ООО «ЭКАН»

ЗЕРНО.
МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ (МВИ)

ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ЗЕРНА (ВЛАЖНОСТИ, МАССОВЫХ ДОЛЕЙ БЕЛКА, ЖИРА, КЛЕТЧАТКИ, ЗОЛЫ, СЫРОЙ КЛЕЙКОВИНЫ (пшеница)) МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ В БЛИЖНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ С ПРИМЕНЕНИЕМ АНАЛИЗАТОРА ИНФРАКРАСНОГО ИНФРАСКАН-1050

№ 4434-011-27520549-2015

г. Санкт-Петербург
2015 г

Предисловие

УТВЕРЖДЕНА:

Генеральный директор ООО «ЭКАН»

_____Г.П. Петров

« 10 » ноября 2015г.

РАЗРАБОТАНА:

Лабораторией ООО «ЭКАН»

Сухоносов И.Г., Илюхина Г.М., Плис Т.Б.

_____

Настоящая МВИ не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и распространена без разрешения ООО «ЭКАН».

Сведения о методике.

1. РАЗРАБОТАНА: ООО «ЭКАН»
2. ИСПОЛНИТЕЛИ: Сухоносов И.Г., Илюхина Г.М., Плис Т.Б.
3. УТВЕРЖДЕНА: ООО «ЭКАН» 10 ноября 2015 г.

Содержание

1. Назначение и область применения……5

2. Нормативные ссылки ……5

3. Нормы погрешности результатов измерений……6

4. Средства измерений, вспомогательные устройства и оборудование ……7

5. Метод измерений……7

6. Требования безопасности ……7

7. Требования к квалификации операторов……7

8. Условия измерений ……8

9. Подготовка к измерениям ……8

10. Выполнение измерений……9

11. Обработка и оформление результатов измерений…… 9

12. Контроль точности результатов измерений……11

Приложение А (Рекомендуемое) Форма записи результатов измерений контроля повторяемости ……13

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ (МВИ)
показателей качества зерновых культур (влажности, массовых долей белка, жира, клетчатки, золы, сырой клейковины (пшеница)) методом спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением анализатора инфракрасного ИНФРАСКАН-1050

Дата введения 10.11.2015

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений влажности, массовой доли белка, сырой клейковины (пшеница), жира, золы, клетчатки (далее МВИ) в зерновых культурах методом спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением анализатора инфракрасного ИНФРАСКАН-1050.

МВИ предназначена для контроля качества зерновых культур.

2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений.

ГОСТ Р 8.581-2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Установки для измерений влажности зерна и зернопродуктов воздушно-тепловые. Методика поверки.

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.

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ Р 52554-2006 Пшеница. Технические условия.

ГОСТ 8.432-81 ГСИ. Влажность зерна и продуктов его переработки. Методика выполнения измерений на образцовой вакуумно-тепловой установке.

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.2.091-2012 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 10846-91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка.

ГОСТ Р 54478–2011 Зерно. Методы определения количества и качества клейковины в пшенице.

ГОСТ 13586.3–2015 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 13586.5–2015 Зерно. Метод определения влажности.

ГОСТ 13496.15-2016 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли сырого жира.

ГОСТ 31675-2012 Корма. Методы определения содержания сырой клетчатки с применением промежуточной фильтрации.

ГОСТ 26226-95 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырой золы.

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 30483–97 Зерно. Методы определения общего и фракционного содержания сорной и зерновой примесей; содержания мелких зерен и крупности; содержания зерен пшеницы, поврежденных клопом – черепашкой; содержания металломагнитной примеси.

3. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Погрешность результатов измерений по данной МВИ не превышает регламентированных значений и соответствует характеристикам приведенным в таблице 1.

Таблица1- Диапазоны измерений показателей качества и характеристики погрешности результатов измерений

Показатель	Диапазон измерений массовой доли, %	Стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Стандартное отклонение воспроизводимости σ_R, %	Границы абсолютной погрешности результатов измерений ±Δ, % (P=0,95)
Влажность	5 - 20	0,2	0,32	0,5
Белок	7 - 20	0,2	0,3	0,6
Клейковина	14 - 42	0,5	1,0	2,0
Жир	1,5 - 4	0,2	0,3	0,4
Зола	1- 2,5	0,2	0,3	0,3
Клетчатка	2 - 5	0,5	0,7	1,0

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И ОБОРУДОВАНИЕ

При выполнении измерения используются следующие средства измерений, вспомогательные устройства и оборудование:

4.1 Средства измерений:

- Анализатор инфракрасный ИНФРАСКАН-1050. Руководство по эксплуатации РЭ 4434-011-27520549-2015 (регистрация в Госреестре СИ под № 62251-15)

4.2 Вспомогательные устройства и оборудование:

-мельница лабораторная, обеспечивающая размол зерна до прохода через сито из проволочной сетки № 08 не менее 95% от массы измельченного образца (например: мельницы лабораторные серии ВЬЮГА, БОРЕЙ или другие аналогичные, обеспечивающие требуемое качество размола).

- устройство для удаления металломагнитных примесей по ГОСТ 17809;
- стеклянные емкости с плотно закрывающимися крышками по ГОСТ 25336 для хранения проб;
- сито лабораторное с размером ячеек 0,8 мм по документу, в соответствии с которым оно изготовлено;
- ложечка, пинцет, шпатель, кисточка.

5. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Сущность метода заключается в измерении отношения двух световых потоков: потока, диффузно отраженного исследуемым образцом, и потока, диффузно отраженного контрольным образцом (эталоном) в ближней инфракрасной области спектра (1400-2500 нм) и расчете массовой доли определяемого компонента с помощью градуировочной модели, полученной по данным измерений образцов с известными значениями содержания определяемых компонентов. На основании результатов измерений на определенных длинах волн производится расчет содержания того или иного компонента в исследуемом образце.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009, а также соблюдать требования, изложенные в эксплуатационной документации на анализатор инфракрасный ИНФРАСКАН-1050.

6.2 При эксплуатации анализаторы должны быть заземлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.091-2012.

7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

7.1 К выполнению измерений на анализаторе могут быть допущены лица со средним или высшим техническим образованием, изучившие руководство по эксплуатации, освоившие методику выполнения измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

8. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С .....…..23± 5 ;
- относительная влажность воздуха, не более, %…80;
- атмосферное давление, кПа ..... 84 - 106,7 (630-800 мм. рт. ст.);
- напряжение питающей сети с частотой 50 Гц, В …… 220 ± 22.

8.2 Анализатор следует эксплуатировать в лабораторном помещении без повышенной опасности поражения электрическим током. В одном помещении с анализатором не следует размещать другие приборы, имеющие незащищенные в отношении радиопомех камеры разряда и устройства зажигания газоразрядных ламп.

8.3 Анализатор следует устанавливать на ровной горизонтальной поверхности, избегая воздействия прямых солнечных лучей и других источников яркого света, на расстоянии не менее 1,5 метров от отопительных приборов. В помещении должны быть обеспечены:

- защитное заземление;
- отсутствие сквозняков, паров кислот, щелочей, масел, бензина, краски и других веществ, влияющих на стабильность работы анализатора;
- отсутствие прямого попадания солнечных и тепловых лучей;
- отсутствие ударных, вибрационных и электромагнитных воздействий на анализатор.

К анализатору должна быть подведена сеть с напряжением 220 В, частотой 50 Гц.

При эксплуатации анализатор должен быть заземлен в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.091-2012.

Рекомендуется подключение прибора к сети электропитания через источник бесперебойного питания (UPS).

После 8 часов непрерывной работы необходимо сделать перерыв (выключить прибор) не менее чем на один час.

9. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

9.1 Отбор проб.

9.1.1 Отбор проб для анализа производится в соответствии с требованиями ГОСТ 13586.3-2015.

9.1.2 Масса исходной пробы должна быть достаточной для проведения измерений – не менее 200 грамм.

9.2 Подготовка пробы.

