визначаються за допомогою екстракції Сокслета та сушіння в печі відповідно.

Якість калібрування завжди залежатиме від точності даних стандартів. Однак метод ЯМР є більш відтворюваним, ніж мокрі хімічні методи, тому кількість помилок зменшується за рахунок аналізу більшої кількості еталонних зразків. В якості альтернативи первинне калібрування за загальним вмістом олії може бути проведене методом ЯМР з використанням чистої олії, що підлягає аналізу.

## Вимірювання

Зразки поміщують у скляні ЯМР-пробірки до заданої позначки та зважують. Великі зразки зазвичай витримуються при кімнатній температурі в стабільному середовищі. Час аналізу зазвичай становить 16 секунд на зразок відповідно до стандартних ISO методів.

## Результати

Як правило, найкраща точність досягається, коли стандарти належать до того ж виду, що і зразки для аналізу. Однак, різні види насіння з оліями, що мають подібний вміст зв'язаної води можуть відповідати одному і тому ж калібруванню.

Було проаналізовано дев'ять зразків насіння ріпаку, що пройшли незалежний аналіз. Вміст олії у яких варіювався від 39% до 51%, а вміст води - від 5,2% до 7,1%. Калібрування для олії та води було розроблено

відповідно до ISO 10565 з використанням програмного забезпечення MultiQuant від Oxford Instruments, яке дозволяє одночасно вимірювати до чотирьох параметрів зразка. На додаток до вмісту олії та води, можна також визначити вміст олії на суху вагу та нормалізовану до певного вмісту води (наприклад, 8 або 9%). Отримані калібрування показані на рисунках 1 та 2.

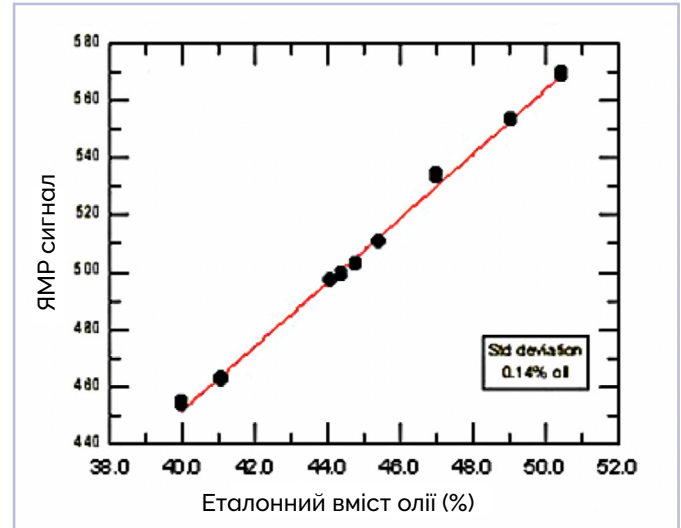


Рисунок 1: Калібрування вмісту олії в насінні ріпаку у присутності води (стандартне відхилення 0,14%)

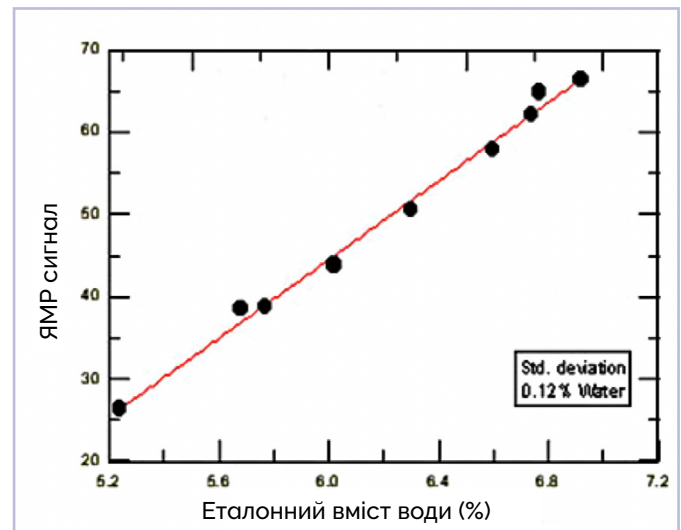


Рисунок 2: Калібрування для вмісту води в насінні ріпаку у присутності олії (стандартне відхилення 0,12%)

Повторюваність приладу при визначенні вмісту олії була перевірена шляхом вимірювання одного зразка десять разів, не виймаючи його з приладу. Відтворюваність аналізу перевірялася на вміст олії шляхом вимірювання п'яти різних порцій одного і того ж зразка. Повторюваність приладу склала 0,03%, а відтворюваність зразка - 0,24% через різний розподіл вмісту олії в кожній порції насіння. Результати обох серій експериментів представлені у таблиці 1.

