

## КОМПЛЕКСНЫЙ СТРУКТУРНО-ФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ЛЬНА И ЛЬНОПРОДУКЦИИ

In article results of the complex structurally functional analysis of flax and льнопродукции are generalized. Opportunities of application of modern physical and chemical methods both for basic researches, and for the decision of practical problems {tasks} are shown.

Объективная оценка структурно-функциональных свойств сложных многокомпонентных систем, каковыми являются биологические объекты, возможна только при совместном применении различных современных физико-химических методов исследований. В настоящей работе предпринята попытка обобщить результаты исследований, проводившихся в течение ряда последних лет сотрудниками Белорусского государственного технологического университета, Белорусского государственного университета и Института генетики и цитологии НАН Беларуси. Объектами исследования служили лен культурный *Linum usitatissimum* L. (долгунец и масличный) – ценная сельскохозяйственная культура, дающая для народного хозяйства два вида продукции – волокно и семена; льноволокно; льнотреста; стандартные образцы волокна льняного чесаного № 1–13 марок цветности А и Б, предназначенные для определения содержания инкрустирующих веществ в соответствии с ТУ РБ 003 12308.01-99; льняная ткань, произведенная на Оршанском льнокомбинате. В качестве методов исследования были выбраны высокоинформативные методы физико-химического анализа, такие как сканирующая электронная микроскопия с энергодисперсионным химическим анализом, колебательная спектроскопия, термогравиметрический анализ и дифференциальная сканирующая калориметрия.

Термогравиметрический (ТГ) анализ микрообразцов волокна (5.0–5.1 мг) проводили на термоанализаторе TA-4000 (модуль ТГ-50) (Mettler Toledo STARe System, Швейцария) в интервале 25–500°C при скорости нагревания 5°C/мин и расходе воздуха 200 мл/мин. Кривые потери массы были рассчитаны при помощи программного обеспечения STARe. Для выявления структурно-морфологических характеристик объектов исследования был использован сканирующий электронный микроскоп JSM-5610 LV, оснащенный системой химического анализа EDX JED-2201 JEOL (Япония), позволяющей производить неразрушающий качественный и количественный элементный анализ участков исследуемого объекта. ИК-спектрометрические исследования проводили на инфракрасном Фурье спектрометре NEXUSTM E.S.P. (Thermo Nicolet), оснащенный алмазной кюветой и приставкой МНПВО (многократного нару-

шенного полного внутреннего отражения) для анализа твердых и жидких проб. Образцы для ИК-спектрометрии готовили из измельченных волокон стебля льна-долгунца, льна чесаного и льняной ткани в виде таблеток с KBr. Высокоэффективную жидкостную хроматографию проводили с помощью жидкостного хроматографа «Shimadzu LC-10», оснащенного ионообменной колонкой 75 Ч 7,5 мм BIO-Gel TSK DEAE-5-PW. Хроматомасс-спектрометрический анализ проводили с использованием жидкостного хроматографа «Waters», оснащенного масс-детектором «Micromass ZQ 2000». Анализ жирнокислотного состава липидов семян различных сортов льна осуществляли методом газожидкостной хроматографии на приборе Hewlett-Packard 4890D, оснащенный пламенно-ионизационным детектором и капиллярной колонкой HP-Innowax 0,32мм\*30м. Хроматографический анализ жирнокислотного состава липидов семян различных сортов льна позволил выявить генетический полиморфизм [1]. Для выявления пептидных маркеров, характеризующих высокое качество льноволокна, изучали белки стебля льна на разных стадиях онтогенеза с помощью ионообменной ВЭЖХ и хроматомасс-спектрометрии (рис. 1). В результате проведенных исследований были выявлены генотипические и онтогенетические различия по наличию-отсутствию ионов с  $m/z$  453, 397 и 541 (см. таблицу). У сортов Agiane, Bison и Вита вышеуказанные ионы обнаруживаются только на стадии «быстрый рост». У сортообразцов Оршанский-2 и Славный-82 в ходе онтогенеза они вообще не детектировались, а для сорта Belinka характерно присутствие этих ионов как на стадии «быстрый рост», так и на стадии «зеленая спелость». Эти результаты свидетельствуют об индивидуальных генотипических особенностях состава и структурно-функциональных характеристиках белков клеточных стенок стебля растений, прямо или опосредованно связанных с показателями качества лубяного волокна.

