Определение содержания масла и влаги в семенах горчицы с помощью ИК-спектроскопии

С.Г. Ефименко,
кандидат биологических наук
С.К. Ефименко,
кандидат биологических наук

ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК

Россия, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, д. 17
E-mail: efimenko-km@yandex.ru

Для цитирования: Ефименко С.Г., Ефименко С.К. Определение содержания масла и влаги в семенах горчицы с помощью ИК-спектроскопии // Масличные культуры. – 2019. – Вып. 4 (180). – С. 36–44.

Ключевые слова: горчица сарептская, горчица белая, горчица черная, семена, масличность, влажность, ИК-спектроскопия, градуировочная модель.

Спектроскопия ближнего инфракрасного излучения (NIRS) была использована для оценки биохимических показателей в целых семенах для трех видов горчицы, независимо от условий выращивания и различий по окраске семенной оболочки образцов. На первом этапе работ была поставлена задача разработать градуировочные модели для ИК-анализатора MATRIX-I фирмы Bruker Optics (Германия) по определению масличности и влажности в семенах горчицы. Исследования проводили в лаборатории биохимии на семенах горчицы сарептской озимой и яровой (*Brassica juncea* L.), белой (*Sinapis alba*) и черной (*Brassica nigra* L.), выращенных в 2015–2019 гг. в различных агроэкологических условиях Российской Федерации. Масличность определяли на ЯМР-анализаторе АМВ 1006М согласно методике выполнения измерения по ГОСТ 8.597-2010, влажность оценивали стандартной методикой по ГОСТ 10856-96. Для подтверждения достоверности разработанных моделей использовали результаты определения масличности и влажности семян проверочной партии по показателю правильности градуировки. Наилучшие показатели качества градуировочных моделей (среднеквадратичная ошибка прогноза, коэффициент детерми-

нации и значение остаточного отклонения предсказания для ранга, отображаемого на графике) были получены по определению масличности (RMSEP = 0,28 %, $R^2 = 99,89$ и RPD = 30,6) и по влажности (RMSEP = 0,08 %, $R^2 = 99,89$ и RPD = 30,5). В программе OPUS LAB получена методика «Горчица 51» для массового анализа на основе разработанных градуировочных моделей по определению масличности и влажности в целых семенах трех видов горчицы в средней пробе (10–22 г) в кювете диаметром 51 мм. Эта методика позволяет проводить экспресс-оценку селекционного материала в семенах горчицы с производительностью более 100 образцов за 8 ч.

UDC 633.853.483:665:577.13

Determination of oil and moisture contents in mustard seeds using IR-spectrometry.

S.G. Efimenko, PhD in biology
S.K. Efimenko, PhD in biology

V.S. Pustovoit All-Russian Research Institute of Oil Crops
17, Filatova str., Krasnodar, 350038, Russia
E-mail: efimenko-km@yandex.ru

Key words: common mustard, white mustard, black mustard, seeds, oil content, moisture, IR-spectrometry, calibrating model.

Near infrared spectroscopy (NIRS) was used for estimation of biochemical traits in the whole (unbroken) seeds of the mustard of three species, independently of growing conditions and different coloring of seed cover of mustard samples. At the first stage of the research we worked out calibrating models for IR-analyzer MATRIX-I (Bruker Optics, Germany) to determine oil and moisture contents in mustard seeds. For research we used seeds of winter and spring mustard (*Brassica juncea* L.), white mustard (*Sinapis alba*) and black mustard (*Brassica nigra* L.), produced in 2015–2019 in the different agroecological conditions of the Russian Federation. Oil content was determined with NMR-analyzer AMV 1006M according to the method of the State Standard 8.597-2010, moisture – by the standard method of the State Standard 10856-96. To prove the reliability of the developed models we used the results of determination of oil content and moisture in seeds from test lot by an indicator of calibration accuracy. The best indicators of quality of the calibrating models (standard error of prediction, determination coefficient and meaning of residual deviation of prediction for a range presented in diagram) were obtained for oil content (RMSEP = 0.28%,

$R^2 = 99.89$ and $RPD = 30.6$) and moisture ($RMSEP = 0.08\%$, $R^2 = 99.89$ and $RPD = 30.5$). In a program OPUS LAB we produced a methodology "Mustard 51" for mass analysis basing on the developed calibrating models for determination of oil content and moisture in unbroken seeds of mustards of three species in a middle testing sample (10–22 g) in a cuvette with diameter of 51 mm. This methodology allows conducting express-analysis of mustard seeds for breeding with high efficiency – more than 100 samples per eight hours.

