

FOSS

**Najlepsza praktyka w zakresie
kalibracji analizatorów
NIR w oparciu o globalne
modele kalibracyjne**

August 2018
fossanalytics.com

ANALYTICS BEYOND MEASURE

Najlepsza praktyka FOSS w zakresie kalibracji analiza- torów NIR w oparciu o globalne modele kalibracyjne.

Podczas wdrażania rozwiązań analitycznych opartych na technologii spektroskopii w bliskiej podczerwieni w przemyśle paszowym niezbędny jest dostęp do niezawodnych i odpornych kalibracji, które odzwierciedlają naturalną zmienność surowców pochodzących od różnych dostawców i z różnych pór roku. Warto przy tym pamiętać, że stworzenie takich kompleksowych kalibracji na własną rękę może zająć wiele lat, zanim uda się zgromadzić niezbędne dane referencyjne.

Z drugiej strony gotowe do użycia kalibracje to znacznie szybsza alternatywa.

W niektórych sytuacjach wystarczy je po prostu zainstalować i od razu można zacząć z nich korzystać. W innych przypadkach niezbędne będzie dokonanie niewielkich regulacji (tzw. ustawienie poprawki na obciążenie), w zależności od rodzaju surowca i typów próbek, z którymi mamy do czynienia. Nawet jeżeli takie dodatkowe ustawienia są konieczne, to korzystanie z gotowych kalibracji i tak znacznie przyspiesza cały proces, a najnowsze oprogramowanie sieciowe umożliwia zdalne ustawienie biasu niemalże poprzez kliknięcie jednego przycisku.

Gotowe do użycia kalibracje są atrakcyjnym rozwiązaniem, choćby w kontekście oszczędności czasu. Ale czy warto za nie zapłacić, by zmniejszyć ilość badań referencyjnych? A jeżeli już zdecydujemy się na to rozwiązanie, to jak dokonać walidacji i wdrożyć kalibracje w praktyce?

Przyjrzyjmy się teraz prawdziwej wartości, jaką oferują nam gotowe kalibracje zastanówmy się, jak zacząć z nich korzystać.

SPIIS TREŚCI

1. Korzystanie ze sztucznych sieci neuronowych i wsparcie sieciowe - typowy scenariusz
2. Studium przypadku
3. Wiarygodna walidacja zgodnie z normami ISO
4. Pięć kroków do skutecznego wdrożenia kalibracji ze wsparciem technicznym online

Skorzystaj z kalibracji ANN i wsparcia sieciowego

Globalne kalibracje ANN firmy FOSS to gotowe do użycia kalibracje dla twojego analizatora pasz NIR. Nasze kalibracje obejmują szeroki zakres pasz i składników paszowych. Przygotowywane są w oparciu o zbiory zawierające 50 000 widm, które są następnie porównywane z 300 000 wyników badań przeprowadzonych metodami referencyjnymi, a więc stanowią ogromny zasób gotowych do użycia danych referencyjnych.



Zalety to:

- Niższy koszt pozyskiwania próbek kalibracyjnych – teraz analizy referencyjne są wymagane tylko do walidacji kalibracji.
- Elastyczność w doborze dostawców – możesz teraz łatwiej zmieniać dostawców, ponieważ potencjalne zmiany w surowcach zostały już uwzględnione w wyczerpującym zbiorze danych ANN.
- Szybsze operacje - ponieważ pojedyncza kalibracja obejmuje szereg różnych typów próbek, operator nie musi ciągle zmieniać typu próbki

Po wyborze odpowiednich kalibracji ANN dla naszych potrzeb kolejnym krokiem jest skorzystanie z usług wysoko wykwalifikowanego specjalisty aplikacyjnego, który ma dostęp do urządzenia i danych za pośrednictwem bezpiecznego oprogramowanie sieciowego.