Термический анализ льноволокна, льнотресты, стандартных образцов волокна льняного чесаного № 1–13 марок цветности А и Б, а также льняной ткани позволил идентифицировать в них целлюлозу и лигнин, определить их удельное содержание и рассчитать энергии активации для целлюлозного компонента [2]. Исходя из того, что потеря массы вещества при горении подчиняется уравнению кинетики первого порядка и со-

блюдается линейная зависимость  $\ln 100/100 - \Delta m$  от  $T(K)$ , расчет энергии активации ( $E_a$ ) проводили по методу А. Вроидо [3], основанному на математической обработке кривой ТГ:

$$\ln^*(\ln 100/100 - \Delta m) = E_a/R + 1/T + C,$$

где  $\Delta m$  – потеря массы, %;  $T$  – температура, К;  $R$  – универсальная газовая постоянная;  $E_a$  –  $\text{tg } \varphi - 8.31$ ;  $C$  – const.

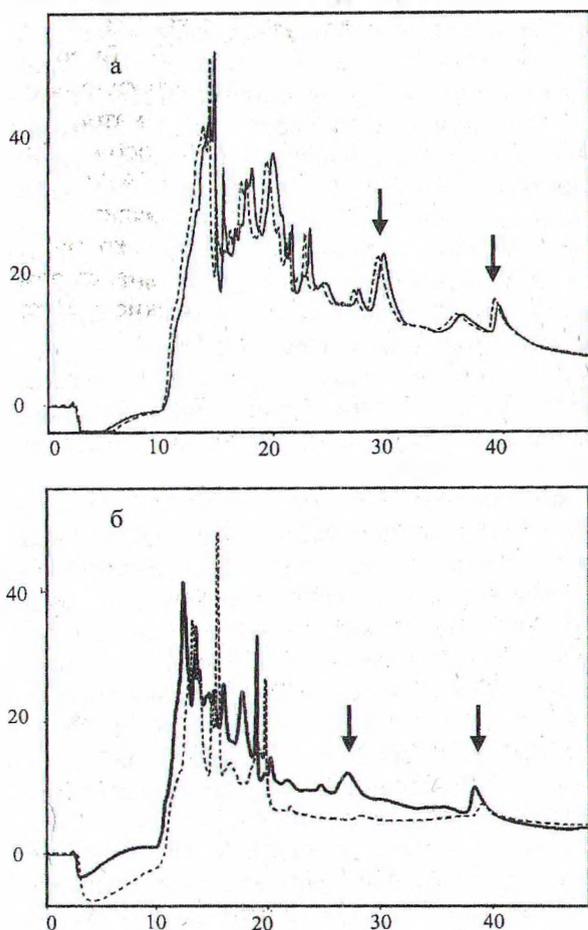


Рис. 1. Хроматограммы разделения белков стеблей льна-долгунца на стадиях «быстрый рост» (сплошная линия) и «зеленая спелость» (прерывистая линия) у сортов Agian (а) и Bison (б) (стрелками обозначены хроматографические пики, для которых получены масс-спектры)

По мере уменьшения степени инкрустации и возрастания содержания целлюлозы в льноволокне остаточная зольность имела тенденцию к снижению при практически неизменном уровне лигнина.

Регрессионный анализ полученных результатов выявил достоверную обратную зависимость между процентом инкрустации льноволокна образцов № 1–13 А и Б и величиной энергии активации (рис. 2). Таким образом, использование метода термогравиметрического анализа позволяет дифференцировать исследуемые

образцы в соответствии со стандартными технологическими характеристиками качества льняного волокна.

