

УДК 543.062;543.433.4

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ БЛИЖНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ АНАЛИЗА ЗЕРНА ПШЕНИЦЫ

С.А. Панков, А.Г. Борзенко

(кафедра аналитической химии, НПФ АП “Люмэкс”; e-mail: spankov@yandex.ru)

Изучены особенности построения градуировок с использованием образцов из разных регионов России для анализа пищевой ценности пшеницы. Результаты работы использовали при аттестации методики для анализа зерна пшеницы методом БИК-спектроскопии.

Спектроскопия ближней инфракрасной области (БИК-спектроскопия) представляет собой современный инструментальный метод количественного и качественного анализа разных объектов, основанный на сочетании спектроскопии и статистических методов исследования многофакторных зависимостей. Это молекулярная спектроскопия, применимая для определения состава объекта без его разложения, что обычно составляет суть химического анализа.

В БИК-спектроскопии анализ можно проводить по спектрам пропускания ($8000\text{--}12500\text{ см}^{-1}$) или отражения ($4000\text{--}9000\text{ см}^{-1}$). Основную часть исследований сложных объектов биологического происхождения проводили с помощью спектроскопии диффузного отражения. Применение спектров пропускания позволяет не измельчать и не высушивать анализируемые образцы, что значительно упрощает пробоподготовку и уменьшает время анализа.

В настоящее время в России инфракрасные анализаторы используют в основном для решения проблемы контроля качества кормов, комбикормового сырья и комбикормов. Они применяются также и для анализа почв, продукции растениеводства, яиц и яичного порошка, жидкого и порошкового молока, мясных изделий и ряда других продуктов питания [1]. Метод довольно широко применяется для анализа не только сельскохозяйственной и пищевой продукции, а также полимеров, нефтей и битумов, с его помощью определяют ряд показателей, косвенно связанных с химическим составом (температура вспышки, вязкость) [2]. Показано, что методом БИК-спектроскопии можно провести количественный анализ смеси, состоящей из алканов гомологов $C_5\text{--}C_{18}$.

Показана возможность количественного анализа водных растворов, содержащих смесь двух неорганических солей [3, 4] и углеводов [5]. БИК-спектроскопия широко используется для быстрого качественного анализа медицинских препаратов [6, 7].

В работах, связанных с определением качества силосов и кормов, используют отражательную БИК-спектроскопию [8, 9]. В одной из работ рассматривалось влияние заморозки на питательные характеристики силоса [10]. БИК-анализ можно использовать для контроля гидролиза крахмала в режиме *on-line* [11].

В большинстве работ, связанных с БИК-спектроскопией, рассматривается спектроскопия отражения. Для расчета калибровок используются в основном метод наименьших квадратов *PLS* (*partial least squares*) и регрессия на главных компонентах (*principal component regression*). В одних работах используется множественная линейная регрессия *MLR* (*multiple linear regression*), в других – “модификация” обычных методов (*stepwise polynomial PCR, PLS*). Для обработки БИК-спектральных данных используют метод нейронных сетей [2, 12].

Для определения качества зерна в России используют такие показатели, как количество и качество клейковины, а за рубежом – содержание белка. В связи с тем, что зарубежные БИК-анализаторы не откалиброваны на определение содержания клейковины в зерне, представлялось перспективным изучить возможности создания калибровок на определение клейковины в зерне пшеницы. Поскольку климатические условия на территории России существенно отличаются, использовали образцы зерна, выращенного в различных регионах. Было проведено также исследование работоспособности калибровок, построенных с использованием зерна из одного региона на образцах из другого региона.

Экспериментальная часть

Измерение БИК-спектров пропускания проводили на приборе “Инфралюм ФТ 10” ($8000\text{--}14000\text{ см}^{-1}$, Россия).

В работе использовали около 500 образцов из Ростовской, Воронежской областей, Краснодарско-

го, Ставропольского краев, Карачаево-Черкессии и Казахстана. В качестве референтных данных использовали результаты ГОСТ-анализов лабораторий элеваторов и комбинатов хлебопродуктов.