Введение. Горчица входит в пятерку основных масличных культур Российской Федерации. Согласно данным Росстата, посевная площадь под горчицей составила 338 тыс. га в 2018 г.

Результатом селекционной работы с горчицей сарептской во ВНИИМК явилось создание желтосемянных безруковых сортов, получивших широкое производственное распространение [1].

Методом внутривидовой гибридизации озимой горчицы с безруковой яровой и последующим многократным индивидуальным отбором был создан сорт Снежинка с содержанием эруковой кислоты в масле семян менее 3,0 %. Потенциальная урожайность семян озимой горчицы в сравнении с яровой в среднем выше на 30–35 %, т.е. достигает 3,0 т с 1 га и более [2].

Масло семян перспективных сортов горчицы содержит в сумме 77–82 % олеиновой и линолевой кислот. Кроме того, наличие от 9,5 до 14,0 % линоленовой кислоты, относимой к типу ω -3, ставит горчичное масло в один ряд с лучшими маслами по соотношению ω -6 : ω -3, например: соевым и рапсовым, и может быть рекомендовано в качестве лечебно-профилактического продукта в здоровом питании населения. Создание безруковых сортов горчицы сарептской позволяет предприятиям маслодобывающей отрасли перейти к выпуску пищевого горчичного масла, обладающего высокими вкусовыми качествами, и обеспечить выход этой продукции на отечественный и зарубежный рынок [3].

Для проведения эффективной селекционной работы требуется комплексная биохимическая оценка семян горчицы по основным признакам – масличности, влажности, содержанию аллилгорчичного (эфирного) масла и массовой доли основных жирных кислот.

Спектроскопия в ближней инфракрасной области (БИК-спектроскопия) была использована для оценки биохимических компонентов в целых семенах для трех видов *Brassica*: нескольких поколений генотипов *B. juncea*, *B. napus* и *B. rapa*, неоднородных по цвету семенной оболочки. Были получены удовлетворительные результаты, доказывающие надежность калибровочных уравнений [4].

Массовая оценка селекционного материала горчицы по масличности проводилась в отделе физических методов исследований ВНИИМК с помощью ЯМР-анализатора АМВ 1006М по ГОСТ 8.597-2010 [5].

Альтернативным методом определения масличности и других признаков, в связи с задачами селекции на современном этапе, является использование спектральных приборов нового поколения, которые позволяют одновременно контролировать несколько биохимических показателей, тем самым увеличивая производительность труда.

Для ИК-спектрометрии в последние годы был разработан ГОСТ 32749-2014 «Семена масличные, жмыхи и шроты. Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области», который введен с 2015 г. [6].

Ранее в лаборатории биохимии ВНИИМК были проведены исследования по освоению ИК-анализатора MATRIX-I фирмы Bruker Optics (Германия) и разработаны градуировочные модели для одновременного определения содержания олеиновой, линолевой и линоленовой кислот в масле семян рапса. Предварительную оценку селекционного материала по жирно-кислотному составу масла целых

семян отдельных самоопыленных растений теперь стало возможным выполнять без потерь их количества [7]. Прежде для определения жирно-кислотного состава масла использовалась предварительно измельченная часть семян пробы для химического анализа хроматографическим методом.

Также для оценки показателей качества селекционного материала в целых семенах сои были разработаны градуировочные модели для MATRIX-I. Полученные погрешности определений содержания массовой доли протеина, масла и ТИА (трипсинингибирующая активность) в семенах сои по градуировочным моделям с помощью ИК-спектрометрии не значительно превысили стандартные методы. Это дает возможность проводить массовую оценку селекционного материала и анализировать образцы из ранних питомников в целых семенах сои отдельных растений [8].

