



НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ
КОНФЕРЕНЦИЯ

ТЕХНОЛОГИИ МЕТРОЛОГИЯ СТАНДАРТИЗАЦИЯ

Группа компаний «ЭКАН»

Вторая ежегодная международная
научно-практическая конференция
«Технологии. Метрология. Стандартизация»
28-30 сентября 2022 г.



28-30 сентября 2022 г.
Санкт-Петербург

Редакционная коллегия:

Г.П. Петров, доктор технических наук, профессор, ответственный редактор, ООО «ЭКАН»

А.В. Жигунов, доктор сельскохозяйственных наук, профессор, редактор, СПбГЛТУ

А.С. Дурова, кандидат сельскохозяйственных наук, редактор, СПбГЛТУ

Т.С. Рутковская, редактор, ООО «ЭКАН», ФГБНУ «Агрофизический научно-исследовательский институт»

Р.Ю. Антонов, редактор, ООО «ЭКАН», Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)

УДК 633.11 + 633.19 + 631.53.011

ГРНТИ 68.01.00, 68.03.01, 66.01.00

OECD 04.01.AH AGRICULTURE,
MULTIDISCIPLINARY

ББК 40.1 + 41.3

«Технологии. Метрология. Стандартизация»: Материалы II ежегодной международной научно-практической конференции [Электронный ресурс] / отв. ред. Г.П. Петров – Санкт-Петербург: Экан, 2022. – 60 с. Режим доступа: свободный. URL: <https://ekan.spb.ru/>

«Technology. Metrology. Standardization»: Proceedings of the IInd Annual International Scientific and Practical Conference / ed. G. Petrov. St. Petersburg: Ekan, 2022. – 60 p.

В сборнике представлены материалы докладов второй научно-технической конференции «Технологии. Метрология. Стандартизация». Тематика конференции посвящена вопросам разработки и внедрения новых технологий, их метрологического сопровождения и стандартизации в области приборостроения, и призвана объединить усилия сотрудников отраслевых научно-исследовательских институтов, учёных высших учебных заведений и специалистов крупнейших сельскохозяйственных лабораторий России и ближнего зарубежья. Сборник предназначен для работников сельскохозяйственной и пищевой отраслей.

Сборник рецензируемый.

The proceedings of the second scientific-technical conference «Technologies. Metrology. Standardization» are devoted to the development and introduction of new technologies, their metrological support and standardization in instrument engineering. The conference is intended to unite the efforts of research institutes, scientists of higher educational institutions and specialists of the largest agricultural laboratories in the Russia and neighboring countries. The proceedings are intended for employees of agricultural and food industries.

The proceedings are peer-reviewed.

ISBN 978-5-6049324-0-7

© ООО «ЭКАН», 2022

Содержание

Содержание.....	3
Предисловие	4
1. ТЕХНОЛОГИИ	6
<i>Антонов Р.Ю.</i> Экспресс-анализатор САПФИР. Возможные области применения	6
<i>Рутковская Т.С., Дурова А.С., Архипов М.В., Прияткин Н.С., Бачеригов И.В.</i> Пурка МЕРА для определения натуры зерна и посевных качеств семян	8
<i>Жигунов А.В., Фетисова А.А.</i> Влияние способов переработки лесосеменного сырья на посевные качества семян сосны обыкновенной.....	13
<i>Дурова А.С., Косарев Д.В.</i> Перспективы применения метода спектроскопии ближней инфракрасной области (БИК) при анализе почв и грунтов	17
<i>Апрелев А.В., Давыдова Е.В., Смирнов В.А.</i> Возможности использования спектрометров парамагнитного резонанса для определения наличия глифосата в зерновых культурах	25
2. МЕТРОЛОГИЯ.....	30
<i>Пашкевич М.К., Валиева О.А.</i> Опыт применения анализатора «Инфраскан-3150» для экспресс-исследования показателей качества рапса и продуктов его переработки.....	30
<i>Апрелев А.В., Смирнов В.А., Давыдова Е.В.</i> Таблица стандартных справочных данных оптической плотности синтетических красителей, применяемых в пищевой промышленности при производстве вина, соков, сокосодержащих напитков и кондитерских изделиях	36
<i>Архипов М.В., Прияткин Н.С., Гусакова Л.П., Щукина П.А., Потрахов Н.Н., Белецкий С.Л.</i> Функциональная рентгенография для диагностики качества и безопасности зерна	39
<i>Староверов Н.Е.</i> Рентгенографическая оценка биологической и хозяйственной неоднородности семян	43
3. СТАНДАРТИЗАЦИЯ	47
<i>Бундина О.И.</i> О проекте национального стандарта ГОСТ Р «Зерно. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области»	47
<i>Парфенова Е.Г., Молодых С.Н., Рутковская Т.С.</i> Оценка показателей точности метода спектроскопии в ближней инфракрасной области при определении влажности, белка, количества сырой клейковины в зерне	49
<i>Кукин М.Ю.</i> Стандартизация метода инфракрасной спектроскопии для актуализации стандартов хлебопекарной промышленности	54

Предисловие

Группа компаний «ЭКАН» – российское научно-производственное предприятие. Включает в себя компании ООО «ЭКАН», ООО «ЭКАН-Сервис», ООО «САПФИР».

История компании началась в 2005 году с разработки отечественного инфракрасного анализатора ИНФРАСКАН-105. Сегодня ЭКАН занимает лидирующее место на рынке отечественного лабораторного оборудования и работает в четырёх основных направлениях:

- инфракрасная спектроскопия
- влагометрия
- оптико-компьютерная диагностика
- вспомогательное лабораторное оборудование.

В основе наших разработок лежит, в первую очередь, реализация современных экспрессных методов проведения лабораторных исследований и анализов. Это зафиксировано в названии предприятия – ЭКАН (Экспресс Анализ).

В 2021 году ЭКАН организовал и с успехом провел первую международную научно-практическую конференцию «Технологии. Метрология. Стандартизация». Тематика конференции лаконично выражена в её названии.

В 2022 году мы собрались вновь для подведения итогов проделанной за год работы, обсуждения актуальных тем, поисков решения назревших проблем и определения планов совместной работы на будущее. Конференция призвана объединить усилия сотрудников отраслевых научно-исследовательских институтов, учёных высших учебных заведений и специалистов крупнейших лабораторий страны и ближнего зарубежья в области приборостроения.

Вторая международная научно-практическая конференция «Технологии. Метрология. Стандартизация» стала прямым продолжением первой. В этом году расширилась тематика научных докладов, появились новые имена. На пленарных заседаниях учёные и научные работники рассказали не только о том, что им удалось сделать за прошедший год, но обозначили новые направления своей деятельности. Приятно отметить, что к их числу можно отнести и сотрудников нашей компании – соискателей, аспирантов и студентов, ведущих активную научную работу в направлениях работы ГК ЭКАН.

Несомненным успехом конференции является то, что в ней принимают самое активное участие работники крупнейших в России производственных предприятий и холдингов, руководители лабораторий, технологи. Их выступления затрагивают самые насущные проблемы, всегда эмоциональны, вызывают живую дискуссию и надолго остаются в памяти.

В этом году существенно увеличился состав представителей ВУЗов – это профессора, преподаватели, научные работники, которые приехали к нам из прославленных учебных заведений России. Поскольку приборы и оборудование ГК «ЭКАН» всё чаще используют в процессе обучения студенты-бакалавры, а магистранты, аспиранты, докторанты выполняют необходимые научные исследования, в 2022 году компания ООО «ЭКАН-СЕРВИС», входящая в Группу компаний «ЭКАН», получила лицензию на осуществление образовательной деятельности. Считаем, что на третьей конференции 2023 года необходимо организовать круглый стол и по образовательной тематике.

Мы благодарны нашим друзьям и коллегам из Беларуси и Казахстана за то, что они принимают самое активное участие в наших мероприятиях. Наше общее прошлое является основой взаимодействия, наше будущее требует консолидации усилий и устранения разночтений и разногласий, особенно в областях стандартизации и метрологии.

Третий день конференции был посвящён практическим вопросам по разработке, эксплуатации и обслуживанию нашего оборудования. Он был необычайно насыщен разнообразными дискуссиями, также, мы много почерпнули для своих дальнейших разработок. Мы делились своими планами, и, благодаря прямому общению с людьми, которые эксплуатируют наше оборудование, получили много полезной информации для их реализации.

Уже сейчас можно констатировать, что организованное нами мероприятие существенно отличается от многих созвучных по направленности прежде всего остротой поднимаемых вопросов, открытостью обсуждения, направленностью на достижение конкретных и быстрых результатов. Такой подход соответствует нынешней быстро меняющейся ситуации.

Приглашаем всех, кто ознакомился с содержанием этого издания принять участие в третьей международной научно-практической конференции «Технологии. Метрология. Стандартизация», которая состоится в сентябре 2023 года в Санкт-Петербурге на базе ГК ЭКАН.

1. ТЕХНОЛОГИИ

Экспресс-анализатор САПФИР. Возможные области применения

Антонов Р.Ю.

Доклад о возможностях и преимуществах анализатора Сапфир необходимо начать с обсуждения методов визуального анализа на примере определения сорной и зерновой примесей. Эта процедура описана в ГОСТ 30483-97 и широко используется в российских лабораториях. Очевидно, что приведенный способ не отличается ни скоростью, ни удобством, ни масштабируемостью. Низкая скорость и удобство – известные проблемы метода, поэтому остановимся подробнее на масштабируемости. Здесь нужно привести два факта.

1. Многие зерновые лаборатории работают сезонно. Т.е. в период уборки работа постоянная, иногда в три смены, а вне сезона – работа периодическая.

2. Если ознакомиться с ГОСТом подробно, то можно обнаружить, что человек для анализа должен знать десятки видов видов примесей (зерновой и сорной).

Безусловно, есть люди, которые действительно различают все виды примеси, и многие умеют их разбирать. Но возникает вопрос – как подготовить столько квалифицированных специалистов для работы в тысячах лабораторий и в три смены? И желательно, чтобы они показывали одинаковые результаты. Таким образом очевидно, что проблема масштабируемости не может быть решена при сохранении органолептического метода анализа. Ее пытаются решить, используя труд временных сезонных работников, но, к сожалению, в сжатые сроки подготовить квалифицированных людей невозможно.

Это как раз одна из проблем, которую может решить внедрение оптико-компьютерного метода. Здесь все в порядке с масштабируемостью, т.е. если нужно обеспечить работу не в одну, а в три смены – прибор используется круглосуточно. Если нужно увеличить производительность – устанавливается два прибора и на этом проблема заканчивается.

Остановлюсь на результатах нашей работы. Разработан анализатор Сапфир. Мы начали с реализации анализа на сорную и зерновую примесь пшеницы. Прибор был показан на предыдущей конференции. Это был опытный экземпляр, сейчас представлена новая версия, которая изменилась внешне. Прибор стал больше, увеличилась емкость для зерна, в задней части установлен компьютер. Однако основные изменения произошли в программе.

Так как год работы на предприятиях показал – классические методы построения калибровок (регрессия, PLS) работают недостаточно стабильно. Поэтому мы пришли к использованию нейронных сетей. Это дает лучшие

результаты и позволяет достичь большей универсальности калибровок. Есть очевидный минус – данных для их построения нужно очень много. Речь идет о тысячах объектах для классификации. Например, для построения текущей калибровки на зерно пшеницы использовано около 50000 образцов зерна, зерновой и сорной примеси.

Это то, что касается сделанного. На наш взгляд, распространение оптико-компьютерного метода неизбежно, так как, во-первых, он имеет много плюсов (скорость, удобство, масштабируемость) и, во-вторых, подходящее время пришло. Сейчас развитие электроники, фотоники, компьютерной техники, математического аппарата позволяют нам решать задачи разработки и производства Сапфира за разумную стоимость.

Вместе с тем, понятно, что метод имеет некоторые противоречия с действующими нормами, в первую очередь, касательно вычисления результата. Согласно ГОСТу, процентные содержания сорной и зерновой примесей вычисляются по массе. Наш прибор ничего не взвешивает. Поэтому можно предложить два способа решения проблемы.

Первый способ. Если изучить смежную область – определение качества семян сельскохозяйственных растений (ГОСТ 12045, ГОСТ 12037, ГОСТ 12043, ГОСТ 52325 и др.), то можно заметить – примерно половина определяемых параметров измеряется в штуках на килограмм. При этом перечисленные ГОСТы используются давно, многие актуализированы и сомнений в том, что так можно работать – нет.

Второй способ основан на том, что львиная доля примесей, встречающихся в зерне – органика, состоящая из жира, белка, клетчатки, крахмала. Относительные плотности этих компонентов и их соотношения для разного вида зерна известны. Соответственно, на их основе легко вычисляются относительные плотности разных видов примесей.

По факту это все известные данные. Например, они приведены в учебнике «Зерноведение» Н.П. Козьминой за 1947 г. В таблицах представлены относительные плотности основных зерновых культур, льна, подсолнечника, а также сравнительная таблица для нескольких типов пшеницы.

Второй способ для устранения противоречия с нормами мы считаем предпочтительным, так как он сохраняет существующие единицы измерения.

Выводы:

1. Сейчас подходящее время для внедрения метода оптико-компьютерной диагностики, так как мы имеем доступные аппаратные решения и математический аппарат.
2. Мы реализовали метод оптико-компьютерной диагностики в приборе Сапфир.

3. Были проведены испытания анализатора, в ходе которых созданы калибровочные модели для анализа пшеницы. Результатом этой работы будет партия из 10 приборов.
4. Область применения анализатора Сапфир может быть гораздо шире и не ограничивается анализом зерна.

Сведения об авторах

ФИО	Антонов Роман Юрьевич
Организация	ООО «ЭКАН»
Адрес организации	194021, ул. Политехническая, д. 22, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код	—
e-mail	roman.ekan@yandex.ru

Аннотация

В публикации рассматриваются особенности анализатора Сапфир. Были разработаны калибровочные модели на основе нейронных сетей для анализа процентного содержания примесей. Отмечено, что для калибровки не подошли методы регрессионного анализа и метод частных наименьших квадратов.

Ключевые слова: зерно, оптические свойства зерна, нейронные сети, автоматизация измерений.

УДК 633.11

Разделы рубрикатора ГРНТИ 68.03.03

Пурка МЕРА для определения натуры зерна и посевных качеств семян

**Рутковская Т.С., Дурова А.С.,
Архипов М.В., Прияткин Н.С., Бачериков И.В.**

В настоящее время производство семян не в состоянии обеспечить в полном объеме высококачественными семенами сельхозпредприятия. Не всегда семенного материала достаточно для посева на необходимых площадях. В этой ситуации возможность использовать партии производственного зерна в качестве семенного материала стала актуальной задачей.

При оценке качества зерна необходимо определить его технологические характеристики: натуру, влажность, содержание белка, клейковины, клетчатку, стекловидность, сорную и зерновую примеси. Для семян важными характеристиками их посевных качеств являются следующие параметры: ростовой потенциал (мониторинг показателей длины ростка и корня в процессе прорастания семян), всхожесть, энергия прорастания, жизнеспособность.

В отличие от определения технологических показателей качества зерна, исследования по определению посевных качеств более длительны и занимают от

трёх до десяти суток. Для более оперативной оценки посевных качеств семян необходимо разработать новые подходы.

Для решения этой задачи мы провели исследование, целью которого являлось нахождение связей между посевными качествами семян и технологическими характеристиками зерна пшеницы для выявления общих критериев оценки качества зерна и семян.