Содержание белка определяли методом Кьельдаля по содержанию общего азота. Содержание клейковины определяли путем ручной отмывки растворимых компонентов размолотого зерна. Качество клейковины, так называемый индекс деформации клейковины (ИДК), определяли путем измерения упругости отмывтой ранее клейковины. Содержание влаги определяли по потере веса размолотого зерна при нагревании. Расчет калибровок велся до тех пор, пока разница между стандартной ошибкой калибровки (*SEC*) и стандартной ошибкой кросс-валидации (*SEC_V*) не становилась менее 10%.

Обсуждение результатов

Одним из первых приложений метода БИК-спектроскопии было определение влажности различных материалов. Как правило, проблемы с созданием калибровок на влажность не возникают.

В ходе работы было показано, что при создании калибровок на влажность возможно использование образцов пшеницы из разных регионов (рис. 1). На точность калибровки значительное влияние оказывает точность референтных анализов. Было также установлено, что при создании калибровок на клейковину возможно использование образцов пшеницы из соседних регионов, которые схожи по климатическим условиям и близки по географическому положению (например, Тамбовская и Воронежская области, *SEC* 0,99).

Использование образцов из разных по условиям регионов при создании калибровки, как правило, снижает точность анализа. В качестве при-

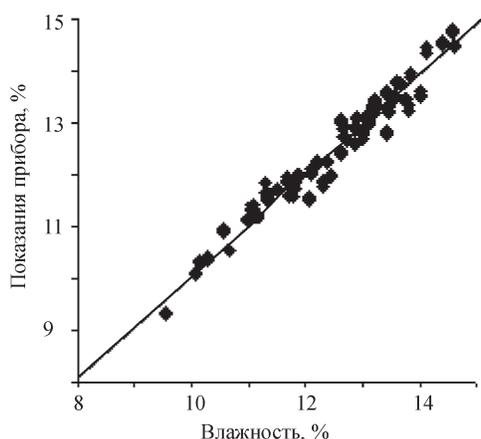


Рис. 1. Калибровка на влажность, Тамбовская обл., Краснодарский кр., Ставропольский кр. *SEC* 0,25

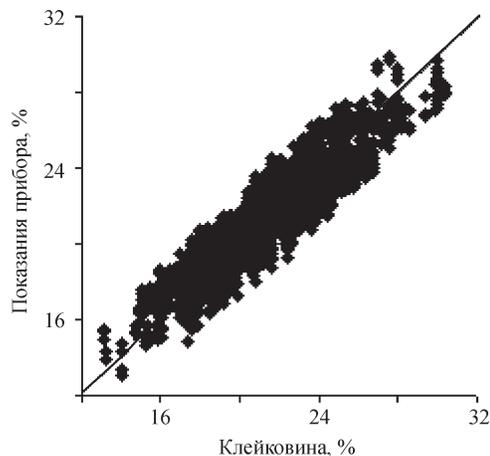


Рис. 2. Калибровка на клейковину (Краснодарский кр., Ставропольский кр., Ростовская обл., Рязанская обл., Тамбовская обл., Белгородская обл. *SEC* 1,22

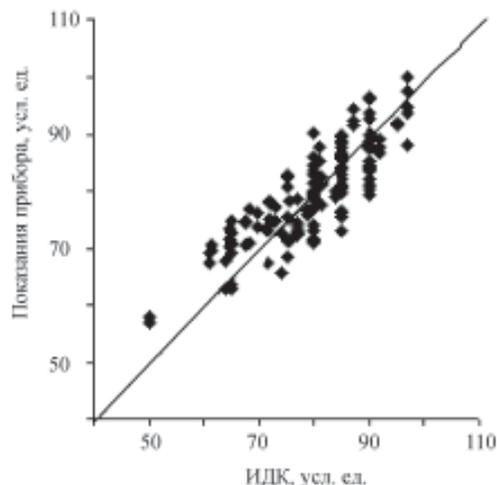


Рис. 3. Калибровка на клейковину (Курская обл., г. Дмитриев), *SEC* 5,4

мера можно привести калибровку с использованием образцов из 6 регионов (рис. 2).