На основании полученных ранее результатов была поставлена задача на первом этапе разработать градуировочные модели для ИК-анализатора MATRIX-I по определению в целых семенах горчицы сарептской озимой и яровой, белой и черной содержания массовой доли масла и влаги.

Цель работы – создать экспресс-методику по определению масличности и влажности в целых семенах горчицы с помощью ИК-спектрометрии.

Материалы и методы. Исследования проводили в лаборатории биохимии на семенах горчицы сарептской озимой и яровой (*Brassica juncea* L.), белой (*Sinapis alba*) и черной (*Brassica nigra* L.), выращенных в 2015–2019 гг. на центральной экспериментальной базе (г. Краснодар) и в филиалах ФГБНУ ФНЦ ВНИИМК (г. Армавир Краснодарского края, Азовский район Ростовской области).

Из полученных образцов семян формировали пробы по 18–20 г в алюминиевых бюксах, которые выдерживали в комнатных условиях от 3 до 10 дней для

стабилизации семян по влажности и температуре.

Подготавливали пробы образцов семян без измельчения, то есть исследования проводили в целых семенах, что отличается от пункта 7.1.2 ГОСТ 32749-2014 «Семена масличные, жмыхи и шроты. Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области» [6]. После измельчения пробы семян становятся однородными, однородными и по структуре и цвету, поэтому показатели погрешности определения снижаются. Однако для селекционной работы необходимо сохранить ценный материал и, с другой стороны, повысить производительность труда за счет сокращения операции по измельчению семян.

Определение масличности выполняли на ЯМР-анализаторе АМВ 1006М согласно методике выполнения измерения по ГОСТ 8.597-2010 [5]. Погрешность определения данного метода в абсолютных единицах составляет не более 0,6 % и незначительно превышает погрешность арбитражного метода, но несравнима по производительности труда.

Для определения влажности семян горчицы использовали ГОСТ 10856-96 «Семена масличные. Метод определения влажности» [9].

В соответствии с руководством на программное обеспечение OPUS ИК-спектрометра MATRIX-I фирмы Bruker Optics (Германия), полученные спектры регистрировали в диапазоне 3500–12500 см⁻¹ с разрешением 16 см⁻¹. Регистрацию спектров каждого образца проводили в трех повторностях с пересыпанием в кювете диаметром 51 мм (навеска 18–20 г).

Результаты и обсуждение. Формирование калибровочной и проверочных партий образцов для построения градуировочных моделей определения масличности и влажности семян горчицы проводили каждый год. Накапливали спектральные данные образцов горчицы для статистической обработки. Это связа-

но с тем, что на спектральные данные большое влияние оказывают условия, зона и год выращивания, а также генотипы образцов. Данный факт был выявлен ранее при проверке градуировочных моделей по определению содержания основных жирных кислот в масле семян рапса [5]. После добавления в градуировочную модель 25 образцов нового урожая с широким диапазоном варьирования жирных кислот в масле и разработкой новой градуировочной модели, погрешность определения искомой кислоты значительно снижалась – с 3 % до 1 %, что и составляло величину, полученную при начальной разработке.

Значительная доля образцов состояла из семян горчицы сарептской озимой и яровой (*Brassica juncea* L.) с различной окраской семенной оболочки (от желтой до бурой, с различными оттенками отдельных семян). Были использованы образцы белой горчицы (*Sinapis alba*) с окраской семенной оболочки от белой до желтой и черной горчицы (*Brassica nigra* L.) – с окраской от бурой до черной. Масса 1000 семян значительно отличалась в зависимости от вида культуры и условий выращивания.

Было отобрано 306 образцов семян трех видов горчицы. Горчица сарептская была представлена двумя жизненными формами (озимая и яровая). За четыре года исследований были отобраны образцы с содержанием массовой доли масла в семенах от 24,0 до 52,8 %. Благодаря постоянной доработке градуировочных моделей, разрабатываемых трижды в год, нам удалось выявить ряд уникальных образцов в течение всех лет исследований. Таким образом, было отобрано 200 образцов сарептской горчицы озимой и яровой с масличностью 39,3–53,2 %, 56 образцов белой горчицы – 24,0–30,1 % и 40 образцов черной – 32,9–38,0 %.

