УДК 664.3

Б.Е. НАДИН, И.М. ЗЕЛЕНКОВА

Оценка качества рапсового масла методом газовой хроматографии

Продовольственной программой СССР в целях увеличения ресурсов сырья для производства растительного масла намечено существенно расширить область возделывания рапса в нашей стране для обеспечения к 1990 г. валового сбора семян этой культуры до 1,5 млн т [1, 2].

Рапс – масличное растение, дающее в условиях Белоруссии, Прибалтики и Европейской части РСФСР устойчивые урожаи семян, богатых белком и липидами. До недавнего времени культивировались сорта рапса с высоким содержанием в масле (до 40...60 % от содержания жирных кислот) эруковой кислоты, вредной для организма человека. Однако в последние годы выведены и получили широкое распространение низкоэруковые и безэруковые сорта рапса с содержанием эруковой кислоты не более 5 % от жирных кислот. Техническими условиями [3] предусмотрено, что на пищевые цели может быть использовано рапсовое масло с таким же содержанием эруковой кислоты, поэтому предприятиям масложировой промышленности необходимо знать ее содержание в поступающих партиях семян.

В настоящее время наиболее удобным и надежным методом количественного определения содержания эруковой кислоты в рапсовом масле является газохроматографический. Недостатками этого метода являются значительная продолжительность анализа (30...40 мин) и использование ядовитого метилового спирта для перевода триглицеридов рапсового масла в метиловые эфиры жирных кислот, которые и анализируются газовым хроматографом. Трудоемким и недостаточно точным является также метод определения содержания эруковой кислоты (метод нормализации) по площадям хроматографических пиков [3].

Авторы настоящей работы попытались разработать более быструю методику газохроматографического определения содержания эруковой кислоты в рапсовых семенах и масле. С этой целью были испытаны четыре неподвижных жидких фазы: полиэтиленгликольадипат, полиэтиленгликольсукцинат, полидиэтиленгликольадипат, полиэтиленгликольсебацинат. Анализ проводился на газовом хроматографе Хром-4 с пламенно-ионизационным детектором с использованием стеклянной колонки длиной 2,4 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненной твердым носителем хроматоном N-AW-HMDS (хроматоном N, промытым кислотой и обработанным гексаметилдисилазаном) с размером частиц 0,250...0,315 мм, на который предварительно наносилась одна из четырех указанных неподвижных жидких фаз (8 % от массы твердого носителя). Приготовленная колонка кондиционировалась при 205 °С в течение 8 ч при пропускании через ко-

лонку газа-носителя гелия со скоростью 20 мл/мин. Условия анализа на испытанных колонках: температура термостата колонок 190...208 °С, температура термостата детектора 220 °С, температура узла ввода пробы 250 °С, расход газа-носителя гелия 35 мл/мин.

При оценке эффективности каждой из четырех исследованных неподвижных жидких фаз учитывались не только полнота разделения метиловых эфиров жирных кислот рапсового масла, но и продолжительность анализа, а также температура термостата колонок, обеспечивающая оптимальное разделение компонентов рапсового масла.

В табл. 1 приведено относительное время удерживания метиловых эфиров жирных кислот рапсового масла: пальмитиновой, олеиновой, линолевой, линоленовой, эйкозеновой и эруковой, а также температура колонок и время хроматографического анализа для каждой исследованной неподвижной жидкой фазы. При расчете относительного времени удерживания данных жирных кислот время удерживания метилового эфира пальмитиновой кислоты принято за 1.

Согласно литературным данным, надежная длительная работа хроматографической колонки при использовании исследуемых неподвижных жидких фаз возможна при температуре термостата колонок не выше 190 °С (для полидиэтиленгликольадипината) и не выше 200 °С (для полиэтиленгликольадипината, полиэтиленгликольсукцината и полиэтиленгликольсебацината). Как видно из таблицы, оптимальной температурой термостата колонок для колонки с полидиэтиленгликольадипинатом является 208 °С, что значительно превышает температуру, обеспечивающую работу колонок (190 °С). При этом и длительность анализа довольно велика – 35 мин и, хотя разделение компонентов анализируемой смеси удовлетворительное, эта колонка явно непригодна для проведения массовых анализов для определения содержания эруковой кислоты в рапсовых семенах и масле.

Табл. 1. **Относительное время удерживания метиловых эфиров жирных кислот рапсового масла, температура термостата колонок и длительность анализа для разных неподвижных фаз**

Неподвижная жидкая фаза	Относительное время удерживания						Температура термостата, °С	Длительность анализа, мин
	$C_{16:0}$	$C_{18:1}$	$C_{18:2}$	$C_{18:3}$	$C_{20:1}$	$C_{22:1}$		
Полиэтиленгликольсукцинат	1	1,9	2,27	2,91	3,27	5,72	190	17
Полиэтиленгликольадипинат	1	2	2,35	3,0	3,47	6,19	200	30
Полидиэтиленгликольадипинат	1	2	2,43	3,09	3,62	6,19	208	35
Полиэтиленгликольсебацинат	1	2	2,27	2,64	4,09	8,27	190	45

Относительное время удерживания – это отношение расстояний по базовой линии от начала пика растворителя до максимумов пиков определяемого компонента и метилового эфира пальмитиновой кислоты.

Колонка с полиэтиленгликольсебацинатом обеспечивала неплохое распределение метиловых эфиров жирных кислот рапсового масла при 190 °С, однако продолжительность анализа была большой – 45 мин, что вынудило отказаться от использования указанной неподвижной жидкой фазы.

Значительно лучше работала колонка с полиэтиленгликольадипинатом: при 200 °С все метиловые эфиры жирных кислот рапсового масла проявляются на хроматографе в течение 30 мин, причем разделение основных пиков удовлетворительное.

Однако значительная продолжительность анализа (30 мин) и повышенная температура термостата колонок (200 °С) являются недостатками этой неподвижной жидкой фазы.

Самые лучшие результаты работы показала крематографическая колонка при использовании отечественной неподвижной жидкой фазы полиэтиленгликольсукцината. На ней при 190 °С анализ метиловых эфиров жирных кислот рапсового масла проводится за 17 мин. На колонке с полиэтиленгликольсукцинатом пики метиловых эфиров линоленовой и эйкозеновой кислот полностью не разделяются. Поскольку основной целью анализа является определение содержания только эруковой кислоты, для сокращения длительности анализа можно пренебречь разделением этой пары метиловых эфиров жирных кислот. Допустимо появление на хроматограмме этих метиловых эфиров в виде одного пика, что упростит определение содержания эруковой кислоты, так как не нужно будет определять площадь каждого хроматографического пика.

Таким образом, в результате проведенной работы установлено, что лучшей неподвижной жидкой фазой для быстрого газохроматографического анализа содержания эруковой кислоты в рапсовом масле является полиэтиленгликольсукцинат.

Литература

1. Материалы XXVII съезда Коммунистической партии Советского Союза.– М., 1986. 2. Продовольственная программа СССР и меры по ее реализации.– М., 1982. 3. Масло рапсовое гидратированное. ТУ 10-04-02/13–87.