Значення	Повторні вимірювання										Сер. значення	Похибка
	44.29	44.25	44.22	44.23	44.26	44.27	44.22	44.23	44.22	44.18		
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
Значення	Порційні вимірювання					Сер. значення	Похибка					
	39.7	39.2	39.4	39.5	39.8							
39.5	39.7	39.2	39.4	39.5	39.8	39.5	0.24					

Таблиця 1: Повторюваність приладу та відтворюваність зразка

## Висновок

- ЯМР дуже стабільний у довгостроковій перспективі та рідко потребує калібрування.
- ЯМР нечутливий до повітряних порожнин між зернами або порошком.
- Точність вимірювань висока порівняно з мокрими хімічними методами.
- Час вимірювання зразка швидкий (зазвичай 16 секунд)
- Метод ЯМР є неруйнівним, тому той самий зразок може бути виміряний кілька разів, перш ніж буде проаналізованим за допомогою інших методів.

Крім того, **MQC+** має наступні переваги:

- Датчики легко знімаються (без інструментів) для зміни розміру датчика чи очищення.
- Функція автоматичного зважування, що використовується у **MQC+5**, збільшує пропускну здатність зразків. Зразки можуть бути проаналізовані без необхідності торкатися клавіатури або миші, що заощаджує час.
- Автоматичний розрахунок вмісту олії щодо сухої ваги, 9% або іншого вмісту води після вимірювання скорочує обсяг роботи.
- Можливість імпорту та експорту даних, що дозволяє приладу інтегруватися з існуючими системами.



Oxford Instruments пропонує різні пакети, спеціально розроблені для вимірювання вмісту олії та води в олійному насінні та його залишках (макуха або шрот). Для цієї мети підходять два прилади, обидва з яких відповідають промислового стандарту ISO 10565 для ряду об'ємів проб (зазначені в дужках):

Для аналізу крупних зразків/насіння

- **MQC+5** з датчиками діаметром 51 мм (80 мл) або 40 мм (40 мл).

Для аналізу невеликих, малих кількостей чи поодинокого насіння

- **MQC+23** з датчиками діаметром 26 мм (14 мл), 18 мм (7 мл) або 10 мм (1 мл).

**MQC+5** (або **MQC+23**), який може керуватися за допомогою власного вбудованого комп'ютера під керуванням Microsoft Windows® або через окремий ПК, також включає:

- Програмне забезпечення **MultiQuant**, що включає RI калібрування, RI аналіз та додаток **EasyCal** "Олія та вода в насінні".
- Зразок для перевірки/налаштування
- Скляні пробірки
- Олія та вода "стандарту проведення калібрування" (тільки для датчиків 51 мм, 40 мм та 26 мм)
- Керівництво користувача
- Методичний лист

Додатково ви також можете придбати:

- Необхідні: прецизійні ваги (2 десяткові знаки після коми для зразків об'ємом 80 мл та 40 мл та 3 знаки після коми для зразків об'ємом 14 мл, 7 мл та 1 мл)
- Сухоповітряний термостат та алюмінієвий блок з отворами для кондиціонування зразка при 40°C (тільки для датчиків 26, 18 та 10 мм)

Примітка. Метод ISO передбачає вимірювання за номінальної кімнатної температури 17°C-28°C. Кондиціонування при 40°C є кращим у тих випадках, коли вимірювати потрібно тільки вміст олії.

### Анотація

- Швидкість, точність та відтворюваність
- Мінімальна підготовка зразка
- Просте лінійне калібрування, без використання хімічних речовин
- Найпростіший, найнадійніший з доступних методів; підходить для нетехнічного персоналу



Якщо у вас виникли запитання щодо цієї нотатки, будь ласка, зв'яжіться з нашими експертами:  
[magres@oxinst.com](mailto:magres@oxinst.com)

за додатковою інформацією звертайтеся через сайт [www.oxinst.com/mqc](http://www.oxinst.com/mqc) або електронну пошту: [magres@oxinst.com](mailto:magres@oxinst.com).

Ця публікація є власністю компанії Oxford Instruments і містить лише загальну інформацію, яка (без письмової згоди компанії) не може бути використана, застосована або відтворена з будь-якою метою або бути частиною будь-якого замовлення або контракту, або розглядатися як представлення відповідних продуктів або послуг. Політика Oxford Instruments спрямована на постійне вдосконалення. Компанія залишає за собою право змінювати без попереднього повідомлення специфікацію, дизайн або умови поставки будь-якого продукту або послуги. Oxford Instruments підтверджує всі товарні знаки та реєстрації. © Oxford Instruments plc, 2023. Всі права захищені. Посилання. Os-07-23