Предварительные исследования показали, что объединение всех образцов в одну градуировочную модель позволило повысить устойчивость такой модели за

счет максимально широкого диапазона изменчивости признака содержания масла в семенах горчицы.

На завершающем этапе подготовки к разработке градуировочной модели воспользовались возможностью ПО OPUS (программное обеспечение OPUS к ИК-анализатору MATRIX-I) разделить градуировочную партию образцов на две почти равноценные по 153 образца – калибровочную и тестовую. В процессе разработки модели просчитывались по разным алгоритмам до 1200 градуировочных моделей по калибровочным образцам, которые проверялись на тестовых образцах. В результате было принято решение по использованию определенной модели по четырем основным факторам: величина ошибки калибровки RMSEP, количество рангов, спектральный диапазон и метод предобработки.

В результате анализа спектральных данных методом предобработки первой производной + MSC (MSC – мультипликативная коррекция рассеяния) в двух диапазонах: 9002,5–6395,1 и 6055,7–5400,0 см⁻¹, была построена градуировочная модель Gorch_51_Oil (рис. 1).

Рисунок 1 – График предсказанных значений содержания масла в семенах горчицы (ось Y) по сравнению с истинными значениями содержания масла в семенах горчицы (ось X) градуировочной модели Gorch_51_Oil

Несмотря на значительные различия образцов трех видов горчицы по цвету семенной оболочки и размеру семян че-

тырех генераций, полученная градуировочная модель по масличности оказалась лучшей за все годы освоения ИК-анализатора MATRIX-I. Необходимо отметить, что в процессе разработки этой модели из таблицы спектров были удалены 19 из 918 зарегистрированных спектров, что составило 2 % спектральных данных.

При высоком коэффициенте детерминации – 99,89 – данная модель имела 10 рангов в многофакторном анализе. Среднеквадратичная погрешность предсказания (RMSEP) данной модели составила 0,28 %, что дает уверенность в удовлетворительной оценке по повторяемости получаемых результатов анализа масличности семян горчицы.

Показатель RPD (Residual Prediction Deviation – значение остаточного отклонения предсказания для ранга, отображаемого на рис. 1) разработанной градуировочной модели оценивает устойчивость полученной зависимости. По оценке разработчиков программного обеспечения OPUS принято, что величина этого значения в пределах от 6,0 до 7,9 квалифицируется как «очень хорошая зависимость», а при значении более 10,0 рассматривается как «превосходная». Разработанная модель Gorch_51_Oil по определению масличности в целых семенах горчицы имеет значение RPD 30,6.

Для испытания полученной градуировочной модели была подобрана проверочная партия по содержанию масла в семенах горчицы трех видов (по результатам массовой оценки селекционного материала урожая 2019 г.). Предварительно проанализированная по ГОСТ 8.597-2010 проверочная партия была сформирована в том же диапазоне изменения масличности, что и при разработке искомой зависимости (табл. 1). Для большей наглядности полученных различий между двумя методами округление было сделано до второго знака после запятой, хотя требования стандартного метода предполагают округлять до десятых долей процента.

Таблица 1

Сравнительный анализ масличности семян горчицы разными физическими методами

г. Краснодар, ЦЭБ ВНИИМК, 2019 г.