В ходе работы не всегда удавалось получить работоспособную калибровку на ИДК с удовлетворительной погрешностью. Скорее всего это связано со сложностью “химической” интерпретации данного параметра. Два образца зерна, имеющие одинаковое содержание клейковины, могут значительно отличаться по ИДК. Вероятно, величина ИДК связана со средней длиной цепи белков, входящих в состав клейковины, и степенью их гидратации. Тем не менее некоторая корреляция между данными референтных анализов и ИК-спектрами существует (рис. 3).

При расчете калибровок на белок для референтных анализов используется более точный метод и

результаты анализа в значительно меньшей степени зависят от оператора и внешних условий, поэтому SEC на белок ниже, чем на клейковину. Поскольку на немногих предприятиях проводят анализ пшеницы на содержание белка, при создании калибровки на белок в большинстве случаев использовали образцы пшеницы из разных регионов. Например, SEC калибровки на белок, построенной с использованием образцов из Ставропольского, Краснодарского краев и Тамбовской области, составляла 0,25.

При использовании для создания калибровок на белок образцов из большого числа регионов точность получаемой калибровки, как и в случае с клейковиной, начинает снижаться. SEC калиб-

ровки, рассчитанной с использованием образцов из Краснодарского, Ставропольского, Алтайского краев, Тамбовской, Белгородской, Ростовской областей, составляла 0,34.

Таким образом, проведенное исследование показало возможность создания калибровок для анализа пшеницы на содержание белка, влаги, количество и качество клейковины. В работе были изучены особенности использования образцов из разных регионов России при создании общих калибровок на пшеницу. Полученные в ходе работы результаты использовали при создании методики анализа пшеницы при помощи метода БИК-спектроскопии. Описанная в настоящей работе методика успешно аттестована.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Крищенко В.П. // Ближняя инфракрасная спектроскопия. М., 1997. С. 13, 237, 564.
2. Blanco M., Maspoch S., Villaroya I. et al. // *Analyst*. 2001. **126**. P. 378.
3. Molt K. Cho Y.J. // *J. Molec. Struct.* 1995. **349**. P. 345.
4. Valker J., Frost J., Molt K. // *J. Molec. Struct.* 1997. **410**. P. 573.
5. Berentsen S., Stoltz T., Molt K. // *J. Molec. Struct.* 1997. **410**. P. 581.
6. Frasson Scafi S.H., Pasquini C. // *Analyst*. 2001. **126**. P. 2218.
7. Eustaquio M., Blanco R.D., Moffat A.C. // *Analitica Chimica Acta*. 1999. **383**. P. 283.
8. Boever J.L. de, Cottyn B.G., Brabander D.L. de, et al. // *Animal Feed Sci. Technol.* 1997. **66**. P. 211.
9. Gordon F.J., Cooper K.M., Park R.S., Steen R.W. // *Animal Feed Sci. Technol.* 1998. **70**. P. 339.
10. Park R.S., Agnew R.E., Kilpatrick D.J. // *Animal Feed Sci. Technol.* 2002. **102**. P. 151.
11. Blanco M., Coello J., Iturriaga H., et al. // *Analyst*. 2000. **125**. P. 749.
12. Mroczek W.B., Mikhalsky K.M. // *Comp. Chem.* 1998. **22**. N 1. P. 119.

Поступила в редакцию 09.01.05

WHEAT GRAIN ANALYSIS USING NEAR INFRARED SPECTROSCOPY

S.A. Pankov, A.G. Borzenko

(Division of Analytical Chemistry)

The features of calibrations using wheat grain samples from different regions of Russia for feed value were studied. The results were used for attestation of wheat grain analysis by NIR spectroscopy.