В ходе трёхлетнего полевого мелкоделячного опыта, проведённого в Меньковском филиале Агрофизического научно-исследовательского института в 2013-2015 гг, было сформировано 53 образца пшеницы сорта Дарья с различными технологическими характеристиками, охватывающими максимально возможный диапазон значений по каждому показателю.

Схема заложенного опыта представлена в таблице 1. Полученные образцы зерна/семян пшеницы с каждого варианта опыта были исследованы по ряду показателей (таблица 2).

Таблица 1. Схема расположения вариантов полевого опыта на поле (2014,2015гг)

Повторность	Варианты						
I	N ₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₃₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₆₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₉₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₁₂₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₁₅₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₁₈₀ P ₄₅ K ₆₀
II	N ₉₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₁₈₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₁₅₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₆₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₃₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₁₂₀ P ₄₅ K ₆₀
III	N ₁₅₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₁₂₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₃₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₁₈₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₉₀ P ₄₅ K ₆₀	N ₆₀ P ₄₅ K ₆₀

Таблица 2. Перечень показателей

Группа показателей	Показатели
Технологические	Натура, белок, жир, клетчатка, количество и качество клейковины, масса 1000 зёрен, стекловидность
Химический состав	Содержание фосфора, кальция, калия, магния, серы и зольность
Морфометрические	Группа характеристик, определяющих размер, форму и цвет зерна
Рентгенографические	Скрытое прорастание, трещиноватость, поврежденность клопом вредная черепашка, энзимомикозное истощение (ЭМИС)
Посевные	Энергия прорастания, всхожесть, длина ростка и корня

В ходе корреляционного анализа полученных данных были установлены связи между различными группами показателей, в том числе между группой технологических показателей и посевных. Результаты представлены в таблице 3.

Наиболее значимые корреляционные зависимости выявлены по показателю натура (от $r = 0,32$ до $r = 0,77$). При этом наиболее сильная степень корреляции выявлена между натурой и длиной ростка. Степень корреляции 0,77.

В нашем исследовании были изучены характеристики, определяющие форму зерна. Было установлено, что большинство параметров зерна пшеницы, в том числе натура и длина ростка, со средней степенью корреляции связаны с

формой зерна. В частности, между округлостью зерна и натурой установлена отрицательная связь. ($r = -0,40$). Информация об этой закономерности встречается в научной литературе.

Таблица 3. Результаты корреляционного анализа технологических характеристик зерна и посевных качеств семян, при $p < 0,05$

Посевные качества	Технологические				
	Масса 1000 зерен, г	Натура, г/л	Белок, % а.с.в	Количество клейковины, %	Качество клейковины, ед.ИДК
Энергия прорастания, %	0,19	0,58	0,20	0,24	0,15
Всхожесть, %	0,11	0,32	0,01	0,02	-0,11
Длина корня, мм	0,31	0,67	0,20	0,25	0,15
Длина ростка, мм	0,30	0,77	0,24	0,34	0,23

Так, например, исследования, проведённые канадскими биохимиками Hlynka, W. Bushuk, показали, что форма зерна и однородность размеров влияют на натурную массу, так как именно эти два фактора определяют характер расположения зерна в сосуде. При этом размер зерна практически не влияет на этот показатель.

С формой зерна коррелируют и посевные качества. Нами было установлено, что длина ростка связана с округлостью отрицательно ($r = -0,47$). Это зависимость подтверждается учёными Макрушиным Н.М. и Еськовым О.В., которые установили, что наиболее объективным параметром оценки качества семян является их форма, определяемая соотношением геометрических размеров – длина, ширина, толщина.

Таким образом, в нашем исследовании был выявлен комплекс показателей (натура, округлость зерновки и длина ростка), который является перспективным для применения на практике. Зависимость между формой зерен пшеницы; длиной ростка и натурой изображена на рисунке.

Исходя из вышеизложенного можно сделать следующий вывод: в качестве семян возможно использовать партии зерна с натурой более 780 г/л, партии зерна с натурой менее 780 г/л целесообразно использовать для зернопереработки.

Натура зерна определяется массой 1 л зерна, выраженной в граммах. Метод определения натуры изложен в ГОСТ 10840-2017, который предусматривает использование литровой пурки.

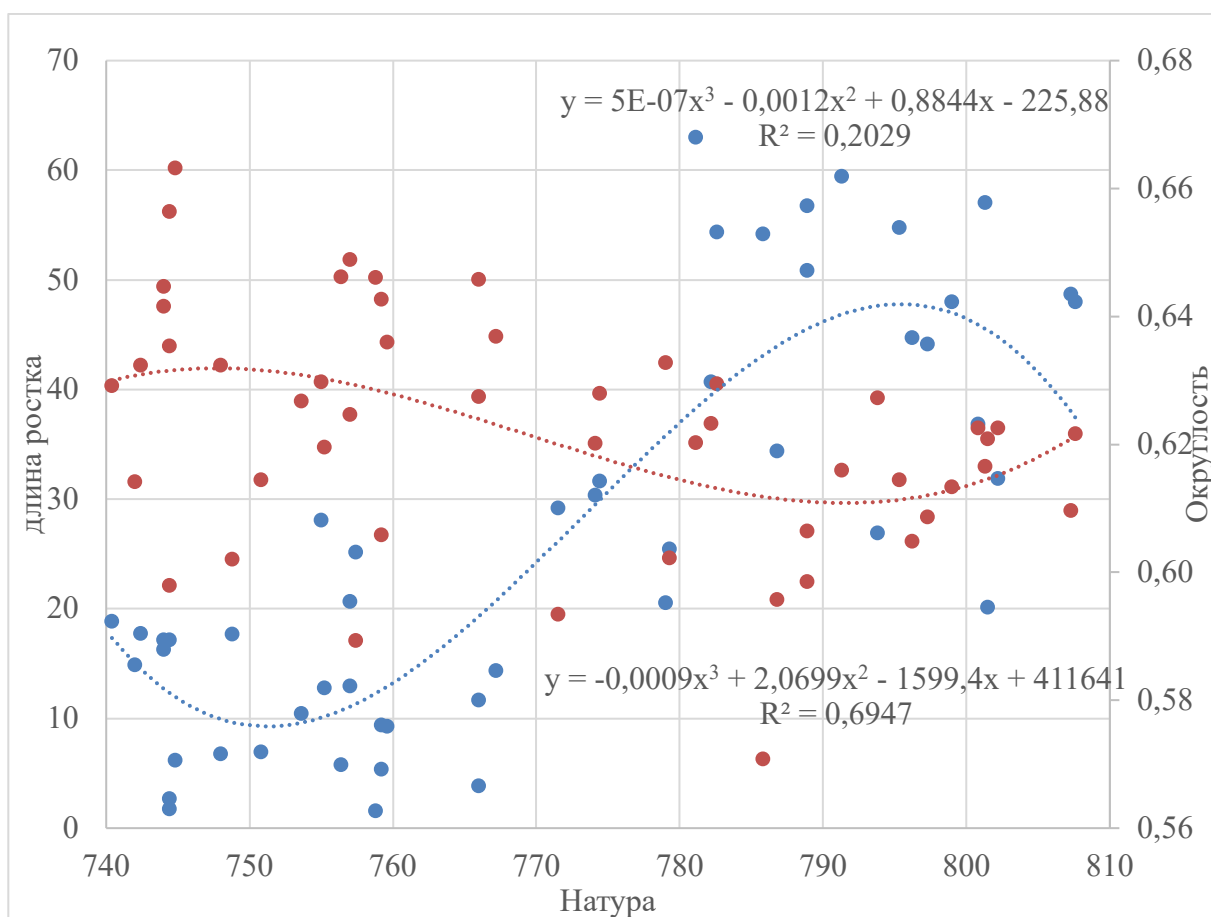


Рисунок. Связь показателей натуры зерна, округлости зерновки и длины ростка

В 2022 году были в лабораториях были завершены испытания нового прибора ГК «ЭКАН» для определения натуры пурка «МЕРА» и в настоящее время идёт процедура внесения новой пурки в государственный реестр средств измерений. Изделие отличается от существующих не только более точной воспроизводимостью результатов измерений (соответствует эталонным приборам этого класса), но и существенно упрощает и ускоряет сам процесс измерений, который занимает не более 10 минут. Первая партия приборов пурка «МЕРА» появится в продаже в этом году.

Установленная нами зависимость между натурой и длиной ростка позволяет использовать натуру как показатель, характеризующий посевные качества зерна пшеницы и отражающий их ростовой потенциал. В частности, длина ростка (степень корреляции с натурой составляет 0,77), отражает биологическую полноценность семян и позволяет прогнозировать полевую всхожесть более объективно, чем стандартный метод оценки всхожести.

Подтверждение данной взаимосвязи на других сортах пшеницы позволит использовать метод определения натуры в качестве экспресс теста по определению посевных качеств семян.

Библиографический список

1. Архипов М.В., Гусакова Л.П., Виличко А.К., Прияткин Н.С., Белецкий С.Л. Комплексная оценка технологической и хозяйственной пригодности зернового материала. / Междунар. науч. сб. «Инновационные технологии производства и хранения материальных ценностей для государственных нужд», вып. III. М., 2015. С. 25-37
2. Доспехов, Б.А. Методика полевого опыта: (с основами статистической обработки результатов исследований) / Б.А. Доспехов. – Изд. 4-е, перераб. и дополн. – М.: Колос. – 1979. – 416 с.
3. Рутковская Т.С., Архипов М.В., Пасынкова Е.Н., Прияткин Н.С., Конончук П.Ю., Кочерина Н.В., Симон К.В. О связи посевных качеств семян и биохимических показателей качества зерна яровой мягкой пшеницы // Агрофизика. – 2022. – № 1. – С. 42-48. – DOI 10.25695/AGRPH.2022.01.07.
4. ГОСТ 10840-2017. Зерно. Метод определения натуры. – Введ. 2019-01-01. – Межгосударственный стандарт, 2019.- 9 с.
5. ГОСТ Р 52325-2005. Семена сельскохозяйственных растений. Сортные и посевные качества. Общие технические условия. – Введ. 2006-01-01. – Национальный стандарт, 2009.- 20 с.

Сведения об авторах

ФИО Рутковская Татьяна Сергеевна
Организация ООО «ЭКАН»
Адрес организации 194021, ул. Политехническая, д. 22, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код —
e-mail tatiana-ekan@yandex.ru

ФИО Дурова Анастасия Сергеевна
Организация Санкт-Петербургский государственный лесотехнический университет имени С.М. Кирова
Адрес организации 194021, Институтский пер., д. 5, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код 6704-5792
e-mail soil@inbox.ru

ФИО Архипов Михаил Вадимович
Организация ФГБНУ «Агрофизический научно-исследовательский институт»
Адрес организации 195220, Гражданский проспект, д. 14, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код 8305-0124
e-mail agrorentgen@mail.ru

ФИО Прияткин Николай Сергеевич
Организация ФГБНУ «Агрофизический научно-исследовательский институт»
Адрес организации 195220, Гражданский проспект, д. 14, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код 9407-7573
e-mail prini@mail.ru

ФИО	Бачериков Иван Викторович
Организация	Санкт-Петербургский государственный лесотехнический университет имени С.М. Кирова
Адрес организации	194021, Институтский пер., д. 5, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код	7210-3600
e-mail	bacherikov_iv@spbftu.ru

Аннотация

В публикации рассматриваются особенности рентгенографического метода контроля качества семян. При разработке новой нормативной базы для оценки качества зерна следует учитывать морфологические, рентгенографические и морфофизиологические характеристики.

Ключевые слова: зерно, пшеница, корреляционный анализ, натура, посевные качества семян.

УДК 633.11

Разделы рубрикатора ГРНТИ 68.03.03

Влияние способов переработки лесосеменного сырья на посевные качества семян сосны обыкновенной

Жигунов А.В., Фетисова А.А.

Введение

Лесное семеноводство является одним из основных направлений лесохозяйственной деятельности, в задачи которого входит организация процессов, направленных на получение лесных семян с высокими посевными качествами и ценными наследственными свойствами. По данным Рослесхоза в Российской Федерации более 80% всех лесокультурных работ производится с использованием посадочного материала, выращенного из семян мелкохвойных пород или посевом таких семян [5]. Традиционным способом переработки лесосеменного сырья таких пород является сушка в различных по конструкции шишкосушилках. При этом технология переработки лесосеменного сырья должна быть направлена на максимальный выход чистых семян с сохранением их исходных посевных качеств.

Совершенствование технологических процессов выращивания посадочного материала в питомниках в настоящее время идет по трем направлениям:

I. Первое предусматривает перешколивание сеянцев с использованием школьных сажалок ЭМИ-5, СШ-3/5; весьма перспективна ориентация на применение орудий с автоматизированной подачей). Выход саженцев хвойных пород с 1 га – от 180 до 450 тыс. шт.

II. Второе предусматривает перешколивание малообъемных контейнеризированных сеянцев (сеянцы ЗКС, объем кома до 100 см³, срок выращивания 4-6 недель) с использованием сажалок с автоматической подачей сеянцев. Более высокая приживаемость, меньшая послеосадочная депрессия, возможность летней посадки, сокращение срока выращивания крупномерных саженцев. Выход саженцев хвойных пород с 1 га – от 180 до 450 тыс. шт.

III. Выращивания саженцев (или укрупненных сеянцев) без перешколивания. Технология основана на применении сеялок точечного высева и обязательной подрезки корней у сеянцев второго и третьего года выращивания. Это направление требует высокой культуры производства, а также тщательной обработки почвы. Выход посадочного материала с 1 га может достигать 600-700 тыс. шт.

Точечный высев (посев с адресом) обеспечивает экономию семян, образование благоприятных экологических условий для роста растений, наилучшего размещения их по площади, возможность за счет дополнительных агроприемов получить крупный посадочный материал. Однако для применения точечного высева семян требуются семена с высокими показателями грунтовой всхожести 95-98%.

Целью исследования являлось определение посевных качеств семян сосны обыкновенной, полученных при разных температурных режимах сушки шишек (40°C и 60°C), а также анализ эффективности дополнительного смачивания шишек водой для увеличения выхода семян при повторной сушке.

Материалы и методы. Шишки сосны обыкновенной заготавливали на объектах лесосеменной базы Ленинградской области – лесосеменных плантациях (ЛСП) и постоянных лесосеменных участках (ПЛСУ) в Тихвинском и Гатчинском лесничествах.

Для эффективного извлечения семян из шишек сами шишки необходимо просушить. Раскрытие защитных чешуек шишек предполагает сушку с попутным удалением влажности.

Сушка шишек на каждом этапе извлечения семян проводилась в сушильном шкафу при заданной температуре и удаление влаги в течение 12 часов. Смачивание шишек водой после сушки при температуре 60°C проводили двукратным опрыскиванием водой их ранцевого опрыскивателя, доводя массу образца шишек до массы, которую имел образец шишек перед сушкой при температуре 40°C.

После извлечения семян из шишек их обескрыливали ручным способом, при этом чистота семян была близкой к 100%. Посевные качества семян определяли общепринятыми методами согласно ГОСТ [1-4]. Полученные результаты представлены в таблице (табл. 1).