Kalibracje ANN

- Sztuczna sieć neuronowa (ang. artificial neural network - ANN) to technologia tworzenia modelu kalibracyjnego, którego struktura ma w założeniu przypominać sieć neuronów w ludzkim mózgu.
- Firma FOSS tworzy kalibracje ANN od początku lat 90 ubiegłego wieku
- Kalibracje, które opierają się na bardzo dużych zbiorach danych mogą uwzględniać czynniki takie, jak zmiany sezonowe i geograficzne oraz różne odmiany/gatunki roślin. Na przykład kalibracja FOSS dla surowców roślinnych zawiera dane pochodzące z ponad 6700 próbek.
- Baza danych kalibracyjnych dla analizatora FOSS NIRS DS2500 opiera się na wynikach ponad 50 000 badań NIR, które porównano z wynikami ponad 300 000 badań wykonanych metodami referencyjnymi.



Kalibracja ANN plus wsparcie sieciowe - typowy scenariusz

Poniższy przykład przedstawia wartość wariantu gotowego do użycia, z odpowiednim wsparciem technicznym.

Wariant z samym urządzeniem

Kierownik laboratorium w firmie zajmującej się produkcją pasz doszedł do wniosku, że analizator NIR pomógłby w wypełnianiu codziennych obowiązków, w tym, między innymi, przy analizie pasz dla zwierząt (drobiu, świń, bydła i królików) oraz badaniach surowców, z których produkuje się te pasze, jak np. pszenica, pszenżyto, kukurydza, śruta sojowa, susz gorzelniczy, czy mączka rzepakowa.

Kiedy kierownik laboratorium rozpakuje już swoje nowe urządzenie musi jeszcze zainstalować kalibracje, żeby móc zacząć z niego korzystać

Zaczyna więc pracować nad kalibracjami i szybko okazuje się, że zajmuje to dużo czasu. Dystrybutor urządzenia stara się pomóc, ale nie dysponuje wystarczającą wiedzą w zakresie pasz oraz związanymi z nimi typami próbek. Kierownik laboratorium musi więc włożyć sporo wysiłku w wyjaśnianie sytuacji, a i tak otrzymuje niewiele praktycznego wsparcia.

Szczególnym wyzwaniem jest uzyskanie odpowiedniej liczby wyników badań metodą chemii mokrej, które niezbędne są w przypadku opracowywania kalibracji od podstaw. Przeprowadzenie serii analiz pod kątem zawartości tłuszczu, włókna i innych komponentów pasz jest bardzo czasochłonne, a aktualizacja kalibracji zaczyna

się zamieniać w walkę z czasem. Jednocześnie codzienna praca laboratorium nie zwalnia tempa.

Ostatecznie kierownik laboratorium robi krok wstecz i decyduje się skorzystać z innego rozwiązania NIR, które wyposażone jest w funkcje sieciowe i umożliwia korzystanie z gotowych kalibracji.

Wariant ze wsparciem sieciowym oraz gotowymi kalibracjami

Nowe urządzenie wyposażone jest w kalibracje umożliwiające badanie podstawowych komponentów pasz, mieszanek paszowych oraz mokrych kiszzonek (kukurydza, lucerna i trawa) i bardzo szybko okazuje się, że pozwala to zaoszczędzić masę czasu. Niektóre z gotowych kalibracji również wymagają pomniejszych regulacji, ale są one znacznie prostsze do wykonania. Żeby wyznaczyć poprawkę na obciążenie, kierownik laboratorium musi przeprowadzić niewielką ilość badań metodą chemii mokrej w trzech powtórzeniach, żeby porównać ich wyniki z wartościami NIR. Następnie z pomocą specjalisty aplikacyjnego, wyznaczana i wprowadzana zdalnie jest poprawka na obciążenie, co pomaga uniknąć oczekiwań i podróży.

Kolejny krok to walidacja kalibracji. W tym również pomaga specjalista ze zdalnym dostępem do odpowiednich zbiorów danych.

Na koniec, po ustawieniu poprawki na obciążenie, zwalidowane kalibracje wgrywane są do urządzenia zdalnie przez internet. Następnie, kiedy wszystko jest już gotowe, specjalista przyjeżdża do laboratorium, żeby nadzorować uruchomienie urządzenia i przeprowadza szkolenie dla użytkowników.

Niezawodne kalibracje stają się coraz lepsze dzięki funkcji aktualizacji sieciowej.

