

УСКОРЕННЫЙ АНАЛИЗ ЭРУКОВОЙ КИСЛОТЫ В РАПСОВОМ
МАСЛЕ

Установлено [1], что наиболее пригодной неподвижной жидкой фазой для ускоренного газохроматографического определения содержания эруковой кислоты в рапсовом масле является полиэтиленгликольсукцинат. Цель настоящей работы - отработка всех остальных условий газохроматографического анализа эруковой кислоты в семенах и масле рапса.

С целью подбора оптимального твердого носителя для быстрого и надежного газохроматографического определения эруковой кислоты были испытаны четыре материала: хроматон N-AW (промытый кислотой), хроматон N-AW-HMDS (промытый кислотой и обработанный гексаметилдисилазаном), целит и инертон AW-DMCS (промытый кислотой и обработанный диметилдихлорсиланом). Все носители имели размер частиц 0,25...0,315 мм за исключением целита, размер частиц которого составлял 0,25...0,36 мм.

Исследовалось обработанное раствором этилата натрия в безводном этиловом спирте рапсовое масло на стеклянной колонке длиной 2,4 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненной одним из указанных твердых носителей. На каждый из носителей предварительно наносилось в ротационном испарителе 4 % полиэтиленгликольсукцината (на инертон AW-DMCS наносили 2 % полиэтиленгликольсукцината).

Хроматограф Хром-41 с пламенно-ионизационным детектором использовали в изотермическом режиме. Температура термостата колонок 190 °С, термостата детектора 220 °С, узла ввода пробы 250 °С, расход газа-носителя гелия 25 см³/мин, размер пробы — 1 мм³.

В табл. 1 приведены основные характеристики разделения компонентов этилированного рапсового масла при использовании колонок с каждым из исследованных твердых носителей. Из таблицы видно, что наилучшее разделение и наименьшая продолжительность анализа получены при использовании твердого носителя хроматона N-AW-HMDS — хорошее разделение стеарата и олеата, почти полное разделение олеата и линолеата, время анализа 5,4 мин. При использовании в качестве твердого носителя хроматона N-AW продолжительность анализа также невелика (6,6 мин), но совершенно не разделяются стеарат и олеат ($a_{с, о} = 0$) и не полностью разделяются олеат и линолеат ($V_{о, л} = 0,71$). Еще больше длится анализ при использовании в качестве твердого носителя целита и инертна AW-DMCS (12, 4 и 14,0 мин соответственно). На обоих носителях не разделяются стеарат и олеат, а на инертоне AW-DMCS не пол-

Т а б л . 1. Характеристики газохроматографического разделения этиловых эфиров жирных кислот рапсового масла на колонках с различными твердыми носителями, на которые нанесено 4 % полиэтиленгликольсукцината

Твердый носитель	Характеристика разделения		
	$a_{с,о}$	$V_{0,л}$	Длительность анализа, мин
Хроматон N-AW	0	0,71	6,6
Хроматон N-AW-HMDS	1,13	0,97	5,4
Целит	0	0,97	12,4
Инертон AW-DMCS	0	0,73	14,0

ностью разделяются олеат и линолеат ($V_{0,л} = 0,73$). Таким образом, наиболее пригодным для быстрого и надежного газохроматографического определения жирнокислотного состава рапсового масла оказался твердый носитель хроматон N-AW-HMDS.

Для определения оптимального соотношения неподвижной жидкой фазы и твердого носителя для быстрого и надежного анализа жирнокислотного состава рапсового масла были выбраны следующие условия анализа: хроматограф Хром-41 с пламенно-ионизационным детектором; хроматографические колонки (стеклянные, длиной 2,4 м, внутренним диаметром 3 мм) заполнялись хроматоном N-AW-HMDS (0,25...0,315 мм), на который предварительно наносились на ротационном испарителе, используя вакуум водоструйного насоса, 2,4,6,8,10 % (от массы твердого носителя) полиэтиленгликольсукцината (ПЭГС). Заполнение колонок насадкой производилось осторожно, путем легкого постукивания по колонке резиновым шлангом при использовании вакуума водоструйного насоса, не допуская чрезмерного уплотнения насадки. Для сравнения одна колонка (с 8 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS) была заполнена плотно в течение 30 мин, причем водоструйный насос подключался поочередно к обоим концам колонки при интенсивном постукивании по колонке.

Температура термостата колонок для всех исследованных колонок была одинаковой — 190 °С. Расход газа носителя гелия составлял 25 мл/мин. Температура узла ввода пробы и термостата детекторов была 250 и 220 °С соответственно.

