

УДК 006 : 65.018(042.4)

Е.А. Рамазанова-Стёпкина

ООО «Международная школа технического законодательства и управления качеством», Киев

ВЛИЯНИЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ОПЕРАЦИЙ ПРИ ОЦЕНКЕ КАЧЕСТВА ЗЕРНА

В рамках обеспечения качества испытаний и достижения достоверности результатов испытаний проблемным является вопрос нестабильности количественно-качественных характеристик зерна, что вызывает необходимость изучения возможностей применения методов и оборудования для их определения. Анализ метода БИК-спектроскопии показал актуальность применения теории неопределенности в контрольно-измерительных операциях при оценке качества зерна.

БИК-спектроскопия, БИК-анализатор, контрольный образец, градуировочные образцы, методическая неопределенность, инструментальная неопределенность, неопределенность образца

Известно, что сортовой состав пшеницы в Украине позволяет ожидать получение товарных партий зерна с высокими хлебопекарскими свойствами. Активное внедрение международных стандартов по определению количества и качества зерна при совершении торговых операций, внедрение экспресс методов анализа качества зерна (в частности отмывание клейковины на оборудовании Глютоматик, определение нескольких показателей качества зерна пшеницы на оборудовании FOSS ТЕКАТОР), вызвало необходимость изучения возможностей применения методов и оборудования для определения количественно-качественных показателей украинской пшеницы.

При этом следует отметить, что качество зерна в национальных стандартах (ДСТУ), российских, международных, американских стандартах, европейской директиве № 824 и сопутствующих ей европейских стандартах – определяется такими характеристиками: зерна битые, зеленые, поврежденные вредителями (в частности клопом-черепашкой), поврежденные при сушке, зерна с измененным цветом зародыша, пятнистые и фузариозные, проросшие, испорченные. Определяющим показателем для

оценки хлебопекарских свойств зерна, для отнесения зерна к соответствующему классу в соответствии с ДСТУ 3768:2004 – является показатель количества и качества клейковины в зерне. Здесь следует отметить, что ни один стандарт не рассматривает пшеницу как биохимический объект, в котором во время всего жизненного цикла протекают процессы жизнедеятельности, влияющие на количественно-качественные показатели зерна. Поэтому в стандартах при определении количества и качества клейковины в зерне не учитываются последствия известного послеуборочного дозревания здорового, не поврежденного клопом-черепашкой, зерна. В процессе послеуборочного дозревания (30-45 дней) происходит уменьшение количества клейковины и улучшение ее качества по оборудованию ИДК вследствие природной глобуляризации молекул белка клейковинного комплекса, поэтому может измениться класс, к которому во время уборки была отнесена партия пшеницы. Процессы изменения в белковом комплексе протекают весь срок хранения зерна, но с меньшей интенсивностью. При этом содержание белка не меняется, а физические способности теста из такого зерна улучшаются [1].

Для формализации задач управления количественного и качественного анализа объектов органического происхождения и исключения субъективного влияния на этот процесс управления разработан метод спектроскопии в ближней инфракрасной области (далее БИК-спектроскопия). Метод основан на измерении спектров отражения или пропускания образцов в спектральном интервале проявления составных частот и обертонов фундаментальных частот колебаний молекул воды, белка, жира, клетчатки, крахмала и других важных компонентов исследуемых проб с последующим расчетом величины показателя по встроенной в анализатор градуировочной модели. Измерения проводятся на БИК-анализаторе. Спектральная БИК-область охватывает диапазон длин волн 750 – 2500 нм (0,75 – 2,5 мкм) или диапазон волновых чисел 13333 – 4000 см⁻¹ [2]. Излучение в этой спектральной области имеет большую проникающую способность и одновременно совершенно безопасно для биологических объектов. Благодаря этому можно анализировать цельное зерно различных культур, в том числе, без какого-либо ущерба для посевного материала. Главными преимуществами БИК-анализаторов являются: экспрессность измерений, отсутствие пробоподготовки и реактивов, измерение показателей проб неразрушающим контролем. Сам процесс анализа занимает 2 – 3 минуты.