№ об- разца	Масличность, %		Разница, %	
	метод			
	ЯМР	спектраль- ный	абсо- лютная	относи- тельная
1	52,96	52,67	0,29	0,55
2	51,67	51,14	0,53	1,03
3	49,01	48,82	0,19	0,39
4	48,07	48,13	-0,06	0,12
5	47,58	47,46	0,12	0,25
6	46,09	45,91	0,18	0,39
7	44,40	44,61	-0,21	0,47
8	43,88	44,18	-0,30	0,68
9	42,12	42,53	-0,41	0,97
10	41,15	41,44	-0,29	0,70
11	49,30	49,66	-0,36	0,73
12	48,42	48,58	-0,16	0,33
13	47,38	47,49	-0,11	0,23
14	46,57	46,91	-0,34	0,73
15	44,51	44,19	0,32	0,72
16	43,50	43,57	-0,07	0,16
17	41,95	42,66	-0,71	1,69
18	38,90	38,71	0,19	0,49
19	38,16	37,85	0,31	0,81
20	37,03	37,41	-0,38	1,03
21	36,07	35,93	0,14	0,39
22	35,27	35,46	-0,19	0,54
23	34,22	34,71	-0,49	1,43
24	32,09	31,80	0,29	0,90
25	28,80	29,01	-0,21	0,73
26	27,96	27,90	0,06	0,21
27	26,65	26,63	0,02	0,08
28	25,44	25,84	-0,40	1,57
29	24,18	24,42	-0,24	0,99
Диапа- зон	24,18–52,96	24,42–52,67	-0,71–0,53	0,08–1,69
Среднее	40,46	40,55	0,26	0,67

Так как масличность семян различных видов горчицы существенно отличается, в таблице 1 приведены данные по убыванию значения данного показателя. Первые 10 образцов семян – это озимая горчица, №№ 11–19 – яровая горчица, 20–23 – черная и 24–29 – белая горчица. Необходимо отметить, что при формировании проверочной партии семян горчицы были выявлены три уникальных образца по масличности: два из них сарептской яровой (№ 18 – 38,9 %, № 19 – 38,2 %) и один горчицы белой (№ 24 – 32,1 % массовой доли масла в семенах).

Средние значения масличности семян проверочной партии, полученные разными методами, отличаются не значительно, а среднее значение (по модулю) отклоне-

ния составило 0,26 % в абсолютных единицах из 29 образцов. Согласно ГОСТ 32749-2014 среднее значение отклонения не должно превышать погрешности стандартного метода. Граница абсолютной погрешности для массовой доли сырого жира в диапазоне от 20 до 40 % составляет 1,5 % и в диапазоне от 40 до 60 % – 2,0 %. По результатам, представленным в таблице 1, границы абсолютной погрешности полученных результатов были существенно ниже и составили от -0,71 до 0,53 %.

Таким образом, разработанная градуировочная модель Gorch_51_Oil соответствует всем параметрам для качественной оценки семян горчицы на содержание массовой доли масла в целых семенах всех трех видов и двух жизненных форм. Данный метод позволяет определять масличность семян с высокой скоростью – более 100 образцов за рабочую смену.

Для повышения точности проводимых оценок содержания масла в целых семенах горчицы сарептской озимой и яровой необходимо построить дополнительную градуировочную модель. По предварительным данным, для выполнения этой работы имеется несколько предпосылок. По цветовой гамме семенной оболочки, массе 1000 семян и основному показателю – масличности, семена горчицы сарептской двух жизненных форм отличаются значительно меньше, чем от белой и черной горчицы. Градуировочная модель для определения масличности семян горчицы сарептской была разработана на тех же 200 образцах, что и предыдущая модель, за исключением белой и черной горчицы, при этом придерживались тех же методик.

Диапазон вариаций содержания массовой доли масла в семенах сарептской горчицы озимой и яровой составил от 39,3 до 53,2 %. Все образцы семян разделили на две равномерно распределенные партии по всему диапазону измерений масличности – калибровочную и тестовую. Градуировочная модель была разработана на

600 спектрах и проверена на независимой проверочной партии из 19 образцов горчицы сарептской, приведенных в таблице 1.

В результате анализа спектральных данных методом предобработки векторной нормализации в трех диапазонах: 7907,1–7097,1; 6055,7–5400 и 4605,4–4466,6 см⁻¹, была построена градуировочная модель Gorch_51_Oil_j (рис. 2).

Рисунок 2 – График предсказанных значений содержания масла в семенах горчицы (ось Y) по сравнению с истинными значениями содержания масла в семенах горчицы сарептской озимой и яровой (ось X) градуировочной модели Gorch_51_Oil_j

Полученная модель для определения масличности семян горчицы сарептской лучше предыдущей по количеству рангов – здесь 9 против 10, среднеквадратичная ошибка предсказания RMSEP меньше – 0,27 %. Однако коэффициент детерминации получился меньше, а значение RPD уменьшилось почти в 3 раза и составило 10,9.