Результаты

Таблица 1. Посевные качества семян сосны обыкновенной в зависимости от способа переработки лесосеменного сырья

Место заготовки шишек	Температура сушки, °С	Выход семян, %	Масса 1000 шт, г	Энергия прорастания, %	Всхожесть, %	Класс качества семян
ЛСП Тихвин	40	0,36	5,98	66,0	92,0	I
	60	0,06	4,70	38,5	73,0	III
	60 + H ₂ O	0,25	5,62	1,0	64,5	III
ПЛСУ Тихвин	40	0,33	6,39	61,0	91,5	I
	60	0,18	5,34	36,5	85,5	II
	60 + H ₂ O	0,36	5,38	6,5	73,5	III
ПЛСУ Гатчина	40	0,55	6,00	40,0	83,5	II
	60	0,35	5,60	10,0	75,0	III
	60 + H ₂ O	1,00	5,76	1,0	66,0	III
ЛСП Гатчина	40	1,04	5,78	8,5	85,5	II
	60	0,32	5,50	7,0	75,5	III
	60 + H ₂ O	0,38	5,66	0,0	54,5	—*

* семена некондиционные

Обсуждение и выводы

Самые высокие показатели посевных качеств семян сосны обыкновенной мы получили при режиме сушки до 40°C. В этой фракции семян во всех четырех образцах шишек наибольшая масса 1000 шт., наибольшая энергия прорастания и наибольшая всхожесть. При этом мы получаем семена I-II класса качества. Однако при сушке шишек при температуре 40°C мы извлекаем только около половины всех семян.

Повторное досушивание шишек сосны при температуре 60°C позволило нам получить вторую фракцию семян, в которой в среднем всхожесть уменьшается на 10,9%, а энергия прорастания семян – в два раза, а класс качества семян понизился до II-III. При этом следует отметить большой диапазон по дополнительному выходу семян из шишек от 17 до 63%.

Более полное раскрытие семенных чешуй шишек сосны при смачивании их водой в процессе сушки позволило увеличить выход семян. Дополнительный выход семян может даже превышать выход семян при первичной сушке при 60°C. Однако при этом посевные качества семян могут резко ухудшиться, выше III класса качества семян мы не получили ни в одном образце шишек и имеется вероятность получить некондиционную фракцию семян.

Таким образом, изменяя режим сушки шишек сосны обыкновенной мы можем получать семена различного класса качества. Сушка шишек сосны обыкновенной при температуре до 40°C может быть рекомендована для получения семян со всхожестью более 90%, которые целесообразно

использовать в сеялках точечного высевы при выращивании контейнеризированных сеянцев.

Повышение температуры сушки шишек сосны обыкновенной до температуры 60°C и увлажнение их водой для повторной сушки значительно увеличивает выход семян, однако при этом посевные качества семян могут ухудшаться. Эти фракции семян могут использоваться для выращивания сеянцев в посевных отделениях питомников.

Для повышения выхода семян сосны обыкновенной из базальной части шишек без снижения их посевных качеств требуется разработка специальных режимов сушки шишек и повторного их увлажнения их водой.

Библиографический список

1. ГОСТ 13056.2—89 Семена деревьев и кустарников. Методы определения чистоты. – 23 с.
2. ГОСТ 13056.4—67 Семена деревьев и кустарников. Методы определения массы 1000 семян. – 3 с.
3. ГОСТ 13056.6—97 Семена деревьев и кустарников. Метод определения всхожести. – 31 с.
4. ГОСТ 14161—86 Семена хвойных древесных пород. Посевные качества. Технические условия. – 11 с.
5. Федеральное агентство лесного хозяйства / Статистика. Информация о семенах лесных растений, используемых на территории Российской Федерации. – URL: <https://rosleshoz.gov.ru/activity/seedfarm/stat?f3dbb68669e3bdc03113b209feeb907d> (дата обращения: 11.04.2022).

Сведения об авторах

ФИО	Жигунов Анатолий Васильевич
Организация	Санкт-Петербургский государственный лесотехнический университет имени С.М. Кирова
Адрес организации	194021, Институтский пер., д. 5, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код	6704-5792
e-mail	a.zhigunov@bk.ru
ФИО	Фетисова Анна Александровна
Организация	Санкт-Петербургский государственный лесотехнический университет имени С.М. Кирова
Адрес организации	194021, Институтский пер., д. 5, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код	5977-9692
e-mail	feti-anna@mail.ru

Аннотация

В публикации рассматриваются особенности оптимальной заготовки лесных семян сосны обыкновенной. Для повышения выхода семян сосны обыкновенной из базальной части шишек без снижения их посевных качеств требуется разработка специальных режимов сушки шишек и повторного их увлажнения их водой.

Ключевые слова: сосна обыкновенная, *Pinus sylvestris* L., семена, шишки, заготовка шишек.

УДК 630.181

Разделы рубрикатора ГРНТИ 68.47.01

Перспективы применения метода спектроскопии ближней инфракрасной области (БИК) при анализе почв и грунтов

Дурова А.С., Косарев Д.В.

Введение

Растения – автотрофные организмы, обитающие сразу в двух средах обитания наземно- воздушной и почвенной. Поэтому в исследованиях связанных с изучением сельскохозяйственных культур часто говорится о системе почва-растение или почва-растение-зерно. Данное понятие введено чтобы показать тесную взаимосвязь между условиями формирования почвы, характеристиками выращиваемых культур и их конечной урожайностью [1].

Но есть менее очевидная сторона данной взаимосвязи. Помимо того, что почва – среда обитания растений, она же и основной субстрат – источник минералов и органических соединений, основа для жизни микробиологического комплекса. Она – основной пул всех химических соединений, которые сразу или пройдя ряд биохимических превращений могут быть усвоены растениями [17].

Большинство исследований сельскохозяйственной отрасли учитывает взаимосвязи в системе почва-растение, но при этом четко разделяет характеристики почвы (субстрата), состав зеленой биомассы растений и состав полученного урожая.

Данное разделение полезно при исследовании конкретного объекта, но приводит к усложнению восприятия системы в целом. Так, в таблице 1 приведен список характеристик, определяемых при оценке качества зерна и плодородия почв в почвах, растительной биомассе и получаемом зерне. Как видно из таблицы, ряд характеристик, исследуемых в почве, по методикам, применяемым в их исследовании, частично соответствует параметрам, изучаемым в зерне.

Дело в том, что растения, в ходе роста и развития, добывают неорганические соединения из почвенного раствора, воздушной или водной среды, а затем при помощи энергии, полученной в ходе фотосинтеза, синтезируют углеводороды. То есть растения – сложноорганизованный биологический фильтр, отделяющие необходимые им вещества из почвы и почвенного раствора [18].

Таблица 1. Основные характеристики, определяемые в почве/ зерне (сопоставление показателей по условно схожим методикам)

Почва наиболее распространенные агрохимические характеристики (определение плодородия по ГОСТ 17.5.1.03-86 и Методика расчета показателя почвенного плодородия приказ Минсельхоза России от 06.07.2017 № 325)	Зерно пшеницы (по ГОСТ 9353–90 и наиболее типичные)/ Биомасса растений (комбикорм)
Внешние показатели/технологические показатели	
Гранулометрический состав	выровненность
—	типовой состав ГОСТ 10940-64 Зерно. Методы определения типового состава
Наличие включений	наличие примесей и проросших зерен
влажность	Влажность ГОСТ 13586.5-93 Зерно. Метод определения влажности
—	Запах и цвет ГОСТ 10967-90 Зерно. Методы определения запаха и цвета
цвет	
Агрохимические показатели/ мукомольные свойства	
Содержание общего азота и его соединений	массовая доля и качество клейковины (отношение количества сырой клейковины к суммарному белку) ГОСТ 13496.4-84 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина ГОСТ 26180-84 Корма. Методы определения аммиачного азота и активной кислотности (pH)
—	число падения, ГОСТ 27676-88.
—	Стекловидность ГОСТ 10987-76 Зерно. Методы определения стекловидности
Плотность и ненарушенная структура	Натура зерна, ГОСТ 22163-76 Рис. Метод определения плотности
содержание гумуса, зольность (торфов)	Зольность ГОСТ 10847-74 и ГОСТ 13496.14-87 Комбикорма, комбикормовое сырье, корма. Метод определения золы, не растворимой в соляной кислоте
содержание подвижных форм фосфора (P2O5), содержание обменного калия (K2O). по методу Чирикова в ГОСТ 26204-91	ГОСТ 28902-91 Корма для животных. Спектрофотометрический метод определения общего содержания фосфора
Степень засоления почв	ГОСТ 13496.1-2019 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания натрия и хлоридов
кислотность почв (pH), ГОСТ 26483-85	Методы определения кислотного числа и кислотности ГОСТ 31933-2012

Вернемся к химическому составу компонентов в системе «почва – растение». Дело в том, что основные агротехнические характеристики, анализируемые в почвах, являются одними из основных факторов, влияющих на объём и качество урожая.

В основном, биохимический состав характеризуется при определении различных форм и соединений основных органогенных элементов (Углерода, кислорода, водорода и азота) ниже даны методики, соответствующие определению соединений основных элементов в почве и растениях. Данное сопоставление призвано не к подмене понятий и методик, но к указанию возможности адаптации методик уже разработанных для анализа параметров зерна и биомассы при применении метода спектроскопии ближней инфракрасной области (БИК) в области анализа почв, грунтов, удобрений.

Водород и кислород – элементы доступные практически в любой среде. Их содержание в неорганической форме в сильно упрощенной форме можно охарактеризовать наиболее простыми показателями это влажность и кислотность (показатель pH – величина, характеризующая меру активности ионов водорода в растворе). Методы их измерения едины и изменяются только в связи с разной структурой испытываемого образца.

Углерод. Содержание углерода чаще всего ассоциируется с понятием Зольность. Ее определяют во всех видах растительного сырья и в почвах/грунтах/торфах. Зольность в почве также важный показатель, измеряемый по ГОСТ 27784-88, а в зерне ее оценивают по ГОСТ 10847-2019.

Однако для почв более информативен при оценке агрохимических характеристик почв параметр содержания органического углерода, определяемый по ГОСТ 26213-91 Методы определения органического вещества «Определение гумуса почвы по методу И. В. Тюрина» этот метод основан на окислении органического вещества почвы хромовой кислотой до образования углекислоты. Это одна из самых распространённых методик, применяемых агрохимиками. При этом есть методики позволяющие пересчитать Содержание золы в углерод [16]. При оценке почвенного плодородия данные коэффициенты применяют только в научных исследованиях так как гостированных коэффициентов перевода не существует.

Азот. По стандартным методикам в почвах определяют содержание азота в различных соединениях (аммонийного, нитритного, нитратного и общего) по ГОСТ 26107-84, ГОСТ Р 53219-2008 и др.; в зерне определяют общий азот (содержание белка ГОСТ 9353–90 и клейковины).

Датский химик Йохан Кьельдаль создал метод определения общего азота ещё в 1883 году. С тех пор принципиально в методе ничего не поменялось — полученные результаты отличаются точностью и хорошей воспроизводимостью.

Определение азота в пробе проходит в три этапа:

1. Органическую пробу, особым образом подготовленную, нагревают с серной кислотой в присутствии катализатора. При этом связанный азот (в виде амино-, амидо-, нитро-, нитрозо-, азо-, азокси-групп) переходит в сульфат аммония. Этот процесс называется озолением или минерализацией.
2. Затем полученный раствор подвергают воздействию концентрированной щёлочи. В результате реакции высвобождается аммиак. Полученный аммиак отгоняют в приёмную колбу, в которой находится борная кислота, связывающая его в лабильный комплекс.
3. На третьем этапе анализа полученный аммиак титруют серной или азотной кислотой. Полученные результаты титрования используют для вычисления массовой доли общего азота и дальнейших расчётов (например, количества общего белка).

Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля приведены в ГОСТ 26889-86 В нём приведены рекомендации по проведению анализа и указано, что отдельные моменты могут быть приведены в более специализированных стандартах. Так ГОСТ 34454-2018 распространяется на молочную продукцию; ГОСТ 34536-2019 распространяется на молоко; ГОСТ 25011-2017 распространяется на мясо и мясные продукты; ГОСТ 34111-2017 распространяется на фруктовые и овощные соки; ГОСТ Р54662-2011 распространяется на сыры; ГОСТ 10846-91 распространяется на зерно и продукты его переработки; ГОСТ 13496.4-2019 и ГОСТ 32044.1-2012 распространяются на корма и комбикорма; Фармакопея XIV издание (раздел ОФС.1.2.3.0011.15) распространяется на лекарственные средства и устанавливает определение массовой доли азота [21].

В итоге, полученные результаты анализа выражают в пересчёте на азот. Если делается пересчёт на содержание общего белка, то обязательно указывают коэффициент пересчёта. Этот коэффициент и формулировки расчёта будут зависеть от стандарта, по которому проводятся измерения. При этом определяется азот в пробе почвы или в биомассе массы растения – общий принцип метода одинаков.

Таким образом, во всей системе «почва – растение – зерно» есть параметры, контролируемые по сходным методикам, при этом все эти параметры уже возможно проанализировать не только приведенными ранее классическими методами, но и при помощи метода спектроскопии ближней инфракрасной области [20].

При этом немаловажную роль играет скорость определения форм азота и углерода – работая по наиболее распространенным методикам, как в почвоведении, так и при определении параметров зерна или свойств

растительной биомассы мы видим, что наиболее трудоемкие для определения характеристики связаны с содержанием различных форм азота и углерода. Также многие из них требуют применения прекурсоров.

В настоящий момент средняя скорость определения указанных характеристик как зерна и почвы в лабораториях составляет 2 недели от момента доставки пробы в лабораторию до получения заключения акта. Не всегда есть возможность ждать получения данных столь длительный период.

Однако применение метода спектроскопии ближней инфракрасной области позволяет сократить время оценки характеристик пробы зерна в несколько десятков раз. Один анализ пробы зерна занимает (2 минуты) и позволяет ряд параметров за один цикл измерений, это – Азот общий белок, рН, Углерод и влажность.

Перенеся опыт, полученный при испытании зерна и биомассы растений, было выдвинуто предложение о возможности применения данной методики при оценке тех же показателей в почвенных образцах.

Особенностями оценки почв в том, что при агрохимической оценке рассматриваются разные соединения данных элементов. Углерод агрохимиков интересует органический, а азот не только в общей, но и в аммиачной (аммонийной), нитритной и нитратной формах.

В настоящий момент сотрудниками ООО «ЭКАН» разрабатываются способы адаптации методик для использования метода спектроскопии ближней инфракрасной области (БИК) при анализе почв и грунтов.

По результатам проведенных исследований, по данной методике сейчас установлена и апробирована возможность корректно определять следующие показатели почв: рН; Сорг. (гумус); Влажность; Зольность; Азот нитратный; Азот нитритный. В настоящий момент разрабатываются методики для определения общего и аммиачного азота. Далее остановимся на результатах работы, связанных с определением нитратного азота.

Как и в других методиках, для работы с методом БИК-спектроскопии необходимо провести пробоподготовку. Для корректной работы калибровок по этой методике предварительная химическая подготовка проб не нужна, но необходимо произвести размол анализируемой пробы на ультразвуковой мельнице. Затем проба помещается в Инфраскан. Весь анализ занимает менее 10 минут. Пересчет результатов не нужен. Прибор автоматически выдаст содержание вещества (мг/кг пробы)

В качестве иллюстрации работы методики ниже дан график, показывающий работу разработанной градуировочной модели для определения содержания нитратного азота (Рис. 1). На нем соотнесены точки, полученные в ходе анализа почв ИК-методом с градуировочным графиком, построенным для

фотометрического метода определения массовой доли азота нитратов в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, отходов производства и потребления (ПНД Ф 16.1:2:2.2:3.67-10).