9.2.1 Зёрно, подлежащее анализу, (исследуемые пробы) подготавливается в соответствии с требованиями, изложенными в руководстве по эксплуатации РЭ 4434-011-27520549-2015 (п.2.2.3), а также в соответствии с ГОСТ:

- для определения влажности ГОСТ 13586.5-2015
- для определения белка ГОСТ 10846-91
- для определения количества клейковины ГОСТ Р 54478-2011
- для определения жира ГОСТ 13496.15-2016
- для определения клетчатки ГОСТ 31675-2012
- для определения золы ГОСТ 26226-95

9.3 Подготовка анализатора к работе.

9.3.1Анализатор инфракрасный ИНФРАСКАН-1050 устанавливают, включают и выводят на режим в соответствии с руководством по эксплуатации РЭ 4434-011-27520549-2015 (п.2.2.2.).

9.3.2 Градуировку анализатора инфракрасного ИНФРАСКАН-1050 проводят в соответствии с руководством по эксплуатации РЭ 4434-011-27520549-2015 (п.2.2.4.).

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Выполнение измерений в режиме «Измерение» по встроенным градуировкам проводят в соответствии с п.2.3.3 РЭ 4434-011-27520549-2015.

10.2 Промеры проб продуктов с уже известными показателями, полученными стандартными методами анализа, в режиме «Архив» предназначены для накопления данных для создания новых калибровочных уравнений или уточнения уже имеющихся, выполняются в соответствии с п. 2.3.4 РЭ 4434-011-27520549-2015.

11. ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1.1 Проверку приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, проводят в следующем порядке:

Определяют расхождение между двумя результатами измерений массовой доли исследуемых компонентов *C*, %, одной и той же пробы в соответствии с требованиями настоящей методики по формуле

$$|C_2 - C_1| \le r, \quad (1)$$

где C_1 – результат первичного измерения массовой доли исследуемого компонента в зерновой культуре, %;

C_2 – результат повторного измерения массовой доли исследуемого компонента в зерновой культуре, %;

r – предел повторяемости (результатов измерений компонентов в зерновой культуре, значения которого указаны в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 - Значения пределов повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Показатель	Предел Повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %
Влажность	0,5	1,0
Белок	0,5	1,0
Клейковина	1,5	3,0
Жир	0,3	0,6
Зола	0,3	0,4
Клетчатка	1,0	2,0

11.1.2 Если абсолютное расхождение между полученными результатами двух измерений (далее - абсолютное расхождение) не превышает предела повторяемости (таблица 2), оба результата измерений признают приемлемыми и в качестве окончательного результата указывают среднеарифметическое значение результатов двух определений.

Если абсолютное расхождение превышает предел повторяемости r, то необходимо получить еще два результата измерений и проверить выполнение условия:

$$C_{\max j} - C_{\min j} \le CR_{0,95}(4), \qquad (2)$$

где $C_{\max j}$- максимальное значение из четырех результатов измерений;

$C_{\min j}$-минимальное значение из четырех результатов измерений;

$CR_{0,95}(4) = 3{,}6\sigma_r$– критический диапазон (при доверительной вероятности P=0,95 и четырех измерениях);

σ_r – стандартное отклонение повторяемости, значения которого указаны в таблице 1.

11.1.3 Если диапазон результатов четырех измерений меньше критического значения диапазона, то в качестве окончательного результата указывают среднеарифметическое значение четырех результатов измерений.

11.1.4 Если диапазон результатов четырех измерений больше критического диапазона, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями раздела 10, а также их обработку в соответствии с требованиями раздела 11 настоящего документа.

11.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Проверку проводят при получении результатов измерений двумя лабораториями.

Для оценки воспроизводимости могут быть использованы пробы зерновой культуры, при этом пробы должны быть однородны, их количество должно быть подготовлено с необходимым для возможных повторных измерений резервом.

Каждая лаборатория получает результаты двух последовательных определений влажности, белка, клейковины, жира, золы, клетчатки и проводит проверку приемлемости.