Для подтверждения качества разработанной модели в спектроскопии используется прямое практическое испытание – исследование проверочной партии семян в том же диапазоне изменчивости, что и при разработке модели (табл. 2).

Анализ результатов проверочной партии по оценке качества градуировочной модели для сарептской горчицы показал, что значительно возросла средняя ошибка предсказания – с 0,26 до 0,40 % – при увеличении границы абсолютной погрешности единичных результатов от -0,67 до 0,99 %.

Таблица 2

Сравнительный анализ масличности семян горчицы сарептской разными физическими методами

г. Краснодар, ЦЭБ ВНИИМК, 2019 г.

№ образца	Масличность, %		Разница, %	
	метод			
	ЯМР	спектраль- ный	абсолют- ная	относитель- ная
1	52,96	52,68	0,28	0,53
2	51,67	52,33	-0,66	1,28
3	49,01	49,13	-0,12	0,24
4	48,07	48,33	-0,26	0,54
5	47,58	47,84	-0,26	0,55
6	46,09	46,09	0,00	0,00
7	44,40	44,98	-0,58	1,31
8	43,88	44,40	-0,52	1,19
9	42,12	42,79	-0,67	1,59
10	41,15	41,48	-0,33	0,80
11	49,30	49,80	-0,50	1,01
12	48,42	48,73	-0,31	0,64
13	47,38	47,93	-0,55	1,16
14	46,57	47,23	-0,66	1,42
15	44,51	43,52	0,99	2,22
16	43,50	43,35	0,15	0,34
17	41,95	42,47	-0,52	1,24
18	38,90	39,00	-0,10	0,26
19	38,16	38,31	-0,15	0,39
Диапа- зон	38,16–52,96	38,31–52,67	-0,67–0,99	0,00–2,22
Среднее	45,56	45,81	0,40	0,88

Таким образом, полученная градуировочная модель Gorch_51_Oil_j по определению массовой доли масла в целых семенах горчицы сарептской оказалась менее точной по результатам проверочной партии независимых образцов. Поэтому для проведения экспресс-оценки селекционного материала по масличности в целых семенах горчицы сарептской необходимо использовать градуировочную модель Gorch_51_Oil, которая включает в себя весь диапазон измерения искомого показателя для трех видов горчицы.

При разработке градуировочной модели по влажности семян горчицы в качестве стандартного метода использовали методику определения влажности масличных семян по ГОСТ 10856-96 [7].

Широкий диапазон влажности семян горчицы трех видов и двух жизненных форм, а также качественно проведенный стандартным методом анализ на содержание влаги подготовленной калибровочной партии семян, позволили создать устойчивую модель зависимости влажности от спектров поглощения семян в ближней инфракрасной области (рис. 3).

Рисунок 3 – График предсказанных значений содержания влаги в семенах горчицы (ось Y) по сравнению с истинными значениями содержания влаги в семенах горчицы (ось X) градуировочной модели Gorch_51_Wet

Высокий коэффициент детерминации – 99,89 – при низком ранге 9 говорит о хорошем качестве модели. Об устойчивости разработанной градуировочной модели говорит её квалификация по значению RPD, которая имеет показатель 30,6 и рассматривается как «превосходная». Среднеквадратическая ошибка прогноза (RMSEP) составила 0,08 % при n = 61, то есть в тестовой партии был 61 образец.

Для подтверждения качества разработанной градуировочной модели по определению влажности в семенах горчицы использовали прямое испытание проверочной партии семян в том же диапазоне изменения влажности, что и при разработке модели (табл. 3).

Таблица 3

Сравнительный анализ семян горчицы по определению влажности стандартным и спектральным методами

г. Краснодар, ЦЭБ ВНИИМК, 2019 г.