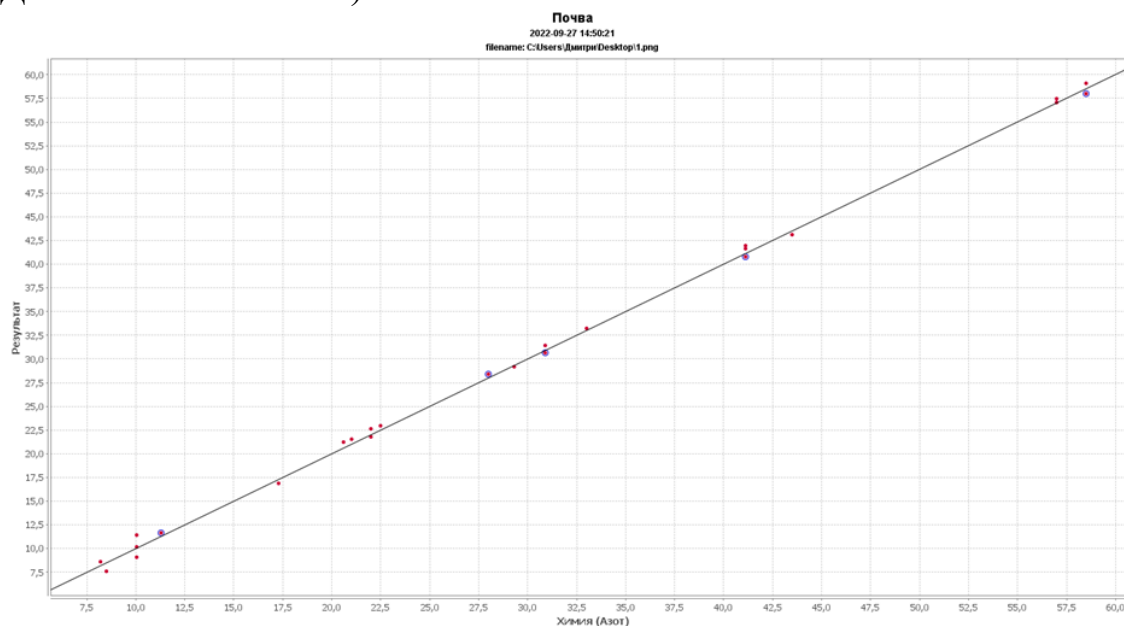


Рисунок 1. Сравнение результатов оценки содержания нитратного азота по БИК-методу с градировочным графиком, построенным для фотометрического метода

Как видно на графике погрешность измерений позволяет свободно взаимно заменять указанные методики определения нитратного азота.

В основе методики БИК – спектроскопии лежит поглощение определенными молекулярными связями соответствующих длин волн инфракрасного цвета. При анализе отражения подготовленного образца прибор строит зависимости между оптическими плотностями, относительно заслонки на соответствующих длин волн и концентрацией того или иного компонента. При этом характеристики получаемых зависимостей напрямую зависят от качественного состава образца. По представленным данным видно (рис. 2), что образцы почв с разным содержанием в том числе нитратного азота показали два разных спектра. Зная содержание азота в каждом из образцов нетрудно соотнести разницу в спектрах с содержанием образца в анализируемой пробе.

Выводы

Таким образом, в ходе работы установлена возможность применения метода БИК-спектроскопии при определении следующих показателей почв: pH; С орг. (гумус); Влажность; Зольность; Азот нитратный; Азот нитритный.

В настоящий момент разрабатываются методики для определения общего и аммиачного азота. После полного цикла разработки, период работы прибора для оценки всех указанных характеристик в почве займет около 5-7 минут с учетом пробоподготовки

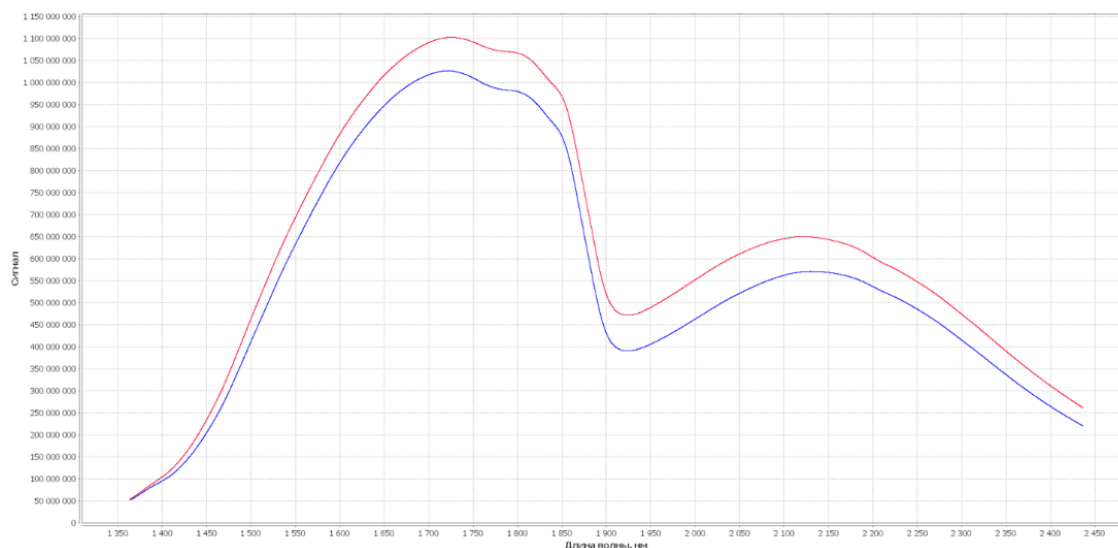


Рисунок 2. Сравнение спектров, полученных по БИК-методу, содержащих разные концентрации нитратного азота

Библиографический список

1. Азаренко Ю.А. Эколого-агрохимическая характеристика содержания микроэлементов в системе почва-растение в агроценозах Омского Прииртышья / Ю. А. Азаренко // Почвы и окружающая среда. – 2018. – Т. 1. – № 2. – С. 52-66. – DOI 10.31251/pos.v1i2.1. – EDN YVLWPZ.
2. Ворошкевич И.А. Применение современного оборудования при исследовании методом Кьельдаля / И. А. Ворошкевич, Р. Т. Тимакова // Сборник избранных статей по материалам научных конференций ГНИИ "Нацразвитие" : Материалы Международной научно-методической конференции, Международной студенческой научной конференции, Санкт-Петербург, 29–31 июля 2019 года. – Санкт-Петербург: Частное научно-образовательное учреждение дополнительного профессионального образования Гуманитарный национальный исследовательский институт «НАЦРАЗВИТИЕ», 2019. – С. 228-233. – EDN OHAFFV.
3. ГОСТ 10846-91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка
4. ГОСТ 10847-2019 Зерно. Методы определения зольности
5. ГОСТ 13496.4-2019 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина
6. ГОСТ 25011-2017 Изделия колбасные вареные мясные. Технические условия
7. ГОСТ 26213-91 (ГОСТ 23740-2016) Грунты. Методы определения содержания органических веществ
8. ГОСТ 26889-86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля
9. ГОСТ 26107-84 Почвы. Методы определения общего азота»
10. ГОСТ 32044.1-2012 Комбикорма полнорационные для сельскохозяйственной птицы. Общие технические условия
11. ГОСТ 34111-2017 Продукция соковая. Определение содержания азота методом Кьельдаля
12. ГОСТ 34454-2018 Продукция молочная. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля
13. ГОСТ 34536-2019 Молоко и молочная продукция. Определение массовой доли сывороточных белков методом Кьельдаля
14. ГОСТ Р 54662-2011 Сыры и сыры плавленые. Определение массовой доли белка методом Кьельдаля
15. ГОСТ Р 53219-2008 Качество почвы. Определение содержания нитратного азота, аммонийного азота и общего азота в воздушно-сухих почвах с помощью хлорида кальция в качестве экстрагирующего вещества
16. Ефремова Т. Т., Аврова Ф., Ефремов П. Сибирский лесной журнал. 2016. № 6. С. 73–83 Удк 631.417.1+631.445.124 Расчетный метод определения углерода. В торфах и моховых подстилках лесных болот. По зольности растительного субстрата Институт леса им. В. Н. Сукачева СО РАН

17. Звягинцев Д. Г. , Биология почв. Учебник / Д. Г. Звягинцев, И. П. Бабьева, Г. М. Зенова. – Москва : Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, 2005. – 445 с. – ISBN 5-211-04983-7. – EDN RBBNHL.
18. Кидин В. В. , Основы питания растений и применения удобрений : учебное пособие для студентов, обучающихся по направлениям 110100 "Агрохимия и агропочвоведение", 110200 "Агрономия" / В. В. Кидин ; В. В. Кидин ; М-во сельского хоз-ва Российской Федерации, Российский гос. аграрный ун-т - МСХА им. К. А. Тимирязева. – Москва : Изд-во РГАУ - МСХА им. К. А. Тимирязева, 2008. – 20 с. – ISBN 978-5-9675-0248-4. – EDN QLAJDZ.
19. Патент № 2288461 С2 Российская Федерация, МПК G01B 11/02, G01N 21/35, G01B 11/24. Способы и устройства для анализа образцов сельскохозяйственной продукции : № 2003116064/28 : заявл. 26.10.2001 : опубл. 27.11.2006 / С. Х. Модино, К. Л. Депперманн ; заявитель МОНСАНТО ТЕХНОЛОДЖИ ЛЛС. – EDN HJGUDB.
20. Химия и технология пищевых продуктов Применение метода корреляционного анализа при инфракрасной спектроскопии зерна // РЖ 19Р-1.. – 2006. – № 2. – EDN IHNRJP.
21. Фармакопея XIV издание (раздел ОФС.1.2.3.0011.15) распространяется на лекарственные средства и устанавливает определение.

Сведения об авторах

ФИО	Дурова Анастасия Сергеевна
Организация	Санкт-Петербургский государственный лесотехнический университет имени С.М. Кирова
Адрес организации	194021, Институтский пер., д. 5, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код	6704-5792
e-mail	soil@inbox.ru
ФИО	Косарев Дмитрий Викторович
Организация	ООО «САПФИР»
Адрес организации	194021, Политехническая ул, д. 6 стр. 1, помещ. н-1, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код	—
e-mail	dima.kosarev.ekan@yandex.ru

Аннотация

В публикации рассматриваются особенности применения метода спектроскопии ближней инфракрасной области при почвенном анализе. Установлена возможность использовать данный метод для экспресс-анализа содержания гумуса, рН, влажности, зольности, а также нитратного и нитритного азота.

Ключевые слова: БИК-спектроскопия, почва, экспресс-анализ.

УДК 633.11

Разделы рубрикатора ГРНТИ 68.03.03

Возможности использования спектрометров парамагнитного резонанса для определения наличия глифосата в зерновых культурах

Апрелев А.В., Давыдова Е.В., Смирнов В.А.

Россельхознадзор выражает обеспокоенность в связи с участвовавшими случаями выявления в 2020 году повышенного содержания гербицида глифосата в зерновой продукции, как ввозимой в Россию, так и экспортируемой из страны. По результатам проведенных проверок безопасности ввозимой в Россию зерновой продукции Россельхознадзором в 300 тыс. тонн соевых бобов, прибывших из Бразилии, выявлено превышение до 14,2 раз содержания глифосата от нормы, установленной требованиями технического регламента Таможенного союза ТР ТС 015/2011 «О безопасности зерна» в 0,15 мг/кг [1].

Глифосат – неселективный системный гербицид, использующийся для борьбы с сорняками, особенно многолетними. Это самый широко используемый во всем мире гербицид. Глифосат (и его соли) – вероятный канцероген в соответствии с IARC (Международное агентство по исследованию рака (МАИР) при Всемирной организации здравоохранения (ВОЗ), внесен международной организацией по борьбе с пестицидами PAN International в список особо опасных пестицидов [2].

Глифосат химически представляет собой соединение аминокислоты глицина и фосфоновой кислоты, что отражено в названии (Гли-Фос-ат). Он блокирует фермент растений, участвующий в синтезе трех ароматических аминокислот: фенилаланина, триптофана и тирозина, которые жизненно необходимы для активно растущего растения.

Глифосат обладает хелатирующими свойствами, то есть способностью связывать такие микроэлементы, как кобальт, цинк и марганец, делая их недоступными, и тем самым нарушая работу печени и почек. Основным метаболитом глифосата (АМФК) обнаруживали в 43,9% проб мочи людей из 18-ти стран Европы. Также его находили в пробах грудного молока матерей из Германии и США. Это может свидетельствовать о постоянном поступлении глифосата с пищей. Поэтому в последнее время в немалом количестве зарубежных публикаций медики бьют тревогу о возможном росте степени рисков развития многих возрастных заболеваний, причиной которых могло быть хроническое воздействие малых доз глифосата из продуктов питания [3].

Глифосат – запатентованный противомикробный препарат – антибиотик USPTO №7771736. Недавно выяснилось, что на глифосат есть патент как на антибиотик, что, кстати, скрывалось его производителями. Потому его использование существенно изменяет и микробный состав почвы, отражаясь на ее плодородии. Антибактериальные свойства глифосата, конечно, негативно

влияют на состав микробиоты кишечника человека и млекопитающих соответственно. Так, фермеры, занимающиеся выращиванием свиней, в Германии отмечают у взрослых особей увеличение частоты диареи [2].

Еще отмечается рост уродств и мертворождений у сельскохозяйственных животных, связанный с ростом процентного содержания глифосата в кормах, причем эта зависимость линейная.

В 2015 году ВОЗ признала глифосат вероятным канцерогеном для человека. Но до сих пор в мировой статистике не собрано достаточно данных для утверждения, что питание обычных людей предоставляемыми пищевой промышленностью продуктами безопасно в отношении остаточных количеств пестицидов в них. А представители корпораций, производящих эту «химию», могут пока спокойно выражать надежду, что ВОЗ все же пересмотрит свою позицию по глифосату и снимет с него обвинение в онкогенезе.

В странах Евросоюза разгорелась серьезная полемика в 2017 году, продлевать ли лицензию на применение глифосата в сельском хозяйстве. Из 28-ми стран союза 9 были против. И 27 ноября 2017 года эту лицензию продлили еще на пять лет несмотря на протесты общественности.

Раундап и его главный химический ингредиент глифосат были связаны в исследованиях с серьезными последствиями для здоровья. К ним относятся:

- Гормональные эффекты (известные как эндокринные нарушения или «гендерные» эффекты);
- Репродуктивные проблемы, например, выкидыши;
- Врожденные дефекты;
- Рак;
- Неврологические расстройства, например, болезнь Паркинсона [4].

Нормы содержания глифосата в пищевых продуктах, почве и воде в странах Таможенного союза определено в «Единых санитарно-эпидемиологических и гигиенических требованиях к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю)» (Глава II Раздел 15. «Требования к пестицидам и агрохимикатам») и для зерна в техническом регламенте Таможенного союза «О безопасности зерна» (ТР ТС 015/2011). Все вышеописанное про глифосат свидетельствует о необходимости контроля за его содержанием в сырье и продуктах питания.

В настоящее время действует Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 января 2018 г. N 167 «Об утверждении Концепции создания и развития метрологического обеспечения физико-химических измерений, выполняемых в области пищевой промышленности», который дает направления работ по созданию и развитию

метрологического обеспечения физико-химических измерений, выполняемых в области пищевой промышленности.

- «Органика»;
- «Биоанализ»;
- «Неорганика»;
- «Идентификация и фальсификация»;
- «Газы»;
- «Электрохимические и электрические характеристики, физические свойства и специальные показатели качества».

Все эти направления должны охватывать работы, обеспечивающие достоверность контролируемых характеристик пищевых продуктов на всех стадиях их жизненного цикла и включать:

- Разработку методов и средств контроля, в т.ч. отечественных портативных, мобильных стационарных, автоматизированных, полуавтоматических физико-химических анализаторов, специальных и универсальных физико-химических приборов.
- Разработку современных отечественных методов инструментального контроля сырья и пищевых продуктов на содержание веществ, обладающих каталитической активностью, в т.ч. экспресс-методов.
- Разработку современных отечественных методов инструментального контроля содержания неорганических компонентов в пищевых продуктах, в т.ч. экспресс-методов.
- Разработка комплекса методик контроля и методов метрологического обеспечения измерений содержания недопустимых веществ для целей выявления фальсификации пищевой продукции.

