

ООО «ЭКАН»

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ
ИЗМЕРЕНИЙ (МВИ)
СОДЕРЖАНИЯ ГЛЮКОЗИНОЛАТА И ЭРУКОВОЙ КИСЛОТЫ В СЕМЕНАХ РАПСА
МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ В БЛИЖНЕЙ ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ
С ПРИМЕНЕНИЕМ АНАЛИЗАТОРА «ИНФРАСКАН»

МВИ 4434-013-27520549 2023

Санкт-Петербург
2023

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации - ГОСТ Р 1.0 - 2012 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения».

В настоящей методике учтены основные нормативные положения Американского стандарта AOCS Am 1-92, reapproved 2009* «Определение масличности, содержания влаги и летучих веществ и протеина методом ИК-спектроскопии в ближней инфракрасной области» («Determination of Oil, Moisture and Volatile Matter, and Protein by Near-Infrared Reflectance», NEQ) в части калибровки ИК-анализатора, подготовки пробы и основных положений проведения измерения.


1. РАЗРАБОТАНА: ООО «ЭКАН»
2. ИСПОЛНИТЕЛИ: Щеткин И.С., Плис Т.Б., Косарев Д.В.
3. УТВЕРЖДЕНА: Ген. Директор ООО «ЭКАН» Петров Г.П. 19 января 2023 г.

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

Сведения о методике

УТВЕРЖДЕНА:

Ген. директор ООО «ЭКАН»

 Г.П. Петров

«19» 01 2023 г.

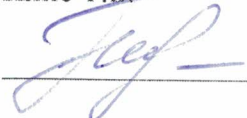
РАЗРАБОТАНА:

Лабораторией ГК «ЭКАН»:

Щеткин И.С.



Плис Т.Б.



Косарев Д.В.





Оглавление

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	5
2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	5
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ.....	6
4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И	6
ОБОРУДОВАНИЕ.....	6
5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ.....	6
7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.....	7
ГОСТ 12.2.091-2002.....	7
8. ГРАДУИРОВКА ИК-АНАЛИЗАТОРА	7
9. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ.....	8
10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ.....	9
11. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДА	9

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ (МВИ)
содержания глюкозинолата и эруковой кислоты в семенах рапса методом
спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением анализатора
«ИНФРАСКАН»**

Дата введения: 19.01.2023

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений содержания глюкозинолата и эруковой кислоты в семенах рапса (далее МВИ) методом спектроскопии в ближней инфракрасной области с применением анализатора «ИНФРАСКАН-3150», «ИНФРАСКАН-М» (модификации 3151, 4200)

МВИ предназначена для выполнения измерений содержания глюкозинолата и эруковой кислоты в семенах рапса.

2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений.

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 12.2.091-2002 Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 10852-86 Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб.

AOCS Official Method Ak 1 - 92 Determination of Glucosinolate Content in Rapeseed and Canola By HPLC.

3. 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.

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И ОБОРУДОВАНИЕ

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

4.1. Средства измерений:

4.1.1. Анализатор инфракрасный «ИНФРАСКАН»

4.2. Вспомогательные устройства и оборудование:

- стеклянные емкости с плотно закрывающимися крышками по ГОСТ 25336-82 для хранения проб;

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-2017, а также соблюдать требования, изложенные в эксплуатационной документации на анализатор.

5.2. Для подключения анализатора к питающей сети **ОБЯЗАТЕЛЬНО** пользоваться розеткой с заземляющим контактом.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

6.1. 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.

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. 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 .

7.2. 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.

7.3 Анализатор следует устанавливать на столе, избегая прямого освещения солнечным светом и светом от других ярких источников. Обогревательные приборы следует размещать не ближе 1,5 м от анализатора. 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 12.2.091-2002

8. ГРАДУИРОВКА ИК-АНАЛИЗАТОРА

Градуировочные модели рассчитывают с помощью многофакторного анализа по спектрам градуировочных образцов с известными значениями определяемых параметров, в соответствии с руководством по эксплуатации ИК-анализатора и программного обеспечения¹.

Градуировочные образцы представляют собой образцы семян рапса с известными значениями глюкозинолата и эруковой кислоты, определенными стандартными методами.