№ образца	Влажность, %		Разница, %	
	метод			
	стандартный	спектральный	абсолютная	относительная
1	3,95	4,01	-0,06	1,52
2	4,67	4,68	-0,01	0,21
3	5,21	5,14	0,07	1,34
4	6,16	6,26	-0,1	1,62
5	7,88	8,02	-0,14	1,78
6	8,62	8,55	0,07	0,81
7	9,50	9,38	0,12	1,26
8	10,54	10,63	-0,09	0,85
9	11,51	11,55	-0,04	0,35
10	12,87	13,01	-0,14	1,09
Диапазон	3,95–12,87	4,01–13,01	-0,14–0,12	0,00–2,22
Среднее	8,09	8,12	0,08	1,08

Сравнительный анализ влажности семян горчицы проверочной партии выявил, что разница между спектральными показаниями и стандартным методом в среднем (по модулю) составила 0,08 %. Это значение значительно меньше 0,25 % погрешности стандартного метода, что подтверждает выполнение критерия правильности градуировки.

Таким образом, получена градуировочная модель Gorch_51_Wet по определению массовой доли влаги в семенах трех видов горчицы.

После получения удовлетворительных значений результатов разработки градуировочных моделей по искомым показателям, была разработана методика «Горчица 51» в программе OPUS LAB для рутинного анализа по одновременно определению масличности и влажности в семенах горчицы.

Сравнительная характеристика входящих в методику «Горчица 51» разработанных градуировочных моделей по одновременному определению масличности и влажности представлена в таблице 4.

Таблица 4

Характеристика градуировочных моделей по определению масличности и влажности в семенах горчицы для ИК-спектрометрии*

г. Краснодар, ЦЭБ ВНИИМК, 2019 г.

Компонент	Ранг	R ²	RMSEP	RPD	Предобработка	Количество калибровочных спектров, шт.
Масличность	10	99,89	0,279	30,6	первая производная + MSC	918
Влажность	9	99,89	0,083	30,5	min-max нормализация	375

*Примечание – качество хемометрических моделей зависит от выбора правильного числа необходимых факторов, что также называется рангом модели; R² – коэффициент детерминации; RMSEP – среднеквадратичная погрешность предсказания; RPD – значение остаточного отклонения предсказания для ранга, отображаемого на графике; MSC – мультипликативная коррекция рассеяния

Выводы. Таким образом, наилучшие показатели качества градуировочных моделей (среднеквадратичная ошибка прогноза, коэффициент детерминации и значение остаточного отклонения предсказания для ранга, отображаемого на графике) были получены по определению масличности (RMSEP = 0,28 %, R² = 99,89 и RPD = 30,6) и по влажности (RMSEP = 0,08 %, R² = 99,89 и RPD = 30,5). В программе OPUS LAB создана методика «Горчица 51» для массового анализа на основе разработанных градуировочных моделей по определению масличности и влажности в целых семенах горчицы сарептской озимой и яровой, белой и черной в средней пробе (10–22 г) в кювете диаметром 51 мм. Эта методика позволяет проводить экспресс-оценку селекционного материала в семенах трех видов горчицы с производительностью более 100 образцов за 8 часов.

Список литературы

1. Горлов С.Л., Трубина В.С. Эффективность самоопыления в селекции озимой горчицы сарептской (*Brassica juncea* L.) // Масличные культуры. Науч.-тех. бюл. ВНИИМК. – 2009. – Вып. 1 (140). – С. 124–127.
2. Коновалов Н.Г. Первый безэруковый сорт озимой горчицы сарептской Снежинка // Науч.-тех. бюл. ВНИИМК. – 2005. – Вып. 1 (132). – С. 96–98.
3. Быкова С.Ф., Давиденко Е.К., Минасян Н.М., Ефименко С.Г., Ефименко С.К. Горчица сарептская: морфология и технологические свойства безэруковых сортов // Масложировая промышленность. – 2014. – № 2. – С. 16–19.
4. Deepak Prem, Kadambari Gupta, Gautam Sarkar, Abha Agnihotri. Determination of oil, protein and moisture content in whole seeds of three oleiferous *Brassica* species using near-infrared reflectance spectroscopy // Journal of Oilseed Brassica. – 2012. – 3 (2). – S. 88–98.
5. ГОСТ 8.597-2010 Государственная система обеспечения единства измерений.

Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика выполнения измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса. – М.: Стандартиформ, 2011. – 12 с.

6. ГОСТ 32749-2014 Семена масличные, жмыхи и шроты. Определение влаги, жира, протеина и клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области – М.: Стандартиформ, 2015. – 8 с.

7. Ефименко С.Г., Ефименко С.К., Кучеренко Л.А., Нагалеvская Я.А. Экспресс-оценка содержания основных жирных кислот в масле семян рапса с помощью ИК-спектроскопии // Масличные культуры. Науч.-тех. бюл. ВНИИМК. – 2015. – Вып. 4 (164). – С. 35–40.

8. Ефименко С.Г., Кучеренко Л.А., Ефименко С.К., Нагалеvская Я.А. Оценка основных показателей качества семян сои с помощью ИК-спектроскопии // Масличные культуры. Науч.-тех. бюл. ВНИИМК. – 2016. – Вып. 3 (167). – С. 33–38.

9. ГОСТ 10856-96 Семена масличные. Метод определения влажности. – М.: Стандартиформ, 2010. – С. 6.

References

1. Gorlov S.L., Trubina V.S. Effektivnost' samoopyleniya v selektsii ozimoy gorchitsy sareptskey (Brassica juncea L.) // Maslichnye kul'tury. Nauch.-tekhn. byul. VNIIMK. – 2009. – Vyp. 1 (140). – S. 124–127.

2. Konovalov N.G. Pervyy bezerukovyy sort ozimoy gorchitsy sareptskey Snezhinka // Nauch.-tekhn. byul. VNIIMK. – 2005. – Vyp. 1 (132). – S. 96–98.

3. Bykova S.F., Davidenko E.K., Minasyan N.M., Efimenko S.G., Efimenko S.K. Gorchitsa sareptsкая: morfologiya i tekhnologicheskie svoystva bezerukovykh sortov // Maslozhirovaya promyshlennost'. – 2014. – № 2. – S. 16–19.

4. Deepak Prem, Kadambari Gupta, Gautam Sarkar, Abha Agnihotri. Determination of oil, protein and moisture content in whole seeds of three oleiferous Brassica species using near-infrared reflectance spectroscopy // Journal of Oilseed Brassica. – 2012. – 3 (2). – S. 88–98.

5. GOST 8.597-2010 Gosudarstvennaya sistema obespecheniya edinstva izmereniy. Semena maslichnykh kul'tur i produkty ikh pererabotki. Metodika vypolneniya izmereniy maslichnosti i vlazhnosti metodom impul'snogo yadernogo magnitnogo rezonansa. – М.: Standartinform, 2011. – 12 с.

6. GOST 32749-2014 Semena maslichnye, zhmykhi i shroty. Opredelenie vlagi, zhira, proteina i kletchatki metodom spektroskopii v blizhney infrakrasnoy oblasti – М.: Standartinform, 2015. – 8 с.

7. Efimenko S.G., Efimenko S.K., Kucherenko L.A., Nagalevskaya Ya.A. Ekspress-otsenka sodержaniya osnovnykh zhirnykh kislot v masle semyan rapsa s pomoshch'yu IK-spektrometrii // Maslichnye kul'tury. Nauch.-tekhn. byul. VNIIMK. – 2015. – Vyp. 4 (164). – S. 35–40.

8. Efimenko S.G., Kucherenko L.A., Efimenko S.K., Nagalevskaya Ya.A. Otsenka osnovnykh pokazateley kachestva semyan soi s pomoshch'yu IK-spektrometrii // Maslichnye kul'tury. Nauch.-tekhn. byul. VNIIMK. – 2016. – Vyp. 3 (167). – S. 33–38.

9. GOST 10856-96 Semena maslichnye. Metod opredeleniya vlazhnosti. – М.: Standartinform, 2010. – С. 6.

Получено: 18.09.2019 Принято: 11.11.2019
Received: 18.09.2019 Accepted: 11.11.2019