Specjalista kontroluje działanie urządzenia przez sieć i w razie potrzeby na bieżąco modyfikuje ustawienia, co jest czasami niezbędne w przypadku dużych wahań zawartości składników. Może się tak dzieć na przykład ze



względu na rozbieżności pomiędzy produktami różnych dostawców danego przetwórcy i konieczna jest wtedy modyfikacja biasu dla każdego z dostawców. Wszelkie tego rodzaju zmiany wprowadzane są za pośrednictwem sieci. Synchronizacja ustawień trwa zaledwie kilka minut, po czym urządzenie jest gotowe do użycia

Przewaga, jaką oferuje technologia NIR

Kierownik laboratorium może teraz czerpać korzyści ze swojej początkowej decyzji o inwestycji w technologię NIR. Nie musi już poświęcać więcej czasu na pracę nad kalibracjami, a laboratorium może teraz udzielać lepszego wsparcia zakładowi produkcyjnemu poprzez szybszą kontrolę podstawowych parametrów produktów, a w przypadku braku zgodności ze specyfikacją nie dopuszcza do tego, żeby te produkty trafiły do sprzedaży.

Powyższy scenariusz może nie odzwierciedlać wszystkich sytuacji, ale jego szczegóły opierają się na prawdziwych przykładach z branży paszowej. Skorzystanie z zalet, jakie oferują gotowe do użycia kalibracje, wraz z wartością dodaną w postaci wsparcia sieciowego (modyfikacje ustawień i kontrola pracy urządzeń) jest więc uzasadnione biznesowo.

Konieczna jest również walidacja według normy ISO.

Przed rozpoczęciem korzystania z gotowych kalibracji należy się upewnić, czy dane kalibracje pasują do zakresu surowców i produktów, z których będziemy korzystać. Może w tym pomóc dział wsparcia technicznego. Patrz następny rozdział.

Wymagana jest jednak walidacja kalibracji przy pomocy próbek produktów z konkretnego zakładu produkcyjnego.

Co daje walidacja:

1. Pewność wyników pomiarów - niezależna weryfikacja kalibracji fabrycznych w oparciu o konkretne próbki pochodzące z zakładu, w którym pracuje urządzenie.
2. Dokumentacja walidacji kalibracji, którą można przedstawić dostawcom i klientom.

Najlepsza praktyka w zakresie zarządzania analizami NIR, zgodna z wytycznymi ISO

W ramach globalnej inicjatywy, której celem jest lepsze wykorzystanie technologii NIR w produkcji paszy. Komisja Techniczna ISO/TC 34, podkomisja ds. produktów paszowych SC 10, produkty do karmienia zwierząt, przygotowała wytyczne w zakresie zastosowania technologii NIR w przemyśle paszowym. Wytyczne te stworzono w roku 2010, a następnie zaktualizowano w sierpniu 2017.

Wytyczne określają globalne najlepsze praktyki w zakresie walidacji kalibracji paszowych. Co norma ISO 12099 mówi o walidacji modeli kalibracyjnych?

Kalibracje i wstępna walidacja:

Przed użyciem, równania kalibracyjne należy poddać lokalnej walidacji na niezależnym zbiorze testowym, który jest reprezentatywny dla populacji, która będzie

analizowana. Niezbędne jest przebadanieco najmniej 20 próbek, aby można było wyznaczyć poprawkę na obciążenie, nachylenie oraz wartość standardowego błędu przewidywania. Walidację należy przeprowadzić z uwzględnieniem każdego typu próbki, parametru, temperatury oraz innych czynników, o których wiadomo, że mają wpływ na wynik pomiaru lub w kontekście których jest to prawdopodobne. Kalibracja uznawana jest za właściwą dla zmiennych (np. rodzaje próbek, zakresy i temperatura), które zastosowano w procesie walidacji.

Istotne jest, żeby zastosować odpowiednią liczbę reprezentatywnych próbek, obejmującą m.in następujące zmienności:

- a) Kombinacje i zakresy składu dla większych i mniejszych komponentów produktu,
- b) Zmienność sezonowa, geograficzna i genetyczna pasz, surowców paszowych i zbóż,
- c) Warunki i techniki przetwarzania,
- d) Warunki przechowywania,
- e) Temperatura próbki i urządzenia,
- f) Zmienność urządzeń (różnice pomiędzy nimi).

Wymagania normy ISO mogą sprawiać wrażenie, że wstępna walidacja to bardzo duże przedsięwzięcie. Aby uzyskać lepszą perspektywę tego, z czym się wiąże, zwróciliśmy się do eksperta.

Sześć kroków do skutecznego wdrożenia kalibracji paszowej ze wsparciem technicznym online.

Maciej Sojusz jest specjalistą aplikacyjnym w FOSS i od wielu lat pracuje z kalibracjami urządzeń NIR dla segmentu paszowego.

Oto sześć kroków do szybkiej i skutecznej implementacji.

- 1) Zaczynamy od upewnienia się, że dane pomiarowe oraz dane referencyjne dostępne są przez internet

Upewniamy się, że urządzenie podłączone jest do odpowiednich funkcji sieciowych, np. FossConnect (link). Zapewnia to łączność ze specjalistą, który może szybko wykonać swoją pracę bez ingerencji w codzienne operacje zakładu.

- 2) Przeprowadzamy walidację zanim zaczniemy korzystać z urządzenia NIR.

Choć może się to wydawać oczywiste, etap ten jest często pomijany, a to może prowadzić do opóźnień w implementacji. Dostęp do pełnego zbioru danych wygenerowanego podczas walidacji umożliwia specjalście przeprowadzenie odpowiednich analiz statystycznych. Ustala on między innymi, czy wymaga regulacji obciążenia, i czy są próbki niedopasowane, lub błędnie wprowadzone.

- 3) Dobry start dzięki odpowiedniej wiedzy uzyskanej w odpowiednim momencie

Istotne jest, by specjalista aplikacyjny przeszkolił użytkowników od razu po instalacji kalibracji. Dzięki temu, przeszkoleni użytkownicy przestrzegają norm i procedur od samego początku, i nie będą przeprowadzać badań i porównań, które mogą

następnie trudności w ocenie. W ten sposób uzyskujemy solidną podstawę do efektywnej współpracy z FOSS.

- 4) Skupiamy się na sprawdzeniu kluczowych surowców i parametrów

Według normy ISO do przeprowadzenia walidacji wymaganych jest co najmniej 20 próbek. Jeżeli kalibracja obejmuje różne typy próbek (np. wszystkie składniki roślinne) i do sześciu parametrów, 20 próbek obejmie jedynie część badanej populacji. W związku z tym zalecamy rozpoczęcie walidacji od najistotniejszych typów surowców i parametrów. Równie ważne jest, by próbki odzwierciedlały zmienność parametrów.

- 5) Korzystamy z informacji, których dostarcza urządzenie, by wybrać próbki do analizy referencyjnej

Podczas korzystania z kalibracji analizatory FOSS informują o próbkach niedopasowanych oraz sytuacjach, kiedy pewność wyniku jest wątpliwa. O próbkach niedopasowanych mówimy w sytuacji, gdy dany typ próbki nie jest uwzględniony w kalibracji lub próbka jest nieprawidłowa. Jeżeli typ próbki nie jest uwzględniony w kalibracji, odpowiednie próbki należy poddać analizom referencyjnym, aby zweryfikować poprawność wyników analizy NIR. Jeżeli stwierdzona zostanie odpowiednia ilość próbek niedopasowanych,

FOSS przygotowuje nową, poprawioną wersję kalibracji. W przypadku, gdy walidacja wykazuje problemy dla konkretnych próbek lub parametrów, konieczne może być dostosowanie kalibracji globalnych dla tych próbek.

- 6) Co jakiś czas powtarzamy wyrywkowe kontrole z wykorzystaniem funkcji sieciowych.

Po wstępnym dostosowaniu kalibracja jest już stabilna, a walidacja na losowym zbiorze próbek wymagana jest następnie tylko raz do roku. Zdalny dostęp to fantastyczne narzędzie, które ułatwia specjalistom aplikacyjnym określenie, czy dany problem dotyczy urządzenia, obsługi, czy kalibracji. Podobnie, wgrywanie oraz reformatowanie danych odbywa się szybko i rutynowo, bez przerywania codziennej pracy operatorów urządzeń. Dzięki regularnym sprawdzeniom kalibracje są zawsze aktualne, dzięki temu jeżeli pojawi się problem można łatwiej i szybciej ustalić, a następnie usunąć jego źródło. Nie ma też konieczności przeprowadzania pełnej, retrospektywnej analizy stanu urządzenia.