

СИСТЕМНІСТЬ КОНТРОЛЮВАННЯ ЯКОСТІ ТА БЕЗПЕЧНОСТІ ЗЕРНА

С.І. Олійник, к.т.н., доцент

Національний університет харчових технологій

В.П. Ковальчук, к.т.н., ст.н.с.

ДНУ „УкрНДІспиртбiопрод”

В основі державної системи управління якістю зерна лежить його стандартизація, що дає змогу встановити групу та клас, тому актуальною є системність під час оцінювання відповідності. Для виробничих або контролюючих лабораторій, що проводять фізико-хімічні, токсикологічні та радіологічні визначення зерна обов'язковим є встановлення їх технічної компетентності на основі процедур контролювання якості та стабільності результатів випробувань. Для цього проводять міжлабораторні порівняльні випробування з застосуванням стандартних зразків (СЗ) з визначеними атестованими значеннями основних показників.

Чинний в Україні ГОСТ 8.315 встановлює перелік необхідних засобів для метрологічної атестації СЗ зерна. Допускається використовувати різні методики атестації: використання еталонів (зразкових засобів вимірювання), застосування атестованих методик виконання вимірювань та експериментальної процедури виготовлення СЗ.

Для забезпечення простежуваності атестованих характеристик згідно з настановами ДСТУ-Н ISO Guide 35 використовують референтні («первинні») методи вимірювання, такі як кулонометрія, гравіметрія, а також методи порівняння з використанням СЗ.

Встановлено, що проводити атестацію СЗ зерна не можливо із застосуванням референтних методів, так як вони не призначені для визначення фізико-хімічних показників), а також за розрахунково-експериментальною процедурою, яка не дає задовільної точності досліджень. Таким чином, оптимальним є метод міжлабораторного порівняння для встановлення атестованих значень показників та їх невизначеностей у матеріалі зерна.

Під час міжлабораторної атестації СЗ використовують результати вимірювань декількох незалежних лабораторій за одним або різними методами випробувань. Це дає змогу дослідити та більш точно встановити невизначеність атестованого значення і визначити характеристики стабільності СЗ.

На основі проведеного аналізу встановлено та систематизовано показники (фізико-хімічні, токсикологічні, радіологічні, пестициди, мікотоксини) за якими встановлюють якість зерна:

- пшениці згідно з ДСТУ 3768 (натура, склоподібність, масова частка білка, масова частка клейковини, якість клейковини; токсичні елементи: ртуть, миш'як, мідь, свинець, кадмій, цинк; мікотоксини: афлатоксин В₁, зеараленон, Т-2 токсин, дезоксиниваленон (вомитоксин), патулін; пестициди; радіонукліди: стронцій-90 і цезій-137),

- ячменю згідно з ДСТУ 3769 (натура, масова частка білка; токсичні елементи: ртуть, миш'як, мідь, свинець, кадмій, цинк; мікотоксини: афлатоксин В₁, зеараленон, Т-2 токсин, дезоксиниваленон (вомитоксин), патулін; пестициди; радіонукліди: стронцій-90 і цезій-137),

- кукурудзи згідно з ДСТУ 4525 (токсичні елементи: ртуть, миш'як, мідь, свинець, кадмій, цинк; мікотоксини: афлатоксин В₁, зеараленон, Т-2 токсин,

дезоксиниваленон (вомитоксин), патулін; пестициди; радіонукліди: стронцій-90 і цезій-137).

Під час приготування вихідного матеріалу зерна для отримання СЗ від партії зерна відбирали точковими пробами виїмки з різних місць, оглядали їх і порівнювали між собою для встановлення однорідності. Кількість зразків необхідних для встановлення однорідності, залежить від числа проб, необхідних для дослідження однорідності між екземплярами стандартного зразку. Мінімальна кількість довільно вибраних екземплярів стандартних зразків – від 10 до 30, але не менше 10. Оцінку стабільності зразку виконували із застосуванням двовибіркового t-критерію.

Зміна складу (властивостей) між екземплярами стандартного зразка в партії дає змогу встановити складову частину і невизначеність атестованого значення стандартного зразка.

Вибраний вихідний матеріал, може бути підготовлений за декількома етапами підготовки, які можуть включати: сушіння, пропсіювання, розділення, фасування.

Сукупність точкових проб стаповить об'єднану пробу. У разі однорідності виїмок партію зерна також вважають однорідною, і всі виїмки зсипають разом в задалегідь підготовлену тару.

Об'єднану пробу поміщали в чисту, міцну, не заражену шкідниками хлібних запасів тару, щоб не змінилася якість відібраного зерна.

Для визначення вмісту компонента в матеріалі СЗ є середній результат, отриманий за результатами визначень від кожної лабораторії-виконавця атестаційного визначення.

Результати міжлабораторного експерименту обробляли таким чином:

- розглянули протоколи вимірювань на наявність грубих технічних або аналітичних помилок;
- апроксимували експериментальні дані за допомогою нормального розподілу за критерієм Шапіро-Уїлка;
- розглянули протоколи вимірювань на наявність статистичних помилок, викидів за критерієм Граббса при довірчій ймовірності 95 %;
- перевірили гіпотезу щодо приналежності середніх арифметичних рядів даних, наданих учасниками міжлабораторного експерименту до однієї вибірки;
- розрахували атестовані значення нормованих метрологічних характеристик та їх невизначеності, перевірили відповідність цих значень метрологічним вимогам, встановленим завданням.

Під час оцінювання використовувати робастні методи, які є стійкими до виду вихідного розподілу та наявності “грубих промахів” у виборці.

Для розрахунку атестованого значення із сукупності результатів були виключені промахи відповідно до ДСТУ ISO 5725-2.

Стандартне відхилення оцінки компетентності, приписане значення розраховувалося, як робастне середнє результатів, що фіксуються всіма учасниками між лабораторного випробування, обчисленим при використанні алгоритму відповідно до ДСТУ ISO 13528.

Виготовлені галузеві стандартні зразки зерна призначені для проведення раундів програми міжлабораторних порівнянь результатів випробувань за якісними показниками зерна, для перевірки точності вимірювань показників якості за стандартизованими методиками у вимірювальних лабораторіях та для практичного застосування, повноваження яких поширено на зазначену сферу діяльності.