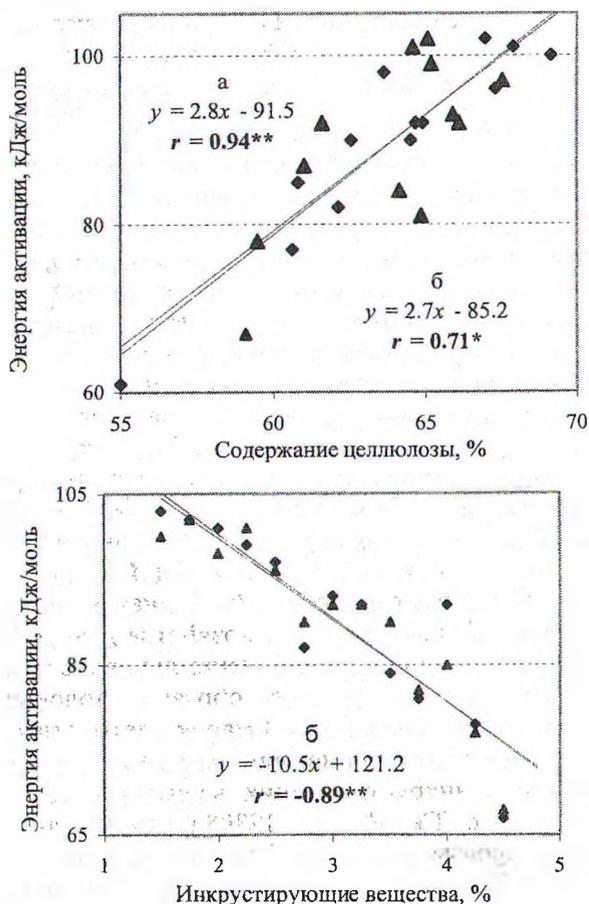


Рис. 2. Регрессионные зависимости содержания инкрустирующих веществ (а) и целлюлозы (б) в образцах волокна льняного чесаного (№ 1–13А; № 1–13Б) от величины энергии активации (\*  $P < 0.05$  и \*\*  $P < 0.01$ )

В ИК-спектрах образцов имеются полосы валентных колебаний  $\text{CH}_2$ - и  $\text{CH}$ -групп при  $2855$ ,  $2900$  и  $2920 \text{ см}^{-1}$ , а также валентных колебаний при  $1740 \text{ см}^{-1}$   $\text{C}=\text{O}$  карбоксильных групп, образующихся при гидролизе полисахаридов. По мере увеличения качества льноволокна возрастает интенсивность полос при  $2900 \text{ см}^{-1}$  (плечо) и  $1740 \text{ см}^{-1}$ , что свидетельствует об увеличении удельного содержания целлюлозы в льноволокне ( $2900 \text{ см}^{-1}$ ) и снижении степени полимеризации целлюлозы ( $1740 \text{ см}^{-1}$ ) за счет ее гидролиза.

При производстве льняного полотна на Оршанском льнокомбинате возникает брак, называемый «масляной нитью». Для данного вида брака характерно наличие нити желтого, бежевого или черного цвета в белом полотне. Для анализа причин возникновения брака бракованные и контрольные нити были подвергнуты термическому анализу, а образовавшуюся золу исследовали с помощью энергодисперсионного анализа.

**Удельная площадь хроматографических пиков (%) и различия в масс-спектрах в области положительных ионов в белковых экстрактах из стебля сортов льна-долгунца на стадиях «быстрый рост» (БР) и «зеленая спелость» (ЗС)**

Сорта	Стадии онтогенеза	Удельная площадь хроматографических пиков (%) при временах удерживания, мин		m/z		
		29	39	453	497	541
Ariane	БР	7.48	4.45	+	+	+
	ЗС	7.99	3.67	НД	НД	НД
Belinka	БР	НД *	2.98	+	+	+
	ЗС	0.56	1.76	+	+	+
Bison	БР	4.80	4.95	+	+	+
	ЗС	0.23	1.93	НД	НД	НД
Оршанский-2	БР	НД	5.15	НД	НД	НД
	ЗС	2.21	3.36	НД	НД	НД
Славный-82	БР	1.47	4.72	НД	НД	НД
	ЗС	0.18	1.60	НД	НД	НД
Вита	БР	1.72	2.62	+	+	+
	ЗС	4.61	0.76	НД	НД	НД

\* Не детектированы.

Полученные результаты убедительно продемонстрировали наличие в бракованной нити оксидов металлов. Энергия активации у бракованной нити была существенно ниже, чем у контрольной. Это позволило сделать заключение о том, что бракованная нить подверглась механической обработке вследствие нарушений технологического процесса [2]. Таким образом, комплексные структурно-функциональные исследования с помощью современных физико-химических методов анализа позволяют получать важные научно-практические результаты как в области фундаментальных наук, так и в области производства

### Литература

1. Лайковская И. В., Титок В. В., Леонтьев В. Н., Акулович И. Л. Генетический по-

лиморфизм жирнокислотного состава липидов семян масличных культур // Труды БГТУ. Сер. IV. Химия и технология орган. в-в. – 2004. – Вып. XII. – С. 179–183.

2. Жарский И. М., Леонтьев В. Н., Лугин В. Г., Шостак Л. М., Курченко В. П., Хотылева Л. В., Титок В. В. Идентификация лубяного волокна и льнопродукции // Молекулярно-биологические и физико-химические методы идентификации биологических объектов и материалов различного происхождения: Материалы международной научно-практической конференции. – 2004. – С. 99–106.

3. Velde K. van De, Kiekens P. Thermal degradation of flax: the determination of kinetic parameters with thermogravimetric analysis // J. Appl. Polym. Sci. – 2002. – Vol. 83. – N 12. – P. 2634–2643.