ЭПР-спектрометрия

В последние десятилетия заметно возрос интерес, как к научному, так и к прикладному применению ЭПР-спектрометрии. В период с 2007 по 2014 год был разработан и утверждён целый ряд стандартов, в основе которых лежит метод ЭПР. ГОСТы, основанные на ЭПР-спектрометрии, вошли в перечни стандартов, необходимых для исполнения требований технических регламентов Таможенного союза ТР ТС 021/2011 и ТР ТС 034/2013.

Оценка чувствительности и разрешающей способности ЭПР-спектрометров возможна только с использованием мер КПЦ и мер стандартного спектра (СС).

Во ФГУП ВНИИФТРИ проведена модернизация государственного первичного эталона единицы дифференциальной разностной парамагнитной восприимчивости ГЭТ 83-75 в 2014-2017 г.г.

В результате проведенной модернизации в 2017 году был утвержден усовершенствованный государственный первичный эталон единицы количества парамагнитных центров ГЭТ 83-2017, воспроизводящий единицу КПЦ в диапазоне значений КПЦ от 10^{14} до 10^{18} с метрологическими характеристиками (при доверительной вероятности $P = 0,99$) приведенными в таблице.

Таблица. Метрологические характеристики ГЭТ 83-2017

Диапазон значений КПЦ	S, %	Θ, %
$10^{16} - 10^{18}$	2,0	1,4
$10^{15} - 10^{17}$	3,0	4,8
$10^{14} - 10^{15}$	5,0	8,0

Анализ имеющихся методов показал, что практически все методы определения глифосата в зерновых культурах, в меде, в молоке, в воде основаны на методах высокоэффективной жидкостной хроматографии разных конфигураций.

Во ФГУП ВНИИФТРИ разработан метод на основе ЭПР спектрометрии.

- Разработан тестовый экспресс-метод определения глифосата в зерновых культурах на основе применения ЭПР спектрометрии.
- Метод значительно дешевле и проще, чем имеющиеся хроматографические методы, менее трудоемкий, экономически выгодный.
- Метод является НОУ ХАУ ФГУП ВНИИФТРИ.

Метод позволяет выявлять присутствие глифосата в зерновых культурах. Этот метод фактически выявляет ГМО зерно устойчивое к глифосату и может быть очень полезен при оценке качества импортируемого и экспортируемого зерна.

Библиографический список

1. <https://fsvps.gov.ru/ru/fsvps/news/39621.html>
2. <https://www.ripi-test.ru/8174-glifosat#C09>
3. Список особо опасных пестицидов: PAN International List of Highly Hazardous Pesticides (PAN List of HHPs). March 2019
4. <https://www.gmoseralini.org/паундап-основная-машина-для-убийств>

Сведения об авторах

ФИО	Апрелев Алексей Викторович
Организация	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
Адрес организации	141570, Московская область, Солнечногорский район, г.п. Менделеево, Россия
SPIN-код	4255-4508
e-mail	aprelev@vniifttri.ru

ФИО	Давыдова Елена Викторовна
Организация	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
Адрес организации	141570, Московская область, Солнечногорский район, г.п. Менделеево, Россия
SPIN-код	919-0056
e-mail	davydova@vniiftri.ru

ФИО	Смирнов Виталий Алексеевич
Организация	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
Адрес организации	141570, Московская область, Солнечногорский район, г.п. Менделеево, Россия
SPIN-код	—
e-mail	—

Аннотация

Рассмотрена проблема определения содержания глифосата в зерне. Описаны перспективные направления работ по созданию и развитию метрологического обеспечения физико-химических измерений, выполняемых в области пищевой промышленности. Разработан тестовый экспресс-метод определения глифосата в зерновых культурах на основе применения ЭПР спектроскопии.

Ключевые слова: глифосат, первичный эталон, качество зерна.

УДК 543.428:633.11(470.326)

Разделы рубрикатора ГРНТИ 90.27.37

2. МЕТРОЛОГИЯ

Опыт применения анализатора «Инфраскан-3150» для экспресс-исследования показателей качества рапса и продуктов его переработки

Пашкевич М.К., Валиева О.А.

Получение данных по показателям качества исследуемого сырья или продукта в реальном времени в производственном контроле является одним из главных факторов поддержания качества выпускаемой продукции на должном уровне и своевременного реагирования при выявлении несоответствий. Для достижения данной цели применение классических методов химического анализа не позволяет в короткий срок получить значения необходимых показателей качества, тем самым увеличивая возможность экономических затрат в случае несоответствия поступаемого сырья или выпускаемой продукции установленным нормам.

Для решения данной проблемы многие предприятия приобретают экспресс-анализаторы, тем самым сокращая время простоя автотранспорта от поставщика, возможности динамического отслеживания качества выпускаемой продукции и более быстрой организации ее реализации покупателю. На данный момент на рынке представлены различные экспресс-анализаторы, отличающиеся метрологическими характеристиками, способом детектирования сигнала, технологическим обслуживанием, их стоимостью и т.д.

На предприятие ООО «Сибирская олива», занимающемся переработкой масличных культур, был внедрен в производственный анализ один из таких приборов, который позволяет в реальном времени и без длительной пробоподготовки получить необходимые показатели качества. И это анализатор «Инфраскан-3150», проводящий измерения в ближней инфракрасной области спектра (далее бик-анализатор).

Сам комплекс по переработке семян рапса функционирует с 2019 года с постепенным увеличением производственной мощности и на данный момент является одним из крупнейших в Сибири. Так как в последнее время возделывание семян рапса обрело более широкие масштабы, что связано с селекцией новых сортов с уменьшенным содержанием глюкозинолатов и эруковой кислоты, позволяющих использовать его в пищу. Продукты переработки рапса находят применение в сельском хозяйстве, пищевой промышленности, в качестве биотоплива, в лакокрасочной промышленности и даже косметологии [1].

Получаемый в результате прессования рапса жмых все чаще применяется в кормлении птиц и сельскохозяйственных животных, являясь ценным

источником протеина, конкурируя при этом с соевым и подсолнечным. Содержание остаточного жира в жмыхе свидетельствует о технологии его производства и о количестве, которое необходимо будет учесть при составлении рациона животных и птиц в качестве питательной ценности.

Еще одним продуктом переработки рапса является масло, оно по содержанию питательных веществ схоже с оливковым. Одним из основных факторов, помимо качества семян, пошедших на прессование, влияющих на качество растительного масла и устойчивости его к окислению, является кислотное и перекисное числа [2]. Оперативный контроль которых при производстве обязателен.

Подведя итог вышесказанному, для поддержания вышеперечисленных показателей качества производственный контроль предприятия основан на анализе поступающих семян рапса от поставщика, принятия решения об их пригодности к дальнейшему хранению и переработке, а также оперативного исследования жмыха и масла рапсового, с дальнейшим контролем показателей качества во время их хранения и реализации.

В начале запуска производства проводилось сравнение между бик-анализатором «Инфраскан-3150» и другим импортным производителем, более дорогостоящим. Испытания показали, что полученные результаты и точность воспроизведения значений сопоставимы.

В дальнейшем совместно с сотрудниками ООО «ЭКАН» были отработаны существующие калибровочные методики, разработано и обчислено с помощью математических и статистических расчетов десять новых калибровочных моделей. Для лучшей точности результатов и сходимости значений калибровочные методики были разделены на сырье/продукт, по способу получения продукта и по диапазону значений. Так как было замечено, что при близких значениях, но разным способе получения продукта, что в следствии изменяло цвет образца, расхождения между результатами с химией увеличивались.

На сегодня реализована возможность определения следующих показателей качества исходя от объекта исследования представленных в таблице 1.

Градуировочные кривые для бик-анализаторов строятся по референтным значениям химии и снятым спектрам, сам прибор не производит прямого измерения, а лишь рассчитывает значения по предварительно построенным калибровочным графикам. Поэтому необходимо учитывать, что в большем случае ошибка определения значения на экспресс-анализаторе будет зависеть от точности определения показателей с помощью методов классической химии.

Таблица 1. Исследуемые показатели качества анализируемых объектов с помощью бик-анализатора «Инфраскан-3150»

Группа исследуемых объектов	Наименование методики	Наименование показателя	Примечание
Сырье	Рапс (размол) Ядро рапсовое Лузга/ шелуха рапса Сурепица (размол)	Влага, % Белок, % Масличность, %	
Промежуточный продукт	Жмых ядро 1 пресс Жмых рапс 1 пресс	Влага, % Протеин, % Жир, %	
Продукт	Жмых рапсовый 30 Жмых рапсовый 35 Жмых рапсовый 37 Жмых рапсовый 44 Жмых рапсовый (шелуха) Жмых сурепка	Влага, % Протеин, % Жир, %	
	Масло рапсовое (1 отжим) Масло рапсовое (2 отжим) Масло рапсовое (купаж)	Кислотное число Переокисное число Фосфорсодержащие соединения	Необходима коррекция данных

Далее на примере методики «Жмых рапсовый 30» будет представлена последовательность создания и при необходимости корректировки калибровочного графика, а также способы контроля достоверности получаемых результатов.

Изначально одним из главных критериев правильности выполнения анализа является однородность размола образца. Для этих целей была использована мельница «Вьюга-3М». Вариант измерения цельного продукта возможен, но воспроизводимость значений в данном случае будет ниже.

Для стандартизации процесса пробоподготовки и проведения анализа был применен один из элементов «Бережливого производства», такой как СОП (Стандартная операционная процедура). Благодаря которому удалось достичь одинакового воспроизведения анализа и сходимости результатов между лаборантами.

Далее для достижения высокой сходимости с химией при создании калибровочных графиков необходимо тщательно подобрать диапазон измеряемых значений. Для анализа полученных данных создавались сводная таблица и графики, представленные далее в виде таблицы 2 и рисунка.

Таблица 2. Сводная таблица по диапазону измерений показателей качества для включения их в калибровочный график

Наименование показателя	Массовая доля влаги и летучих веществ, %	Массовая доля сырого протеина, %	Массовая доля сырого жира, %
Количество образцов для включения в калибровочный график	58	58	58
Диапазон значений	3,6÷7,2	27,2÷34,5	17,9÷26,6
Коэффициент корреляции R^2	0,968	0,975	0,966

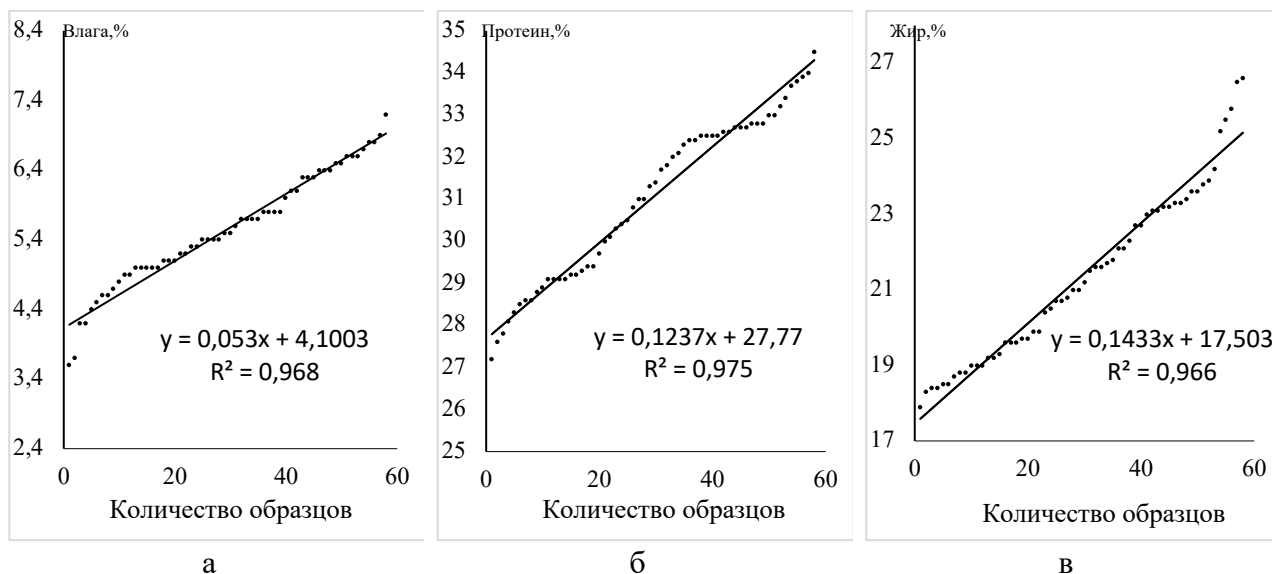


Рисунок. Диапазон значений показателей качества для дальнейшего построения калибровочного графика: а – содержание влаги, б – содержание протеина, в – содержание жира

После снятия контрольных спектров сотрудниками ООО «ЭКАН» проводятся математические расчеты для создания калибровочной методики. Далее после создания или обновления предыдущей методики необходимо сверить расхождения с контрольными образцами, в которых уже известны значения необходимых параметров, полученных с помощью химии. Пример оформления сверки данных представлен в виде таблицы 3.

В данном случае диапазон отклонений составил следующие значения, приведенные в таблице 4.

По полученным данным можно сделать вывод, что диапазон отклонений удовлетворяет метрологические характеристики [3]. В общей выборке значений встречаются единичные «выпады», но это не критично. Исходя из этого, можно говорить о возможности применения данной методики в оперативном контроле.

Для уверенности в правильности получаемых данных на экспресс-анализаторе необходимо периодически проверять сходимость значений контрольными образцами с заранее известными показателями. Данный

мониторинг позволит предотвратить сбои в работе оборудования и искажения получаемых данных.

Таблица 3. Сверка расхождений данных между химией и бик-анализатором после корректировки калибровочного графика

№ п/ п	"Мокрая химия"			БИК анализатор «Инфраскан-3150» калибровка от <u>12.05.2022</u>			Расхождение по отношению «Инфраскан- 3150» к "мокрой химии" калибровка от <u>12.05.22</u>		
	Влага, %	Сырой протеин , %	Сырой жир, %	Влага , %	Сырой протеин, %	Сырой жир, %	Влага	Сырой протеин , %	Сырой жир, %
1	5,2	32,6	21,7	5,5	32,6	21,5	0,3	0	-0,2
.....									
58	6,6	31,3	21	6,3	31,9	21,4	-0,3	0,6	0,4

Таблица 4. Диапазон отклонений от химии после корректировки калибровочного графика на бик-анализаторе «Инфраскан-3150»

Показатель	Влага, %	Сырой протеин, %	Сырой жир, %
Диапазон отклонений	-0,5÷0,6	-1,4÷0,9	-1,0÷0,6
Среднее значение отклонения от химии	0,1	-0,1	0,01
Среднеквадратичное отклонение (СКО)	0,3	0,4	0,4

Так для проверки воспроизводимости данных на приборе можно периодически в течение небольшого промежутка времени (3-5 дней) проводить измерение на анализаторе одного образца в разное время суток. Учитывая, что соблюдаются условия сохранения образца в первоначальном виде. Такой сверкой можно выявить сбои в работе, связанные с техническими характеристиками прибора.

На данный момент в производственном анализе на предприятии применяются еще портативный экспресс-анализатор импортного изготовителя, который позволяет оперативно без предварительной подготовки пробы проводить измерение показателей качества непосредственно в цеху и в местах хранения сырья и продукта. Сверка между двумя анализаторами показала, что существенных различий между значениями не наблюдается, но воспроизводимость на бик-анализаторе «Инфраскан-3150» немного выше, что обусловлено измерением размолотого образца.