Для градуировки ИК-анализатора по каждому показателю используют не менее 40

¹ Расчет производится специалистом ГК «ЭКАН»

градуировочных образцов. Образцы подбирают таким образом, чтобы значения массовых долей анализируемого показателя в наборе для градуировки равномерно распределялись по всему диапазону измерений. Значение коэффициента корреляции градуировочной модели должно составлять не менее 0,8.²

Подготовка образцов для градуировки ИК-анализатора выполняется в соответствии с п. 9.2.

Проверку правильности градуировки осуществляют по 10 образцам, не использовавшимся в построении градуировки, с известными значениями анализируемых показателей, установленными стандартными методами. Рассчитывают расхождение между показаниями ИК-анализатора и значением, определенным стандартным методом. Среднее значение отклонения ΔX вычисляют по формуле:

$$\Delta X = \frac{\sum |X_{\text{ИК}} - X_{\text{ст}}|}{n},$$

где $X_{\text{ик}}$ - значение показателя, полученное методом ИК-спектроскопии;

$X_{\text{ст}}$ - значение показателя, полученное стандартным методом;

n - количество образцов, использованных для проверки градуировки (10).

Значение ΔX не должно превышать погрешности, установленной данной МВИ (табл 1). Если это условие не соблюдается, то градуировку дополняют новыми образцами или выполняют заново.

Проверку правильности градуировки проводят непосредственно после выполнения градуировки, а в дальнейшем - периодически, в соответствии с программой производственного контроля.

9. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

Перед проведением измерений должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- отбор и подготовка проб;
- подготовка анализатора к работе;

9.1. Отбор и подготовка проб;

Пробу семян рапса перед измерением следует вручную очистить от сорной примеси. Хорошо перемешанную пробу помещают в кювету прибора в соответствии с инструкцией к прибору.

² Расчет производится специалистом ГК «ЭКАН»

Температура пробы должна соответствовать температуре окружающей среды. В случае, если температура пробы отличается от допустимой, то пробу выдерживают при температуре (15 ... 30°C) в течении не менее 1 часа;

9.2. Подготовка анализатора к работе:

9.2.1. Анализатор инфракрасный «ИНФРАСКАН» устанавливают, включают и выводят на режим в соответствии с руководством по эксплуатации.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Измерения массовой доли компонентов (содержания глюкозинолата и эруковой кислоты в семенах рапса) проводится по встроенным градуировкам (в режиме Измерение) в соответствии с п.3.5. руководства по эксплуатации анализатора инфракрасного «ИНФРАСКАН».

Управление работой измерительного блока осуществляется с помощью сенсорного дисплея (рис.1.1., рис.3.1. РЭ).

10.2. Коррекцию калибровок прибора по образцам проводят в соответствии с п.3.7. руководства по эксплуатации анализатора инфракрасного «ИНФРАСКАН». Образцы для коррекции должны отвечать требованиям раздела 9.1. настоящей МВИ и охватывать весь диапазон измерений.

11. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДА

11.1. Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости.

Расхождение между максимальным и минимальным результатами трех измерений, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать значений критических диапазонов для $n = 3$, $CR_{0,95}(3)$, приведенных в таблице 1.

11.2. Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между средними значениями результатов измерений, полученными в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на идентичных анализируемых объектах, разными операторами, с использованием различного оборудования, при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать значений

критических разностей $CD_{0,95}$, приведенных в таблице 1.

11.3. Показатели точности и прецизионности.

Показатели точности и прецизионности измерений массовой доли контролируемых показателей при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Определяемый показатель	Диапазон измерений	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$	Критический диапазон, $CR_{0,95}(3)$ $n = 3$	Критическая разность $CD_{0,95}$ $n_1 = n_2 = n_3$
Глюкозинолат, мкмоль/г	От 0 до 20	4	6	10
Глюкозинолат, %	От 0 до 0,83	0,2	0,25	0,42
Глюкозинолат, мкмоль/г	От 20 до 72	6	10	10
Глюкозинолат, %	От 0,83 до 3,0	0,25	0,42	0,42
Эруковая кислота, %	От 0,1 до 5,0	0,5	0,4	0,6

Примечание: Для перерасчета результатов, выраженных в мкмоль/г сухого вещества, в результаты, выраженные в процентах, содержание глюкозинолатов в мкмоль/г сухого вещества следует поделить на коэффициент 24.

Ключевые слова: семена рапса, метод ИК-спектроскопии в ближней инфракрасной области, условия определения, подготовка пробы, требования безопасности, выражение результатов.