

Opracowanie modeli kalibracyjnych dla spektrometru NIRS o zakresie widma 400-2500 nm dla oznaczania glukozyzolanów, białka, NDF, ADF oraz steroli i badania zmienności tych związków w roślinach oleistych.

dr Krzysztof Michalski Instytut Hodowli i Aklimatyzacji Roślin – Państwowy Instytut Badawczy (IHAR-PIB), Radzików, Oddział w Poznaniu Zakład Genetyki i Hodowli Roślin Oleistych ul. Strzeszyńska 36 60-479 Poznań

Temat badawczy 1 Określenie zmienności składu i zawartości glukozyzolanów w próbkach nasion rzepaku.

Celem tematu jest rozbudowanie bazy danych o widma próbek nasion rzepaku reprezentatywnych dla zawartości glukozyzolanów w 2017 roku. Analiza glukozyzolanów w nasionach rzepaku wykonywana jest metodą chromatografii gazowej silylowych pochodnych desulfogukozyzolanów (metoda ze wzorcem wewnętrznym - glukotropeoliną), Dane spektralne zbierane były za pomocą spektrometru NIRS 6500 i programu ISISCAN (FOSS). Zakres widma wynosi od 400 do 2500 nm. Do obliczeń użyto programu WINISI (FOSS) .

Zebrany zbiór próbek obejmuje zmienność występująca w roku 2017 w obszarze Polski zachodniej (Borowo, Małyszyn Poznań), co pozwala wprowadzić do kalibracji zmienność geograficzną i gwarantuje bardziej równomierne wypełnienie kalibrowanego zakresu. Zbiór kalibracyjny zawierający próbki reprezentatywne dla całej populacji i obejmujący dane z kilku lat pozwala na otrzymanie równań bardziej odpornych na nieprzewidziane zmiany składu mierzonych próbek. W 2017 udało się dodać próbki o dużej zawartości glukozyzolanów(do 70 mikromol/g nasion). Całkowity udział próbek o skrajnych wartościach jest niewielki w danej populacji, co wymaga przebadania możliwie dużego zbioru próbek, aby zapewnić dostateczną liczbę próbek o pożądanym składzie chemicznym

Temat badawczy 2. Określenie zmienności zawartości białka, tłuszczu i włókna w próbkach nasion.

Celem tematu jest wyselekcjonowanie we współpracy z hodowcami próbek rzepaku cechujących się zróżnicowaną zawartością białka w nasionach, zeskanowanie widm tychże oraz ich analiza referencyjna. W roku 2017 pozyskano do celów kalibracyjnych 104 próbki rzepaku o zróżnicowanych cechach jakościowych zebranych w różnych miejscowościach (Borowo, Małyszyn, Poznań).. Zebrane próbki poddano analizie referencyjnej (analiza białka metodą Kjeldahla, analiza zawartości włókna metodą van Soesta, analiza zawartości tłuszczu na spektrometrze NMR model MQA 7005). Wybrane próbki obejmują zmienność występująca w roku 2017 w obszarze Polski zachodniej (Borowo, Poznań, Małyszyn) , co pozwala wprowadzić do kalibracji zmienność geograficzną i gwarantuje równomierne wypełnienie kalibrowanego zakresu, a w efekcie pozwala na otrzymanie równań odpornych na nieprzewidziane zmiany składu mierzonych próbek.

Pozyskano próbki o wysokiej zawartości tłuszczu (51,0%) a także zadowalającą zmienność zawartości włókna NDF i ADF oraz białka. Próbki w połączeniu z danymi z roku 2014 i 2015 i 2016 pozwalają wyliczyć równania kalibracyjne dla oznaczanych parametrów z dokładnością wystarczającą do celów pomiarowych.

Temat badawczy 3: Określenie zmienności w składzie i zawartości podstawowych steroli w oleju.

Pobrano próbki nasion rzepaku z linii i odmian będących w opracowaniu w IHAR O/Poznań i spółkach IHAR oraz z kolekcji odmian rzepaku w ilości 60 próbek. Zebrane próbki zeskanowano na spektrofotometrze NIRS 6500 i poddano analizie referencyjnej (analiza

steroli w oleju metodą chromatografii gazowej na chromatografie HP7890a). Wybierając próby do zbioru kierowano się pochodzeniem próbek i zawartością steroli w próbce – preferowane były zróżnicowane zawartości steroli. Zebrany zbiór z lat 2014-2017 został wykorzystany do estymacji możliwości stworzenia równania. Otrzymane kalibracje pozwalają sądzić iż przynajmniej niektóre sterole (cholesterol, campestanol, avenasterol) nadają się do kalibracji.

Temat badawczy 4: **Opracowanie cząstkowych kalibracji NIRS, aby oszacować błąd metody.**

Zebrane widma z wynikami referencyjnymi z lat 2014-2017 użyto do wyliczenia kalibracji na oznaczane parametry. W tabeli 1 zestawiono wyniki błędów kalibracji i walidacji na próbkach zebranych w latach 2014-2017.

Tabela 1 Wartości błędów kalibracji cząstkowych i ich porównanie z błędami z kalibracji 2016-2014

Składnik	Błąd kalibracji 2014-2016	Błąd walidacji skróśnej 2014-2016	Błąd kalibracji 2014-2017	Błąd walidacji skróśnej 2014-2017	Dokładność 14-16 do 14-17	jednostki
Glukonapina	0,6	0,6	0,82	0,87	-	µM/g
Progoitryna	1,3	1,5	2,0	2,0	-	µM/g
Glukobrassycyna	0,1	0,1	0,1	0,1	=	µM/g
4-hydroxyglukobrassycyna	0,6	0,7	0,95	1	-	µM/g
Suma glukozyzolanów	1,9	2,3	2,5	2,6	-	µM/g
Suma steroli	5700	6400	3600	4300	++	ppb
Białko	0,7	0,7	0,7	0,8	-	% masy
Tłuszcz	0,4	0,5	0,6	0,7	--	% masy
NDF	1,2	1,3	1	1,1	++	% masy
ADF	1	1,1	0,8	1,0	++	% masy

Otrzymane wyniki kalibracyjne dla glukozyzolanów dobrze estymują zawartość głównych glukozyzolanów. Błąd pomiaru jest mniejszy od raportowanych w literaturze (ok.4 µM/g) Współczynnik korelacji jest stosunkowo niski co wiąże się z zakresem dostępnej zmienności (większość próbek to próbki niskiej zawartości glukozyzolanów).

Również dokładność równań dla białka, tłuszczu, włókna ADF i NDF jest wystarczająca dla ich praktycznego użytkowania.

Sterole nadal wymagają ulepszenia poprzez powiększenie bazy danych, choć zaplanowano poprawę dokładności estymacji w stosunku do lat poprzednich.

Porównanie błędów dla zbioru 2014-16 i 2014-17 pokazuje stabilizację dokładności dla glukozyzolanów, poprawę dokładności dla steroli oraz NDF i ADF i lekkie pogorszenie dla tłuszczu