В заключение вышесказанному можно добавить, что на данный момент ведутся работы по созданию калибровочного графика экспресс определения кислотного и перекисного чисел в масле из семян непосредственно сразу в семенах рапса. Приобретен бик-анализатор новой модели «Инфраскан-4200» для

проработки калибровочных графиков по показателям кислотное, перекисное числа в растительном масле, а также содержания фосфорсодержащих веществ, т.к. в предыдущей версии прибора не было возможности расширять диапазон значений в виду производственной загруженности. Так как создание калибровочной модели требует продолжительного времени и особой внимательности, в дальнейшем планируем увеличить точность определения показателей качества и на других калибровочных моделях, за счет расширения диапазона значений.

Библиографический список

1. Егорова Т.А. Рапс и перспективы его использования в кормлении птицы / Т.А. Егорова, Т.Н. Ленкова // Сельскохозяйственная биология. - 2015. - том 50. - №2. - С. 172-182.
2. Пилипенко Т.В. Актуальные вопросы управления качеством растительного масла / Т.В. Пилипенко, Л. П. Нилова, Н. В. Науменко, В. С. Мехтиев // Вестник ЮУрГУ. – 2011. – №28. – С. 183-187.
3. ГОСТ 32749-2014. Семена масличные, жмыхи и шроты. Определение влаги, жира, протеина, клетчатки методом спектроскопии в ближней инфракрасной области. – Введ. 2015-07-01. – Межгосударственный стандарт, 2014.- 9 с.

Сведения об авторах

ФИО	Пашкевич Маргарита Константиновна
Организация	ООО «Сибирская олива»
Адрес организации	634537, 4 км Автодороги Новомихайловка – Светлый, д. 278/1, Томская обл., Россия
SPIN-код	—
e-mail	pashkevich_mk@siboliva.com

ФИО	Валиева Оксана Александровна
Организация	ООО «Сибирская олива»
Адрес организации	634537, 4 км Автодороги Новомихайловка – Светлый, д. 278/1, Томская обл., Россия
SPIN-код	—
e-mail	zavlab@siboliva.com

Аннотация

Рассмотрена проблема экспресс-исследования показателей качества сырья и готовой продукции из семян рапса в производственном анализе. Показан опыт применения Бик-анализатора «Инфраскан-3150» в производственной лаборатории и этапы создания калибровочных методик.

Ключевые слова: оценка показателей качества сырья, бик-анализатор, рапс.

УДК 630.181

Разделы рубрикатора ГРНТИ 68.01.37

**Таблица стандартных справочных данных оптической плотности
синтетических красителей, применяемых в пищевой промышленности при
производстве вина, соков, сокосодержащих напитков и кондитерских
изделиях**

Апрелев А.В., Смирнов В.А., Давыдова Е.В.

Настоящие таблицы рекомендуемых стандартных справочных данных предназначены для хранения, систематизации и анализа сведений об оптической плотности синтетических пищевых красителей. Таблицы стандартных справочных данных предназначены для обеспечения быстрого доступа к полученным результатам при идентификации красителей используемых для докрашивания и окрашивания напитков, определении натуральности вина, соков, сокосодержащих напитков, кондитерских изделий при проведении научных исследований и контроля качества продукции пищевых производств.

Таблицы стандартных справочных данных оптической плотности синтетических красителей, применяемых в пищевой промышленности, представляют собой совокупность спектрограмм оптической плотности и экстремумов синтетических красителей, имеющих индекс в европейской кодификации пищевых добавок (Е). Совокупность спектрограмм представлена в виде таблицы численных значений спектрограмм оптических плотностей синтетических красителей (интервал 1 нм) с указанием экстремумов, характерных для каждого красителя и метрологических характеристик измерений.

Формат представления данных обеспечивает удобную навигацию и способствует оптимизации работы с таблицами.

Таблицы стандартных справочных данных обновляются и дополняются с периодичностью 6 месяцев. Таблицы содержат результаты измерений оптической плотности синтетических красителей, наиболее часто применяемых при окрашивании вина, соков и кондитерских изделий в диапазоне длин волн от 300 нм до 800 нм при различных значениях рН от 1 до 13.2.

Актуальность. В настоящее время существуют проблемы использования красителей, связанных с отсутствием единой нормативной этики использования красителей в мире. Это вызывает проблемы для импортеров продуктов питания и экспортеров, поскольку данный пищевой краситель может быть законным в одной стране и незаконным в другой. Также возможна замена пищевых красителей на непищевые. [1]

Самой главной качественной характеристикой алкогольных напитков и соков, оцениваемой потребителями, являются их органолептические показатели: вкус, цвет и аромат. Причём цвет – это самый первый качественный показатель,

на который потребитель обращает своё внимание при выборе товара. Часто по цвету продукта мы можем сделать представление о его качестве и даже о его аромате. Однако во многих случаях в процессе производства и хранения продукты теряют свой естественный и привлекательный цвет, а иногда они изначально им не обладают. Химические привкусы маскируются сладостью вина. Поэтому поддельными часто оказываются вина полусладкие, сладкие, десертные, а также крепленые.

В настоящее время разработаны ГОСТы на определение синтетических красителей в карамели, алкогольных напитках, специях. Основными методами определения пищевых красителей являются: спектрофотометрия, хроматография, капиллярный электрофорез. Технология производства пищевых продуктов предусматривает применение не только индивидуальных синтетических красителей, но и смешанных композиций (чаще из двух или трёх красителей), что позволяет получать цвета и оттенки, недоступные при использовании индивидуальных соединений. Определение содержания индивидуальных синтетических красителей в этих случаях представляет ряд трудностей. Рекомендованные ГОСТ методики разработаны лишь для индивидуальных красителей.

Эту задачу успешно решают методом спектрофотометрии [3]. Он позволяет проводить идентификацию синтетических красителей в условиях наложения спектров друг на друга, что имеет место в рассматриваемых системах. Таблицы численных значений оптической плотности синтетических красителей с шагом 1 нм с выделением характерных точек экстремумов позволит идентифицировать конкретный синтетический краситель с высокой точностью в широком диапазоне длин волн. Измерения проводились на спектрофотометре Shimadzu UV-3600 Plus. Пределы допускаемой абсолютной погрешности по шкале длины волны, нм- $\pm 0,2$ (УФ) и $\pm 0,8$ (ИК), пределы абсолютной погрешности по коэффициенту пропускания, % равно ± 1 . Величину оптической плотности измеряли в растворах красителей при различной величине pH (величина pH на химический состав и свойства синтетического красителя и на величину оптической плотности не влияет, что является еще одним идентификационным признаком синтетических красителей). Измерения оптической плотности проводили, основываясь на законе Бугера-Ламберта-Бера определяющий ослабление параллельного монохроматического пучка света при распространении его в поглощающей среде.

Закон Бугера-Ламберта-Бера выполняется не всегда. Наблюдаемые от закона отклонения, могут служить помехой при выполнении количественного анализа с другой – давать дополнительную информацию о свойствах исследуемых объектов.

Возможные факторы, влияющие на погрешность измерений:

1. Закон выводился в предположении, что молекулы хромофоров распределены в растворе равномерно. Если хромофор распределен не равномерно, то это будет приводить к занижению оптической плотности в следствии эффекта сита. Занижение тем выше, чем выше оптическая плотность частиц.
2. В формулировке закона подразумевается, что молярный коэффициент поглощения является константой, не зависящей от концентрации. Если при повышении концентрации характер взаимодействия молекул между хромофорами меняется (например, происходит агрегация молекул, то фотофизические свойства молекул в том числе и значение коэффициента поглощения, будет изменяться).
3. Зависимость оптической плотности от концентрации может отклоняться от линейной при использовании немонахроматического света.
4. В растворе под действием измеряющего света не должны проходить сколько-нибудь заметные фотохимические реакции взаимодействия между хромофорами.
5. Интенсивность измеряющего светового пучка должна быть достаточно низка, чтобы в результате поглощения света концентрация невозбужденных молекул практически не уменьшалась в ходе измерения.
6. Спектр поглощения индивидуального раствора принято нормировать к единице концентрации и длины кюветы, то есть спектром поглощения индивидуального вещества называют зависимость от длины волны измеряющего света молярного коэффициента поглощения.

Библиографический список

1. Егорова О.С., Розина Л.И., Акбулатова Д.Р., Шилкин А.А., Свиридов Д.А., Апрелев А.В., Давыдова Е.В. Анализ антоцианового комплекса красителей, полученных из вторичных ресурсов плодового виноделия // Пиво и напитки. 2021; 4: 38-41 DOI: 10.52653/PIN.2021.4.4.010
2. ГОСТ Р 52481-2010. Красители пищевые термины и определения. – Москва: Стандартинформ-2011. – 12 с.
3. Апрелев А.В. Смирнов В.А. Давыдова Е.В. Применение спектрофотометрических методов для идентификации красителей // ФОТОНИКА. №3. 2022

Сведения об авторах

ФИО	Апрелев Алексей Викторович
Организация	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
Адрес организации	141570, Московская область, Солнечногорский район, г.п. Менделеево, Россия
SPIN-код	4255-4508
e-mail	aprelev@vniifttri.ru

ФИО	Смирнов Виталий Алексеевич
Организация	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
Адрес организации	141570, Московская область, Солнечногорский район, г.п. Менделеево, Россия
SPIN-код	—
e-mail	—

ФИО	Давыдова Елена Викторовна
Организация	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
Адрес организации	141570, Московская область, Солнечногорский район, г.п. Менделеево, Россия
SPIN-код	919-0056
e-mail	davydova@vniiftri.ru

Аннотация

Рассмотрена закон Бугера-Ламберта-Бера. Перечислены факторы, влияющие на погрешность измерений.

Ключевые слова: закон Бугера-Ламберта-Бера, погрешность, спектрофотометрия, факторы.

УДК 543.428

Разделы рубрикатора ГРНТИ 90.27.37

Функциональная рентгенография для диагностики качества и безопасности зерна

**Архипов М.В., Прияткин Н.С., Гусакова Л.П.,
Щукина П.А., Потрахов Н.Н., Белецкий С.Л.**

В настоящее время показатели качества и безопасности зерна оцениваются в контрольных лабораториях на мельничных комбинатах и комбикормовых заводах по факту поступившего на предприятие зерна. Между тем, контроль должен осуществляться в течении всего периода выращивания и производства зерна. Такой подход, позволяющий разработать методологию выявления, оценки и ранжирования всех типов скрытых дефектов, которые возникают в зерне и оказывают значительное влияние на его технологические характеристики, является принципиально новым, не имеющим аналогов в мировом зернопроизводстве [1, 2].

Цель проводимых исследований – разработка цифровой системы раннего обнаружения скрытых дефектов и алгоритма принятия управленческих решений

в отношении целевого использования зерновых потоков в том числе и для блокировки поступления на зерновой рынок опасного агросырья, разработка проекта нового ГОСТ Р для зернопроизводства «Зерно. Методы цифровой рентгенографии».

Следует отметить, что используемый в наших исследованиях метод рентгенографии, с учетом усовершенствованной технологии отбора пробы и дешифрирования рентгенобразов зерновки позволяет не только достаточно надежно визуализировать ее внутренние особенности, но и при проведении анализов минимизировать влияние человеческого фактора [3-4]. В результате этого достигается:

- высокая объективность контроля, особенно, при решении арбитражных вопросов, т.к. подделать рентгенограмму весьма сложно, особенно при использовании технологий электронной цифровой подписи;
- возможность организации текущего мониторинга качества и безопасности партий зерна, как непосредственно сразу после их получения, так и в процессе хранения.

Следует обратить внимание, что используемые зерновые технологии нацелены на достижение показателей высокой урожайности, тогда как качество и безопасность зерна зачастую оказываются на втором плане.

Кроме того, отечественные агротехнологии индустриального зернопроизводства не обеспечивают в полной мере оптимальные режимы уборки, сушки, послеуборочной подработки и хранения партий зерна; не ориентированы выявление не только внешних, но и скрытых дефектов экогенного и техногенного характера. При этом существующие режимы сортировки без использования неинвазивного метода контроля степени скрытой поврежденности зерна не позволяют отбирать наилучшие партии зерна, характеризующиеся минимальным уровнем скрытой дефектности.

Решение этой задачи при массовом досмотре производственных партий зерна требует необходимости их дополнительного досмотра по рентгенографическим показателям скрытой поврежденности в соответствии с имеющимися отечественными и международными стандартами [5, 6].

Следует отметить, что высокое качество зерна может быть достигнуто как при наличии оптимального биопотенциала зерносеющего региона, оптимальных параметров среды обитания в течении всего периода онтогенеза выращивания растений, а также при наличии всех необходимых для данного сорта агресурсов (включая удобрения, водный режим, соответствующие фитосанитарные мероприятия в их полном объеме и весь необходимый шлейф используемой сельхозтехники).

Данная задача является комплексной и междисциплинарной и требует для своего эффективного решения совместных усилий ученых сельхозотделения РАН, а также профильных отделений физики, химии, общей биологии для получения необходимого синергетического эффекта.

Необходимо подчеркнуть, что изучение на уровне целостного организма такого уникального объекта живой природы как зерно, поиск путей управления его качеством и безопасностью на несколько порядков превосходит те знания, которые необходимы для конструирования уникальной техники, ибо техника является творцом человеческой мысли, а такая живая система как зерно – творцом живой природы.

Разработав приемы усовершенствования технологий управляемого зернопроизводства, сельхозпроизводители зерна смогут получать высококачественное нетравмированное зерно, которое является уникальным продуктом, не имеющим аналогом в мировом зернопроизводстве. Это позволит отечественным производителям зерна обеспечить конкурентное преимущество на мировом зерновом рынке и обеспечить новую парадигму ценообразования при проведении купли-продажи и страховых операций на зерновой бирже.

Библиографический список

1. Обручева Н.В. Прорастание семян // Физиология семян. - М.: Наука, 1982.-С. 223-274.
2. Архипов М.В., Потрахов Н.Н. Микрофокусная рентгенография растений. СПб.: Технолит, 2008. 192 с.
3. Доспехов Б.А. Методика полевого опыта (с основами статистической обработки результатов исследований). М.: Агропромиздат. 1985. 351 с.
4. Архипов М.В., Прияткин Н.С., Гусакова Л.П. Нормативно-правовые и методологические основы экспресс-досмотра семян в промышленном семеноводстве // Труды Кубанского государственного аграрного университета. 2020. № 3 (84). С. 61-65. DOI: 10.21515/1999-1703-84-61-66
5. Архипов М.В., Прияткин Н.С., Щукина П.А., Гусакова Л.П., Потрахов Н.Н., Малько А.М., Данилова, Т.А., Плугатарь Ю.В, Макрушин Н.М. Рентгенография в промышленном семеноводстве // Труды Кубанского государственного аграрного университета. 2020. № 3 (84). С.48-60. DOI: 10.21515/1999-1703-84-48-60
6. Архипов М.В., Прияткин Н.С., Гусакова Л.П., Потрахов Н.Н., Грязнов А.Ю., Бессонов В.Б., Ободовский А.В., Староверов Н.Е. Рентгеновские компьютерные методы исследований структурной целостности семян и их значение в современном семеноведении // Журнал технической физики. 2019. Т.89. Вып.4. С.627-638.