Очевидно, что при вышеуказанных характеристиках качества зерна отсутствует количественная шкала и создается натуральная шкала, которая строится на нечетких множествах лингвистических переменных. Метод БИК-спектроскопии позволяет перевести лингвистическую шкалу в количественную шкалу. Однако при переходе от лингвистической шкалы к количественной имеют место методическая и инструментальная неопределенности, так как измерения на БИК-анализаторе выполняются косвенным методом и анализатор нуждается в предварительной калибровке и установлении градуировочных зависимостей между аналитическим сигналом (спектром) и откликом (значением показателя в образце). Спектрометр многократно регистрирует спектральный сигнал от встроенного эталона и анализируемого образца, а компьютер усредняет этот сигнал за определенный промежуток времени и сохраняет усредненный спектр образца в своей памяти. После этого производится программная обработка спектра. В случае количественного анализа по встроенной (предварительно рассчитанной) математической модели – градуировке – компьютер производит расчет одного или нескольких показателей для анализируемого образца. Если проводится качественный анализ, то компьютер для анализируемого образца выполняет сравнение его спектра со спектрами образцов из базы данных анализатора и с определенной вероятностью математической модели устанавливает наилучшее соответствие между анализируемым образцом и образцом из базы, т.е. идентифицирует исследуемый образец.

Здесь очевидно, что кроме неопределенности относительных измерений возникает специфическая задача отбора градуировочных образцов в связи с неопределенностью образцов и их однородностью [3]. Согласно методики данного метода [2] для оперативного контроля качества градуировки одновременно с составлением градуировочного набора на том же самом материале должна быть составлена контрольная серия образцов с целью ее последующего использования в течение сезона. Образцы серии не включаются в состав градуировочного набора, их количество должно быть не менее 20 и они должны иметь результаты химического анализа (референтные данные), выполненные стандартизованным методом. Референтные значения должны «попадать» в рабочий диапазон градуировки «сверху», «в середине» и «снизу». Однако, как было указано выше, процессы изменения в белковом комплексе протекают весь срок хранения образцов зерна, что формирует еще одну составляющую неопределенности, обусловленную изменением качественных характеристик образцов зерна во времени, что требует дополнительных исследований.

Таким образом, разработка рабочей градуировки, с одной стороны, необходима каждый раз, как только поступают образцы нового урожая, образцы зерна другого сорта/класса, в начале нового сезона, нестабильности показателей качества по результатам химических лабораторий; с другой стороны требует выполнения следующих стадий:

- 1) отбор по определенным критериям и накопление материала образцов для их последующего использования в качестве градуировочных;
- 2) выполнение химического анализа материала образцов согласно стандартизованным методикам выполнения измерений в аккредитованных на данный вид измерений лабораториях;
- 3) запись спектральной информации для сформированного набора образцов на БИК-анализаторе и занесение референтных данных (результатов химического анализа) для каждого из образцов;
- 4) расчет градуировочной модели по определенному алгоритму с последующей оценкой ее адекватности с использованием программного обеспечения БИК-анализатора;
- 5) проверка метрологических характеристик рабочей градуировки на дополнительном наборе образцов с установленными значениями показателей и не включенных в градуировочный набор (контрольные образцы).

Очевидно, что вышеперечисленные стадии разработки рабочей градуировки представляют собой ряд источников неопределенности, существенность которых требует оценки, для того чтобы доказать точность измерений.

Таким образом, на качество результатов испытаний влияет точность результатов измерений, которая, в свою очередь, определяет достоверность результатов испытаний. Анализируя вышеприведенный

матеріал, можна зробити висновок, що якість випробувань і достовірність результатів випробувань залежить від застосованої теорії в оцінці точності вимірювань. Застосовуючи класическу теорію похибок в контрольних-вимірних операціях при оцінці якості зерна, можна втратити значительную частину в достовірності результатів випробувань. Тут актуальність набуває теорія невизначеності.

Список литературы

1. Рибалка О.І., Соколов В.М., Топораши І.Г., Черво-ніс М.В., Парфентьев М.Г. Якість зерна озимої пшениці

урожаю 2006 року // Збірник наук. праць Селекційно-генетичного інституту. – Одеса: СГІ, 2007. – С. 40-52.

2. Шептун В.Л. Введение в метод спектроскопии в ближней инфракрасной области: Методическое пособие – К.: Центр методов инфракрасной спектроскопии ООО «Аналит-Стандарт», 2005. – 85 с.

3. Семенко Н.Г., Панева В.И., Лахив В.М. Стандартне образцы в системе обеспечения единства измерений. – М.: Изд-во стандартов, 1990. – 288 с.

Поступила в редколлегию 30.05.2007

Рецензент: канд. техн. наук, доц. А.Б. Егоров, Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков.