FOSS

Тематическая статья FOSS

Обновлено: Сравнение глобальной NIR ANN-калибровки FOSS с эталонными методами:

Восьмилетнее глобальное исследование

Автор: Томас Нильссон, FOSS

Апрель 2014

Dedicated Analytical Solutions

Обновлено: Сравнение глобальной NIR ANN-калибровки FOSS с эталонными методами: Восьмилетнее глобальное исследование

Автор: Томас Нильссон, FOSS

Введение
В 2012 году компания FOSS опубликовала тематическую статью о результатах пятилетнего межлабораторного исследования, проведенного с Европейскими зерновыми сетями, которое продемонстрировало выдающуюся точность и стабильность ANN-калибровки для зерна пшеницы и ячменя с анализатором FOSS Infratec 1241. В этом документе рассмотрен 25-летний сбор данных, отражающих сезонные и географические вариации и то влияние, которое они оказали на калибровки, занявшие уникальное положение в качестве платформы для передовых операций анализа зерна. Теперь NIR-калибровка является глобальным стандартом для измерения белка и влаги в цельном зерне пшеницы и ячменя и, возможно, превосходит характеристики эталонных методов.

FOSS продолжил это межлабораторное исследование в годы после выпуска первого документа и расширил его охват, включив ряд дополнительных участников из производителей зерновых во всем мире. Помимо традиционных участников из Европы, новые участники из Австралии, Канады, Южной Африки и Испании способствовали дальнейшему повышению значения этой важной работы. Настоящее обновление оригинальной тематической статьи включает в себя эти новые данные.

Предмет межлабораторного исследования
Ежегодные совместные исследования для Европейской зерновой сети (EGN) проводятся FOSS уже более 15 лет. Первоначальная цель заключалась в согласовании различных местных и региональных зерновых сетей, действующих во всей Европе, чтобы исследовать различия между главными эталонными лабораториями, производить любые необходимые корректировки калибровок и информировать членов EGN по этим вопросам. Межлабораторные исследования были усовершенствованы в 2006 г. благодаря улучшению потока информации между членами сети и за счет стандартизированной ежегодной проверки ANN-калибровки согласно EN ISO 12099. Для проверки используются образцы из фактического урожая разных стран и применяются эталонные методы, действующие в разных странах. За последние 8 лет ежегодных межлабораторных тестов более 50 организаций из 20 стран приняли участие в этих успешных проверках. Результаты публиковались в докладах и представлялись на ежегодных совещаниях Зерновой сети, которые проводятся FOSS в марте с участием более 50 делегатов, представляющих ряд крупнейших мировых зернообрабатывающих компаний и их поставщиков лабораторных услуг по определению качества зерна.

В межлабораторном исследовании анализируются примерно по 10 образцов пшеницы и ячменя различного происхождения. Образцы, собранные из разных сетей, очищаются, гомогенизируются, разделяются и отправляются участникам для

анализа. Результаты анализов, проведенных на местах с использованием приборов Infratec, а также эталонными методами определения белка и влаги, отправляются в FOSS для оценки. Ежегодно в межлабораторном исследовании принимают участие от 10 до 20 сетей, обеспечивая надежную основу для полученных результатов.

Таблица 1: Страны, представленные в межлабораторном исследовании 2014 г.

Австралия	Германия
Австрия	Нидерланды
Канада	Польша
Дания	Португалия
Финляндия	Южная Африка
Франция	Испания
Литва	Швеция
Великобритания	

Для дальнейшего расширения межлабораторного исследования в 2014 г. в него были добавлены семена рапса/канолы. Для этого продукта данные собирались только 3 года, поэтому мы решили не включать их в настоящий доклад.

Результаты

В таблице 2 приведена сводка результатов межлабораторного исследования Всемирной зерновой сети (WGN) 2014 г. В частности, интересно отметить, что воспроизводимость метода FOSS ANN лучше, чем эталонного метода для белка и почти одинакова для влаги.

Таблица 2: Результаты межлабораторного исследования WGN 2014.

WGN 2014 all samples *(2013 harvest of Wheat and Barley)*	Ref. methods	local models	FOSS ANN
Protein, range		8.2 % - 15.2 %	
Mean (%)	11.44	11.56	11.49
deviation from mean		0.12	0.05
SD reproducibility	0.18	0.17	0.11
RSD reproducibility	1.6	1.5	1.0
Moisture, range		11.5 % - 13.6 %	
Mean (%)	12.76	12.84	12.75
deviation from mean		0.08	-0.01
SD reproducibility	0.22	0.15	0.06
RSD reproducibility	1.8	1.2	0.5

Как следует из таблицы 2, локально скорректированные прогнозирующие модели ANN отклоняются от эталонных методов больше, чем глобальная прогнозирующая модель ANN, как по средним прогнозируемым значениям, так и по воспроизводимости. По-видимому, некоторые из национальных эталонных методов отходят от усредненного эталонного метода, что приводит к соответствующей корректировке прогнозирующих моделей.