Совместимость окончательных результатов измерений, полученных двумя лабораториями, проверяют, сравнивая абсолютное расхождение между двумя средними результатами измерений, с критической разностью $CD_{0,95}$,

где $$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}} \quad . \qquad (3)$$

Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

11.3 Полученные результаты регистрируют в протоколах, в которых указывают:

-информацию, необходимую для идентификации пробы измеряемого материала;

- дату отбора пробы и выполнения измерений;

- результат измерения;

- погрешность измерений;

- фамилию оператора;

- обозначение МВИ.

Результаты измерений удостоверяет лицо, проводившее измерения, а при необходимости - руководитель (главный метролог) организации (предприятия), подпись которого заверяют печатью.

12. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности результатов измерений осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 .

Контроль погрешности результатов измерений влажности проводится одним из следующих способов.

12.1 Контроль погрешности измерений влажности.

В качестве средств контроля используется комплект проб зерна, приготовленных и аттестованных по ГОСТ Р 8.581-2001.

Контроль погрешности с применением аттестованных проб состоит в сравнении аттестованного значения влажности пробы – C, с результатом измерения ее влажности на анализаторе – W.

За результат контрольного измерения принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных контрольных определений в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на анализатор в случае, если они удовлетворяют требованиям контроля повторяемости по 11.1.

Результат контрольной процедуры $\hat{\delta}$ – оценку погрешности результата измерений влажности рассчитывают по формуле:

$$\hat{\delta} = W - C \qquad (4)$$

Процедуру проведения контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$\hat{\delta} \leq \Delta, \qquad (5)$$

где Δ – границы допускаемой абсолютной погрешности по Таблице 1.

При невыполнении условия (5) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

12.2 Контроль погрешности измерений массовых долей белка, сырой клейковины, жира, золы, клетчатки использованием методики сравнения.

В качестве средств контроля выполняют рабочие пробы. В качестве методики сравнения по ГОСТ Р 8.563-2009 выбирают методы, регламентированные одним из следующих стандартов:

ГОСТ 10846-91 при контроле погрешности результатов измерений белка в зерне;

ГОСТ 13586.1-68 при контроле погрешности результатов измерений содержания клейковины;

ГОСТ 13496.15-2016 при контроле погрешности результатов измерений жира в зерне;

ГОСТ 31675-2012 при контроле погрешности результатов измерений клетчатки в зерне;

ГОСТ 26226-95 при контроле погрешности результатов измерений золы в зерне.

Контроль погрешности результатов измерений анализируемого компонента с применением методики сравнения состоит в сравнении результатов контрольных измерений одной и той же пробы на анализаторе и по методике сравнения.

Результат контрольной процедуры $\hat{\delta}$ – оценку погрешности результата измерений каждого показателя рассчитывают по формуле:

$$\bar{} \quad C - C_{ат} \leq \Delta. \qquad (6)$$

С – результат измерений анализируемого показателя на анализаторе

$C_{ат}$ - результат измерений анализируемого показателя по методике сравнения

Процедуру проведения контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$\hat{\delta} \leq 1{,}41\Delta, \qquad (7)$$

где Δ – границы допускаемой абсолютной погрешности при измерении белка, клейковины, жира, золы, клетчатки по Таблице 1.

При невыполнении условия (7) повторяют измерения с использованием другой пробы. При повторном невыполнении условия (7) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Рекомендуемое)

ФОРМА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ
КОНТРОЛЯ ПОВТОРЯЕМОСТИ

Дата измерения	Наименование измеряемого образца	Наименование показателя	Первый результат измерения C_1, %	Второй результат измерения C_2, %	Предел повторяемости r,%	Норматив предела повторяемости r,%	Измерения проводил
		Влажность					
		Белок					
		Клейковина					
		Жир					
		Зола					
		Клетчатка					
		Влажность					
		Белок					
		Клейковина					
		Жир					
		Зола					
		Клетчатка					
		Влажность					
		Белок					
		Клейковина					
		Жир					
		Зола					
		Клетчатка					