Сведения об авторах

ФИО

Архипов Михаил Вадимович

Организация

ФГБНУ «Агрофизический научно-исследовательский институт»; ФГБНУ «Северо-Западный Центр междисциплинарных исследований проблем продовольственного обеспечения» – обособленное структурное подразделение Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Санкт-Петербургский федеральный исследовательский центр Российской академии наук»

Адрес организации SPIN-код e-mail	195220, Гражданский проспект, д. 14, Санкт-Петербург, Россия; 196608, ш. Подбельского, д. 7, г. Пушкин, Россия 8305-0124 agrorentgen@mail.ru
ФИО Организация	Прияткин Николай Сергеевич ФГБНУ «Агрофизический научно-исследовательский институт»
Адрес организации SPIN-код e-mail	195220, Гражданский проспект, д. 14, Санкт-Петербург, Россия 9407-7573 prini@mail.ru
ФИО Организация	Гусакова Людмила Петровна ФГБНУ «Агрофизический научно-исследовательский институт»
Адрес организации SPIN-код e-mail	195220, Гражданский проспект, д. 14, Санкт-Петербург, Россия 2866-6823 l-gusakova@mail.ru
ФИО Организация	Щукина Полина Алексеевна ФГБНУ «Агрофизический научно-исследовательский институт»
Адрес организации SPIN-код e-mail	195220, Гражданский проспект, д. 14, Санкт-Петербург, Россия 3558-9174 art122@bk.ru
ФИО Организация	Потрахов Николай Николаевич Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)
Адрес организации SPIN-код e-mail	197022, ул. Профессора Попова, дом 5, литера Ф, Санкт- Петербург, Россия 8875-7322 nnpotrakhov@etu.ru
ФИО Организация	Белецкий Сергей Леонидович Всероссийский научно-исследовательский институт кондитерской промышленности – филиал ФГБНУ "Федеральный научный центр пищевых систем имени В.М. Горбатова" РАН
Адрес организации SPIN-код e-mail	107023, ул.Электrozаводская д. 20, стр. 3, Москва, Россия 4689-2733 grain-miller@yandex.ru

Аннотация

В публикации рассматриваются особенности рентгенографического метода контроля качества семян. Делается вывод о необходимости комплексного подхода к оценке качества зерна.

Ключевые слова: зерно, дефектоскопия, неинвазивный контроль, дефекты.
УДК 633.1

Разделы рубрикатора ГРНТИ 68.03.03

Рентгенографическая оценка биологической и хозяйственной неоднородности семян

Староверов Н.Е.

Вопрос о неоднородности семенного материала и причинах, ее вызывающих широко обсуждается в ботанической и агрономической литературе. Существующие различия по показателям качества ботанических и агрономических семян, оцениваемые по темпам прорастания и показателям ростового потенциала корня и ростка обусловлены тем, что первые при выращивании подвергаются лишь экогенным воздействиям, а вторые – как экогенным, так и техногенным, связанным с условиями уборки, сушки, послеуборочной подработки семян, получаемым в условиях индустриального семеноводства. Гетерогенность семян, полученных в производственных посевах в отличие от семян, сформированных в полевых мелкоделяночных экспериментах, связано с нарушением целостности структуры зерна термомеханического характера.

Исследования по визуализации различных типов скрытых нарушений структурной целостности зерновки, степени их варибельности и оценке биологической и хозяйственной значимости проводятся в Агрофизическом институте (Россия, Санкт-Петербург) с использованием неинвазивного метода – мягколучевой микрофокусной рентгенографии с прямым рентгеновским увеличением. Одним из неоспоримых преимуществ рентгенанализа перед традиционными методами прямого проращивания является возможность оперативной оценки степени скрытой поврежденности семенного материала непосредственно сразу после уборки, когда традиционные методы еще неприменимы.

Полученные при этом результаты позволяют, оценив степень скрытой поврежденности семян, изучать возможные причины ее возникновения и, наряду с этим, разрабатывать приемы производства партий семян с минимальным уровнем скрытой травмированности. Такой подход представляется важным для семеноведения и семеноводства в плане получения семенного материала с

заданными характеристиками, необходимыми для проведения, как прецизионных экспериментов, так и массовой оценки скрытой поврежденности партий семян в производственных условиях.

Следует отметить, что при решении задач производства высококачественных семян и зерна необходимо изучать возможные причины получения семян с различным уровнем скрытой поврежденности при выращивании растений по различным агротехнологиям. Для этих целей оказалось, что наиболее пригодным является метод цифровой рентгенографии. Он позволяет оценивать содержание в партии доли семян с различными типами скрытых дефектов, как при проведении прецизионных экспериментов, так и при отборе высококачественных партий семян в промышленном семеноводстве. Дальнейшие исследования в этом направлении потребуют разработки нормативных документов по допустимому уровню скрытой травмированности, не снижающему существенно продуктивность посева. Развитие данного методического подхода при решении широкого круга задач в селекции и семеноводстве позволит проводить ранжирование различных сортов по степени скрытой травмированности семенного материала, осуществлять коррекцию технологических режимов при производстве зерна с целью минимизации показателей скрытой дефектности, влияющих на хозяйственную пригодность семян и зерна, и отбирать наилучшие партии зерна для семенных или технологических целей.

В настоящее время экспресс-анализ рентгеновских признаков скрытой поврежденности зерна разного целевого назначения требует разработки принципиально новых нормативных документов, отражающих степень его скрытой травмированности по таким признакам, как трещиноватость, энзимомикозное истощение (ЭМИС), скрытое прорастание и других, существенным образом влияющих на показатели посевных и технологических характеристик зерна. Решение этой задачи требует разработки параметрического паспорта зерновки (включающего морфологические, рентгенографические и морфофизиологические характеристики), которые будут использованы при создании новой нормативной базы, характеризующей качество зерна с учетом наличия разных типов повреждений и их доли в партиях зернового материала.

При этом следует иметь в виду, что новый методический подход, учитывающий функциональную значимость разных типов скрытых дефектов для партий зерна различного назначения, заключается в следующем. При проведении дешифрирования рентгеновских снимков для семенного материала приоритетными будут нарушения и аномалии зародыша; для продовольственного и фуражного зерна – дефекты зародыша и эндосперма, а для зерна, поступающего в переработку для нужд мукомольной промышленности –

дефекты эндосперма. Такой подход является методически обоснованным, так как ранее нами было установлено, что семена, используемые в прецизионных экспериментах и партии семян, полученные в условиях индустриального зернопроизводства, различаются между собой по типам и уровням скрытой поврежденности, а доля их в партиях семян, полученных по различным агротехнологиям, может достаточно сильно варьировать.

Дальнейшее развитие методики неинвазивного контроля массовых партий семян (зерна) с учетом разработанного цифрового стандарта, утвержденного приказом Росстандарта от 29 июля 2021 года № 665, требует серийного выпуска рентгеновской аппаратуры для проведения массового досмотра качества партий семян, подготовки соответствующих методических рекомендации и программы по оснащению рентгеновскими аппаратами контролирующих качество семян органов Россельхозцентра на ближайшую перспективу.

Действительно, реализация научно-технологического развития агропромышленного комплекса Российской Федерации на современном этапе с учетом форс-мажорных обстоятельств в секторе АПК, требует использования достижений современной науки для обеспечения импортозамещения семян и некоторых видов сельскохозяйственной продукции в целях удовлетворения потребностей населения в качественных и безопасных продуктах питания. Северо-Западный регион РФ, относящийся к зоне рискованного земледелия, имеет специфические природно-климатические условия, в результате которых формирующийся урожай, даже в пределах одного поля, может характеризоваться высокой степенью разнокачественности (матрикальной, сезонной, экологической и др.), что отражается на посевных характеристиках производимых семян.

Необходимо отметить, что применяемая рентгенография в практике семенного и зернового контроля качества агросырья является легитимным методом, включенным в отечественные и международные стандарты.

Сведения об авторе

ФИО	Староверов Николай Евгеньевич		
Организация	Санкт-Петербургский электротехнический университет	государственный	«ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)
Адрес организации	197022, ул. Профессора Попова, дом 5, литера Ф, Санкт-Петербург, Россия		
SPIN-код	3147-2108		
e-mail	nik0205st@mail.ru		

Аннотация

В публикации рассматриваются особенности рентгенографического метода контроля качества семян. При разработке новой нормативной базы для оценки качества зерна следует учитывать морфологические, рентгенографические и морфофизиологические характеристики.

Ключевые слова: семена, дефектоскопия, неинвазивный контроль, дефекты.

УДК 633.1

Разделы рубрикатора ГРНТИ 68.03.03

3. СТАНДАРТИЗАЦИЯ

О проекте национального стандарта ГОСТ Р «Зерно. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области»

Бундина О.И.

В 2022 году в План национальной стандартизации ТК 002 включена разработка национального стандарта ГОСТ Р «Зерно. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области», разработчиками которого выступают Всероссийский научно-исследовательский институт зерна и продуктов его переработки – филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН, ООО «ЭКАН» и Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Разрабатываемый проект ГОСТ Р будет распространяться на экспресс-методы определения основных классообразующих показателей качества зерна, необходимых во время массовой приемки зерна на хлебоприемных предприятиях.

Влажность зерна является важнейшим показателем качества зерна и продуктов его переработки. Она играет решающую роль в сохранности зерна и имеет большое влияние при переработке зерна. От уровня влажности зависит выход готовой продукции, ее качество, а также затраты энергии. Все это требует систематического контроля за влажностью зерна на всех этапах хранения и переработки. Различают четыре состояния зерна по влажности: сухое, средней сухости, влажное, сырое. Согласно действующим стандартам в зависимости от вида и класса зерна показатель влажности варьирует от 13,5-15,0 %.

Содержание белка в зерне также является одним из наиболее важных показателей качества зерна. Он определяет биологическую ценность и пищевое достоинство зерна. Содержание белка может варьироваться от 5 до 26% в разных видах зерновых. Также в зависимости от культуры будет различным и аминокислотный состав белка, что непосредственно влияет на его питательную ценность. От содержания белка, в частности, для пшеницы, зависит класс зерна. Содержание белка является показателем мукомольных и хлебопекарных свойств пшеницы.

Количество клейковины является основным классообразующим показателем для зерна пшеницы и пшеничной муки в России. Количество клейковины характеризуется содержанием клейковинных белков в зерне (глютенины и глиадины), которые составляют около 80% всех белков и

концентрируются большей частью в эндосперме зерна. Данный показатель может колебаться в очень широких пределах от 18 до 40% и более. Наличие и свойства клейковины обуславливают газодерживающую способность теста и определяет структуру выпеченного хлеба.

В настоящее время разработан проект первой редакции ГОСТ Р «Зерно. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области», который включает 14 разделов и одно приложение.

Область применения – настоящий стандарт распространяется на зерно пшеницы, ячменя и устанавливает определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области в следующих диапазонах:

- влажность – от 5 до 25 %;
- массовая доля белка, в пересчете на сухое вещество – от 5 до 20%;
- количества клейковины (для пшеницы) – от 17 до 40%.

В разделе «Термины и определения» дано определение ***метода спектроскопии в ближней инфракрасной области*** – это метод оценки показателей качества продукции на основе измерения интенсивности инфракрасного излучения в диапазоне длин волн 1400-2500 нм.

Сущность метода определения влажности, белка, количества клейковины в зерне пшеницы и ячменя экспресс-методом спектроскопии в ближней инфракрасной области заключается в измерении интенсивности оптического излучения, диффузно отраженного от измельченной пробы зерна и вычисления на их основе определяемых показателей, выражаемых в процентах.

Основным средством измерения по данному методу является инфракрасный анализатор (ИК-анализатор) для регистрации спектров отражения в ближней инфракрасной области (от 1400 до 2500 нм) с абсолютной погрешностью установки длин волн 5,0 нм и абсолютной погрешностью при измерении спектральных коэффициентов диффузного отражения $\pm 0,05$ в диапазоне измерений от 0,08 до 0,99.

Также в проекте стандарта представлены разделы по подготовке к проведению измерений, который включает отбор и подготовку проб, подготовку ИК-анализатора, и проведению измерений.

За окончательный результат измерений каждого показателя принимают среднеарифметическое значение трех независимых результатов измерений каждого показателя, выполненных в условиях повторяемости.

При разногласиях контрольные определения показателей проводят по:

- влажности – по ГОСТ 13586.5;
- массовой доли белка, в пересчете на сухое вещество – по ГОСТ 10846;

— количества клейковины (для пшеницы) – по ГОСТ Р 54478.

В разделе «Прецизионность» представлены результаты межлабораторных испытаний, на основании которых получены значения пределов повторяемости и воспроизводимости, а также показатель точности.

Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением инфракрасных анализаторов для оценки качества зерна выявило необходимость его стандартизации с целью массового использования на элеваторах, хлебоприемных предприятиях и испытательных лабораториях.

Сведения об авторе

ФИО	Бундина Ольга Ивановна
Организация	Всероссийский научно-исследовательский институт зерна и продуктов его переработки – филиал ФГБНУ «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН
Адрес организации	127434, Дмитровское шоссе, дом 11, Москва, Россия
SPIN-код	9160-8464
e-mail	tk_002_zerno@mail.ru

Аннотация

В публикации рассматривается первая редакция проекта государственного стандарта по экспресс-методам определения основных классообразующих показателей качества зерна. Разрабатываемый стандарт распространяется на зерно пшеницы и ячменя, и устанавливает определение влажности, белка, количества клейковины методом спектроскопии в ближней инфракрасной области.

Ключевые слова: стандарты, зерно, спектроскопия.

УДК 664,761:006

Разделы рубрикатора ГРНТИ 90.27.37

Оценка показателей точности метода спектроскопии в ближней инфракрасной области при определении влажности, белка, количества сырой клейковины в зерне

Парфенова Е.Г., Молодых С.Н., Рутковская Т.С.

Производство зерна составляет основу агропромышленного комплекса РФ и является наиболее крупной подотраслью сельского хозяйства, от развития которой в значительной степени зависит продовольственная безопасность страны [1], а также обеспеченность населения продуктами питания и его уровень жизни, финансовое состояние сельскохозяйственных товаропроизводителей.

При производстве, переработке зерна для оценки качества с целью получения высококачественной продукции проводится измерение таких показателей, как массовая доля белка, массовая доля сырой клейковины, массовая доля влаги (влажность) [2].

До настоящего времени в РФ отсутствовала нормативно-правовая база в сфере обеспечения сохранности зерна и механизмы прослеживаемости партий зерна от производителей до конечных потребителей (от организации-переработчика до страны-импортера), необходимого для более объективного мониторинга ситуации с качеством и количеством производимого зерна, и отслеживания характеристик пшеницы (белок, клейковина, натура и др.), реализуемой на рынке, согласующихся с потребностями потребителей и имеющих достаточную точность.

В 2022 году вступили в действие положения [3]. В этом же году введена в действие Федеральная государственная информационная система прослеживаемости зерна и продуктов переработки зерна (ФГИС «ЗЕРНО»).

Новые требования резко повысили актуальность оперативных и достоверных измерений показателей качества зерна. Применение стандартизованных методик для оперативного контроля в технологическом процессе является трудоемким и длительным. Поэтому на практике успешно применяются экспрессные инструментальные методы. Одним из наиболее распространенных инструментальных методов является метод спектроскопии в ближней инфракрасной области спектра [4].

Сущность экспресс-метода спектроскопии в ближней инфракрасной области заключается в измерении интенсивности оптического излучения, диффузно отраженного от исследуемой пробы зерна и определении показателей влажности, белка и количества клейковины, выражаемых в процентах.

Основными достоинствами анализаторов, основанных на данном методе, являются: высокая скорость и точность анализа, возможность использования без применения дорогостоящих реактивов, а также возможность одновременного определения нескольких показателей.