В некоторых случаях локально применяемая прогнозирующая модель ANN имеет отличную версию или разработана строго на одном виде зерна. Результаты глобальной прогнозирующей модели ANN явно указывают, что надежность и точность могут быть получены без специализации на определенный тип зерна или корректировки под соответствующий национальный эталонный метод. Таким образом, суть межлабораторного исследования заключается в поддержании соответствия эталонных методов и выяснении, следует ли корректировать локальные прогнозирующие модели ANN или сам эталонный метод.

ANN-калибровка FOSS основана на очень большой базе данных, охватывающих широкий диапазон значений белка и влаги, а также широкий спектр вариаций других факторов, таких как год урожая, сезонные условия, география, тип и сорт зерна, температура инструмента и образца. Включение всех этих переменных делает ANN-калибровку очень надежной. Калибровочный набор для WB003034 показан в таблице 3.

Таблица 3: Количество включенных образцов (N) и диапазоны, охваченные в WB003034.

Параметр	N	Мин	Макс
Влажность	10 572	6.2 %	30.0 %
Белок (на а.с.в.)	30 092	6.7 %	23.7 %

Калибровка протестирована в соответствии с ISO 12099 и EN15948:2012 с использованием независимых тестовых наборов образцов пшеницы и ячменя, отобранных из различных частей света, представляющих различные классы, сорта и условия выращивания. Для получения оптимизированной ANN-калибровки использовались более 50 независимых контрольных наборов образцов из 14 стран. Цель заключалась в получении наилучших результатов, в общей точности, повторяемости, возможности передачи данных между инструментами, а также способности обрабатывать изменения температуры зерна без каких-либо существенных недостатков в любой из этих областей. Сводка общих характеристик приведена в таблице 4.

Таблица 4: Результаты проверки производительности WB003034 для полного контрольного набора.

Параметр	Вид зерна	N	Погрешность измерения	Мин	Макс	RSQ
Влажность	Все	4 600	0.24	7.8 %	29.9 %	0.99
Белок (на а.с.в.)	Все	11 822	0.27	6.9 %	24.0 %	0.99
Влажность	Ячмень	2251	0.22	8.6 %	27.9 %	0.99
Белок (на а.с.в.)	Ячмень	3963	0.30	7.3 %	17.7 %	0.97
Влажность	Пшеница	2349	0.25	7.8 %	29.9 %	0.99
Белок (на а.с.в.)	Пшеница	7857	0.27	6.8 %	24.0 %	0.99

N: Количество образцов в независимом контрольном наборе данных.
Погрешность: Результирующая погрешность выражена как SEP (среднеквадратическая ошибка предсказания) массовой процентной доли компонента.
Min: Минимальное значение в контрольном наборе
Макс: Максимальное значение в контрольном наборе.
RSQ: Полный линейный коэффициент корреляции между расчетными результатами ANN и результатами эталонного химического анализа.

Обратите внимание, что значения точности и корреляции, приведенные в таблице 4, зависят от точности эталонных значений. Прогнозы сделаны с помощью этой модели без какой-либо коррекции смещения.

В общей сложности использованные независимые контрольные наборы состояли из 4600 образцов для влаги и 11 822 для белка. При использовании столь больших наборов данных неизбежно возникает проблема воспроизводимости результатов между лабораториями из-за неконтролируемых вариаций между различными участвующими эталонными лабораториями. Отдельные меньшие независимые контрольные наборы, основанные, как правило, на данных из одной лаборатории, обычно дают гораздо лучшие результаты, чем в среднем для всего проверочного набора. В примере, показанном в таблице 5, все эталонные измерения были выполнены в одной лаборатории.

Таблица 5: Результаты проверки WB003034 для одного контрольного набора (пшеница, урожай 2007 года, одна страна, одна эталонная лаборатория).

Параметр	N	Погрешность измерения	Мин	Макс	RSQ
Влажность	75	0.14	1.12 %	23.70 %	0.999
Белок (на а.с.в.)	67	0.16	9.70 %	16.30 %	0.991

Обсуждение

Надежность ANN-калибровки доказывается ее долговременной стабильностью. На рис. 1 показана стабильность предсказания белка в течение последних 8 лет. График стабильности для предсказания влаги показан на рис. 2.