В табл. 2 приведены основные характеристики разделения этиловых эфиров жирных кислот рапсового масла на исследованных колонках. Наименьшая продолжительность анализа наблюдалась на колонке с 2 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS (4 мин). Наивысшая эффективность колонки (2440 теоретических тарелок для пика этилового эфира эруковой кислоты) отмечена у колонки с 10 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS. На этой же колонке были наилучшими коэффициент разделения этиловых эфиров стеарино-

Т а б л. 2. Характеристики разделения на колонках с различным соотношением НЖФ и твердого носителя

Вид колонки	Характеристики разделения			
	n_z	$\alpha_{с,о}$	$V_{о,л}$	Длительность анализа, мин
2 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS	1418	0	0,86	4
4 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS	1510	1,13	0,97	5,4
6 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS	1600	1,18	1,0	7,4
8 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS	1420	1,13	0,97	11,0
8 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS	2320	0	1,0	17,5
10 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS	2440	1,19	1,0	15,09

Примечание. n_z — число теоретических тарелок для пика этилэруката; $\alpha_{с,о}$ — коэффициент разделения этилстеарата и этилолеата; $V_{о,л}$ — параметр разделения этилолеата и этиллинолеата.

вой и олеиновой кислоты и параметр разделения этиловых эфиров олеиновой и линолевой кислот. Однако продолжительность анализа рапсового масла на этой колонке довольно велика — 15 мин.

Наилучшей из всех исследованных колонок следует признать колонку с 4 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS, на которой анализ идет быстро (5,4 мин) и характеризуется хорошим разделением. Несколько медленнее идет анализ на колонке с 6 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS (7,4 мин), хотя разделение компонентов смеси на ней полное.

Из табл. 2 видно, что при более плотной набивке колонки резко возрастает продолжительность анализа. Так, на колонке с 8 % ПЭГС на хроматоне N-AW-HMDS, заполненной насадкой очень плотно, продолжительность анализа была самой большой (17,5 мин), тогда как длительность анализа на менее плотно набитой колонке с тем же соотношением неподвижной жидкой фазы и твердого носителя составила 11 мин.

Таким образом, для проведения быстрого и надежного газохроматографического анализа рапсового масла или другого пищевого жира можно рекомендовать, во-первых, готовить колонку длиной около 2 м, применяя в качестве твердого носителя хроматон N-AW-HMDS (0,25...0,315 мм), на который предварительно нанесено 4 % неподвижной жидкой фазы полиэтиленгликольсукцината,

во-вторых, заполнение колонки проводить осторожно, легким постукиванием резинового шланга, не допуская чрезмерно плотной набивки колонки.

Остальные условия хроматографического анализа были подобраны таким образом, чтобы обеспечить длительную, надежную работу хроматографической колонки и всего прибора при минимальных по продолжительности и расходе ресурсов. С этой целью температура термостата колонок установлена 190 °С, что обеспечивает быстрое проведение анализа и длительную работу колонки (повышение температуры колонки выше 200 °С может привести к быстрому выходу ее из строя).

Расход газа-носителя гелия равен 25 см³/мин, что дает возможность экономно использовать дорогой гелий. Температура узла ввода пробы (испарителя) 250 °С. При этой температуре не происходит термического распада этиловых эфиров жирных кислот рапсового масла и резиновой мембраны, через которую вводится проба в хроматограф, и одновременно обеспечивается быстрый перевод жидкой пробы в парообразное состояние в испарителе. Благодаря быстрому испарению пробы все пики на хроматограмме проявляются острыми, четкими, хорошо разделяющимися друг с другом. Длина колонки 2 м, внутренний диаметр 3 мм. Размер частиц твердого носителя 0,25...0,315 мм или 0,315...0,400 мм.

Таким образом, разработана быстрая и надежная методика газохроматографического анализа эруковой кислоты в семенах и масле рапса, позволяющая сократить длительность анализа по сравнению со стандартной методикой [2] (30 мин) в несколько раз (продолжительность анализа по предлагаемой методике — 6 мин).

Методика рекомендуется для внедрения во всем предприятиям масложировой промышленности, перерабатывающим семена рапса.

Литература

1. Надин Б.Е., Зеленков И.М. Оценка качества рапсового масла методом газовой хроматографии // Товары нар. потребления — Мн., 1990. — Вып. 17. С. 11—13.
2. ТУ 10-04-02-13—87. Масло рапсовое гидратированное. Технические условия. — М., 1987.

УДК 664.8

И.Н.ФУРС, Е.В. ДУБОВИК,
А.В. ЛОКТЕВ, кандидаты техн. наук,
М.И. РЖЕУССКАЯ (БГИНХ)

КАЧЕСТВО ПЛОДОВООЩНЫХ КОНСЕРВОВ, ВЫРАБАТЫВАЕМЫХ В БЕЛОРУССИИ

Проведенный анализ качества плодоовощных консервов, вырабатываемых 55 предприятиями Госагропрома и Белкоопсоюза в 1985—1988 гг. (по данным Госторгинспекции республики и головного управления метрологии и стандартизации), показал, что