К основным недостаткам таких анализаторов можно отнести строгое соблюдение процедуры пробоподготовки и градуировки. Для минимизации влияющих факторов на результат измерений и формированию единого подхода возникла необходимость в разработке стандартизированной методики измерений.

Перед научным метрологическим институтом была поставлена задача оценить показатели прецизионности и точности метода спектроскопии в ближней инфракрасной области при определении влажности, белка, количества сырой клейковины в зерне с целью дальнейшей разработки проекта национального стандарта.

Работы по разработке первой редакции проекта ГОСТ Р «Зерно. Определение влажности, белка, количества клейковины методом спектрометрии в ближней инфракрасной области» ведутся на базе Технического комитета по стандартизации ТК 002 «Зерно, продукты его переработки и маслосемена» Всероссийского НИИ зерна и продуктов его переработки.

В ходе исследований проведена оценка показателей прецизионности (повторяемости и воспроизводимости), а также показателей точности и правильности. Экспериментальные работы проводились в производственных и испытательных лабораториях в разных регионах России с применением специально изготовленных в УНИИМ стандартных образцов состава зерна и продуктов его переработки ГСО 9734-2010 и стандартных образцов массовой доли сырой клейковины в зерне ГСО 10887-2017. Аттестованные значения массовой доли влаги (влажности) установлены на Государственном первичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017, а аттестованные значения массовой доли белка на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 [5]. Аттестованные значения массовой доли сырой клейковины устанавливали на основании межлабораторного эксперимента [6].

В каждую лабораторию было направлено по 6 образцов пшеницы и 3 образца ячменя с разными значениями определяемых показателей. В каждой лаборатории было получено $n = 3$ результатов наблюдений в условиях повторяемости.

Обработку полученных результатов проводили с учетом положений [7-10] и [11].

В соответствии с [11] использовали метод оценки показателей качества методики измерений с помощью набора стандартных образцов в условиях получения экспериментальных данных в нескольких лабораториях. Полученные значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности приведены в таблице.

В проекте стандарта также предусмотрели процедуру контроля точности измерений в соответствии с [12] как с применением стандартных образцов утвержденного типа, так и с применением стандартизованных методик (методики сравнения): для влажности по [13]; для массовой доли белка [14]; для количества клейковины [15].

Таблица. Диапазоны измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости, показателей правильности и точности

Показатель	Влажность	Массовая доля белка	Количество клейковины
Диапазон измерений, %	от 5 до 25	от 5 до 20	от 17 до 40
Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	0,08	0,11	0,33
Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	0,18	0,25	0,80
Предел повторяемости ($n = 3$) r , %;	0,25	0,35	1,1
Предел воспроизводимости ($N = 2$) R , %;	0,50	0,70	2,2
Показатель правильности (границы абсолютной неисключенной систематической погрешности при $P=0,95$), $\pm \Delta_s$, %	0,40	0,5	1,6
Показатель точности (границы абсолютной погрешности результатов измерений) при $P=0,95$, $\pm \Delta$, %	0,50	0,6	2,0

Разработка и внедрение в практику измерений разработанного стандарта позволит использовать анализаторы, основанные на методе спектроскопии, в сфере государственного регулирования.

Библиографический список

1. Указ Президента Российской Федерации от 21.01.2020 г. № 20 «Об утверждении Доктрины продовольственной безопасности Российской Федерации»
2. Мелешкина, Е. П. О совершенствовании метода определения количества и качества клейковины в зерне и муке из пшеницы / Е. П. Мелешкина // Международная научно-практическая конференция, посвященная памяти Василия Матвеевича Горбатова. – 2016. – № 1. – С. 216-218. – EDN XCHUMZ.
3. Федеральный закон от 30 декабря 2020 г. № 520-ФЗ «О внесении изменений в Закон РФ «О зерне» и статью 14 ФЗ «О развитии сельского хозяйства»
4. Крищенко В.П. Ближняя инфракрасная спектроскопия. М.: Изд. Дом «КРОН-пресс», 1997. 638 с.
5. Коряков, В. И. Разработка стандартных образцов массовой доли влаги и белка в зерне и зернопродуктах / В. И. Коряков, М. Ю. Медведевских, С. В. Медведевских, Е. Г. Парфенова, Е. П. Собина // Измерительная техника. – 2011. – № 10. – С. 62-65.
6. Е.Г. Парфенова, М.И. Баклыков, А.С. Запорожец, С.Н. Молодых. Разработка стандартных образцов массовой доли клейковины в зерне пшеницы // Молодежь и наука. Международный аграрный научный журнал. 2017. № 3. С. 43.
7. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
8. ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
9. ГОСТ Р ИСО 5725-4-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений
10. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
11. РМГ 61-2010 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
12. РМГ 76-2014 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
13. ГОСТ 13586.5-2015 Зерно. Метод определения влажности

14. ГОСТ 10846-91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка
15. ГОСТ Р 54478-2011 Зерно. Методы определения количества и качества клейковины в пшенице

Сведения об авторах

ФИО Парфенова Елена Геннадьевна
Организация Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева
Адрес организации 620075, ул. Красноармейская, д. 4, Екатеринбург, Россия
SPIN-код 4976-9793
e-mail vlaga@uniim.ru

ФИО Молодых Светлана Николаевна
Организация Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева
Адрес организации 620075, ул. Красноармейская, д. 4, Екатеринбург, Россия
SPIN-код 8640-9584
e-mail vlaga@uniim.ru

ФИО Рутковская Татьяна Сергеевна
Организация ООО «ЭКАН»
Адрес организации 194021, ул. Политехническая, д. 22, Санкт-Петербург, Россия
SPIN-код —
e-mail tatiana-ekan@yandex.ru

Аннотация

В публикации рассматривается первая редакция проекта государственного стандарта по экспресс-методам определения основных классообразующих показателей качества зерна. Приводятся диапазоны измерений и измеряемые показатели для влажности, массовой доля белка и количества клейковины.

Ключевые слова: зерно, белок, клейковина, влажность, анализатор инфракрасный.

УДК 664,761:006

Разделы рубрикатора ГРНТИ 90.27.37

Стандартизация метода инфракрасной спектроскопии для актуализации стандартов хлебопекарной промышленности

Кукин М.Ю.

Государство разработало и утвердило Стратегию повышения качества продуктов питания в Российской Федерации до 2030 года. Предоставление потребителю полной и достоверной информации о пищевой ценности продукта позволит сделать грамотный выбор при покупке и содействовать соблюдению принципов здорового питания.

Хлеб является едва ли не самым популярным продуктом в рационе человека. Не возникает сомнений в том, что информация о пищевой ценности, выносимая на этикетку хлебобулочных изделий, должна быть достоверной. Существующие ГОСТы на определение массовой доли жира, сахара и соли в хлебобулочных изделиях устарели и нуждаются в актуализации, поскольку были разработаны ещё в пятидесятых-шестидесятых годах прошлого века. Представленные в них методы являются длительными, трудоёмкими и сильно зависящими от квалификации исполнителя и опыта проведения им данного конкретного вида анализов. В связи с этим возникла необходимость включения в актуализированные версии ГОСТов новых приборных экспресс-методов.

Оптимальным вариантом является метод спектроскопии в ближней инфракрасной области (БИК-метод), обладающий целым рядом существенных преимуществ:

- одновременное определение всех анализируемых показателей за 1,5 минуты;
- низкие требования к квалификации оператора;
- простая пробоподготовка, заключающаяся в измельчении анализируемого образца;
- проведение анализа без использования реактивов и других расходных материалов, что особенно актуально при определении содержания жира;
- низкая, в сравнении с ВЭЖХ, стоимость оборудования;
- наличие российских производителей БИК-анализаторов.

БИК-метод основан на регистрации спектров отражения анализируемых проб в ближней инфракрасной области и автоматическом расчете массовой доли жира, сахара, белка и влаги с помощью заранее созданных градуировочных моделей, разработанных на основе репрезентативной выборки хлебобулочных изделий, в которых содержание этих компонентов установлено стандартными химическими и физико-химическими методами.

В рамках проводимой в научно-исследовательском институте хлебопекарной промышленности актуализации ГОСТов было принято решение

включить БИК-метод в ГОСТы на определение жира и сахара в хлебобулочных изделиях. Однако соответствующие градуировочные модели на начало 2021 г. отсутствовали, поэтому было затруднительно использовать БИК-метод для анализа хлебобулочных изделий.

В настоящее время проводится совместная работа института хлебопекарной промышленности с ООО «ЭКАН» по созданию градуировочных моделей для хлебобулочных изделий. Точность БИК-метода будет напрямую зависеть от качества этих моделей и, следовательно, от достоверности положенных в их основу результатов химических методов анализа.

Проведённая в институте хлебопекарной промышленности лабораторная проверка методов анализа из ГОСТ 5668-68 «Хлеб и хлебобулочные изделия. Методы определения массовой доли жира» и ГОСТ 5672-68 «Хлеб и хлебобулочные изделия. Методы определения массовой доли сахара» показала отклонение получаемых результатов от истинного содержания жира и сахара в анализируемых образцах. Исходя из этого, на первом этапе исследований было проведено совершенствование методов определения массовой доли жира и сахара в хлебе. В каждом из ГОСТов описано несколько различных методик, но основное внимание было уделено арбитражным методам, поскольку именно они будут использоваться при создании градуировочных моделей.

В неактуализированных версиях ГОСТов, содержание жира и сахара даётся в расчёте на сухие вещества мякиша изделий, но в настоящее время на этикетку продуктов выносится пищевая ценность в расчёте на 100 г целого изделия, поэтому для БИК-метода ориентировались на целые хлебобулочные изделия с коркой. В актуализированных версиях ГОСТов даётся два варианта пробоподготовки и расчёта, соответственно, для мякиша, с учётом его влажности, и для целого изделия с коркой.

В ГОСТ 5668-68 «Хлеб и хлебобулочные изделия. Методы определения массовой доли жира» арбитражным является экстракционно-гравиметрический метод с предварительным гидролизом навески.

На Российских хлебозаводах преимущественно используется именно этот метод и нередко возникают ситуации, когда для обеспечения по результатам анализа нормативного содержания жира в готовом изделии, приходится вносить при замесе теста большее количество жира, чем должно быть по рецептуре. Проведённые эксперименты показали, что основной причиной заниженных результатов анализа является недостаточно глубокий гидролиз анализируемой пробы. Однако нельзя просто увеличить концентрацию используемой для гидролиза кислоты или продолжительность гидролиза, поскольку при глубоком гидролизе хлебобулочных изделий образуется постороннее нелипидное соединение, которое экстрагируется хлороформом, но не растворяется в гексане

и, следовательно, вносит погрешность в результаты анализа. Из представленных данных видно, что увеличение продолжительности кипячения сверх одного часа приводит к получению завышенных результатов анализа. Экспериментально установлено, что использовать для гидролиза соляную кислоту и снижать температуру гидролиза нецелесообразно. Экстракцию следует проводить хлороформом, поскольку гексан не полностью извлекает жир из гидролизованной массы. Внесение хлорида натрия на этапе гидролиза или на этапе экстракции не приводит к положительным результатам.

При кипячении с кислотой возможно разрушение триглицеридов. Был подготовлен модельный опыт с использованием рафинированного растительного масла и обезжиренной фильтровальной бумаги. Установлено, что при предлагаемых режимах гидролиза и экстракции масса извлечённого жира соответствовала первоначальному количеству внесённого растительного масла.

На основании проведённых экспериментов обоснованы оптимальные режимы, позволяющие полностью экстрагировать жир из анализируемого продукта и минимизировать погрешность, возникающую за счёт образования постороннего нелипидного соединения. Показано, что гидролиз следует проводить путём кипячения навески продукта в растворе серной кислоты с массовой долей 5 % в течение 60 мин. Продолжительность экстракции хлороформом должна составлять от 15 до 20 мин. Метод обеспечивает получение точных и воспроизводимых результатов для широкого ассортимента изделий из пшеничной и ржаной муки, а также для сдобных и безглютеновых изделий, приготовленных с использованием как насыщенных, так и ненасыщенных жиров.

В ГОСТ 5672-68 «Хлеб и хлебобулочные изделия. Методы определения массовой доли сахара» арбитражным является перманганатный метод Бертрана, основанный на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочном растворе окисную медь (II) в закисную (I).

Нами был изменён процесс экстракции сахаров из навески, что позволило увеличить степень их извлечения. На основании проведённых экспериментов в методику внесены изменения, направленные на повышение достоверности и воспроизводимости результатов. Введено предварительное кипячение используемой для промывки дистиллированной воды с целью предотвращения окисления растворённым в ней кислородом. Прописана возможность контроля полноты промывки, поскольку неполная промывка приводит к постепенному исчезновению слабо-розового окрашивания при титровании и получению завышенных результатов анализа.

В изначальной версии ГОСТа для нахождения количества сахарозы было необходимо определять титр раствора марганцовокислого калия по

щавелевокислоту аммония и пересчитывать щавелевокислый аммоний на медь. Затем по израсходованному на титрование количеству перманганата находить количество меди и подставив это количество в таблицу находить искомое количество сахарозы. Это существенно затрудняло проведение расчёта. Щавелевокислый аммоний относительно неустойчив и при его использовании титр раствора перманганата зачастую определялся неверно. Использование щавелевокислого натрия позволяет решить эту проблему.

В изменённой редакции ГОСТа для нахождения количества сахарозы достаточно просто подставить в таблицу объём израсходованного на титрование 0,1 н раствора перманганата. Дополнительно, на основании данных Бертрона, с коэффициентом корреляции единица выведена расчётная формула, позволяющая сразу пересчитывать объём перманганата в миллиграммы сахарозы и, следовательно, дающая возможность автоматизировать процесс расчёта. Совокупность внесённых изменений позволила не только повысить достоверность и воспроизводимость результатов, но и существенно упростить методику.

С целью метрологической проверки усовершенствованных методик в Москве в институте хлебопекарной промышленности было проведено две серии лабораторных выпечек модельных образцов хлебобулочных изделий с точно известным составом. Эти образцы были разосланы в три различные лаборатории. Проведённые исследования подтвердили высокую сходимость и воспроизводимость результатов, полученных актуализированными арбитражными методами.

В Санкт-Петербургском филиале института хлебопекарной промышленности подготовлена серия лабораторных выпечек хлебобулочных изделий с различным содержанием жира и сахара. Эти изделия, а также некоторые промышленные образцы, будут проанализированы в институте хлебопекарной промышленности актуализированными арбитражными методами. Параллельно с этим в ООО «ЭКАН» будут измерены в ближней инфракрасной области спектра оптические характеристики соответствующих хлебобулочных изделий и сопоставлены с результатами химических анализов. На основании проведённых исследований будут разработаны градуировочные модели для определения массовой доли жира и сахара в хлебобулочных изделиях БИК-методом (в расчёте на 100 г целого изделия с коркой).

Сведения об авторе

ФИО

Кукин Михаил Юрьевич

Организация

ФГАНУ «Научно-исследовательский
хлебопекарной промышленности»

институт

Адрес 107553, ул. Большая Черкизовская, д. 26а, Москва, Россия
организации
SPIN-код 8996-6417
e-mail m.kukin@gosniihp.ru

Аннотация

Рассмотрены методы определения количества сахарозы. Предложены изменения, способные повысить достоверность результатов и способ автоматизации расчетов.

Ключевые слова: массовая доля сахара, метод Бертрана, спектроскопия.

УДК 543.428

Разделы рубрикатора ГРНТИ 90.27.37

Для заметок

Научное издание

«Технологии. Метрология. Стандартизация»

Материалы II ежегодной международной научно-практической конференции

ISBN 978-5-6049324-0-7



9 785604 932407