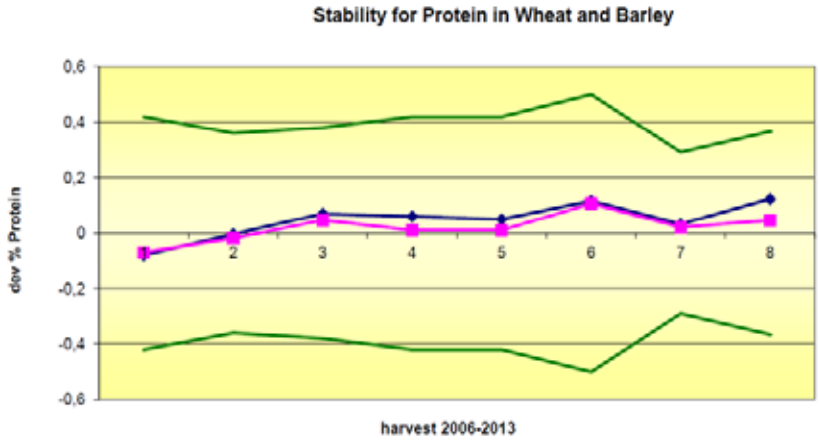

Рисунок 1: Средние отклонения предсказанных значений белка от наилучшей оценки истинного значения в течение прошлых пяти лет. Розовый график – глобальная ANN и темно-синий – локальная ANN.

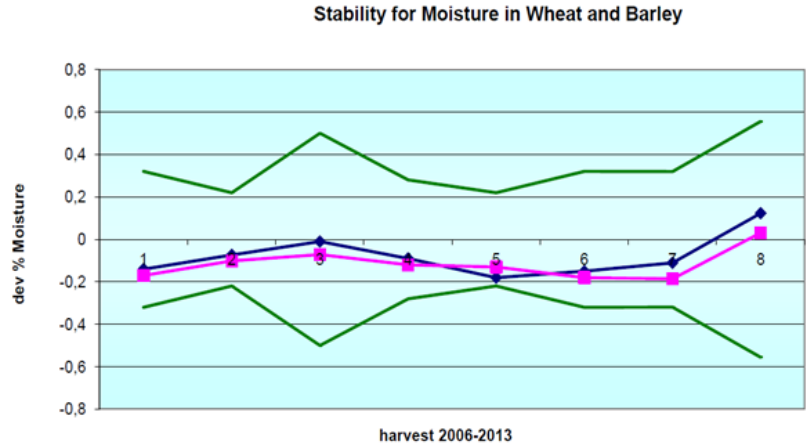

Рисунок 2: Средние отклонения предсказанных значений влажности от наилучшей оценки истинного значения в течение прошлых пяти лет. Розовый график – глобальная ANN и темно-синий – локальная ANN.

Превосходная стабильность имеет два объяснения: чрезвычайно большая база калибровочных данных, охватывающая широкий диапазон всех возможных вариантов, и технология ANN, которая включает все вариации оптимальным образом.

Как отмечалось в предыдущем разделе, локально скорректированные прогнозирующие модели имеют тенденцию сильнее отклоняться от эталонных значений, чем глобальная ANN-калибровка. Это можно видеть для белка и влаги на рис. 1 и 2 соответственно. Прогнозирующие модели следует корректировать только в том случае, когда эталонная лаборатория координирована с другими сертифицированными лабораториями.

Заключение

Высокие характеристики прогнозирующей модели ANN еще раз продемонстрированы результатами этого обновленного исследования, включающего дополнительные глобальные данные по сравнению с оригинальным докладом. Как и в оригинальном исследовании, это особенно ясно из межлабораторных исследований 2014 года по определению белка и влаги в цельном зерне, в которых использовались 12 образцов пшеницы и 10 образцов ячменя из урожая 2013 года. Для одновременного определения белка и влаги в пшенице и ячмене использовалась модель FOSS ANN WB003034. Результаты, приведенные в таблице 2, ясно показывают, что ANN-калибровка FOSS может использоваться без потери точности и производительности.

Прогнозирующая модель FOSS ANN WB003034 сертифицирована в качестве Европейского стандарта для одновременного прогнозирования содержание белка и влаги в цельном зерне пшеницы и ячменя. См. более подробное описание в EN 15948:2012.

Специализированное решение FOSS – анализатор зерна Infratec в сочетании с прогнозирующей моделью FOSS ANN WB003034 остается оптимальным выбором для прогнозирования содержания белка и влаги в цельном зерне пшеницы и ячменя. Устойчивость модели также имеет большие перспективы как платформа для эффективного анализа зерна в будущем.

Литература

1. EN ISO 12099:2010, *Корма для животных, зерновые и молотые зерновые продукты – Рекомендации по применению спектрометрии ближнего ИК-диапазона (ISO 12099:2010).*
2. EN 15948:2012, *Хлебные злаки – Определение содержания влаги и белка – Метод использования спектроскопии ближнего инфракрасного диапазона для цельного зерна (готовится к публикации).*

FOSS,
ПРЕДСТАВИТЕЛЬСТВО В РФ - ООО «ФОСС ЭЛЕКТРИК»
Ленинская Слобода, д.26, стр.5-6, оф.1.1
115280 г.Москва, РФ
Tel.: +7 499 265 7070
Fax: +7 499 265 7070
E-mail: Russia@foss.dk
www.foss.ru