РЕПУБЛИКА БЪЛГАРИЯ
Министерство на земеделието
Изпълнителна агенция по сортоизпитване, апробация и семеконтрол

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ВЛАГА В СЕМЕНА

(СОП 07)

2023 г.

1. ОБХВАТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Тази процедура се прилага от Изпълнителна агенция по сортоизпитване, апробация и семеконтрол (ИАСАС) за определяне на влага в семена за издаване на сертификат по Закона за посевния и посадъчния материал, издаване на ISTA оранжев международен партиден сертификат и на предоставена проба от заявител.

Базов референтен метод за определяне на влага по ISTA правила за анализ на семена. За видове растения, които не са в обхвата на тази процедура се прилага метода на нискотемпературна сушилня – 17 часа при 103 °C.

Процедурата се прилага в отдел „Централна лаборатория“, в териториални лаборатории на ИАСАС, както и в лаборатории по чл. 7 от ЗППМ.

2. ОТГОВОРНОСТ

Отговорност за прилагането на процедурата има главния директор на Главна дирекция „Сортоизпитване, апробация и семеконтрол“ и началник на отдел „Централна лаборатория“.

3. СВЪРЗАНОСТ

3.1. Закон за посевния и посадъчния материал, обн. ДВ., бр. 20 от 4 март 2003 г.;
3.2. ISTA правила за анализ на семена;
3.3. ISTA наръчник за определяне на влага;
3.4. ISTA акредитационен стандарт за тестване и пробовземане на семена.

4. ДЕФИНИЦИИ

Съдържанието на влага в пробата е загуба на маса при сушене в съответствие с методите в настоящата процедура. Изразява се в процент на масата от първоначалната маса на пробата.

5. ПРИЛОЖИМИ ДОКУМЕНТИ, ЦИТИРАНИ В ПРОЦЕДУРАТА

Ф 7.1 Протокол за проверка на лабораторна мелница
Ф 7.2 Протокол за проверка на смления материал - грубо смилане
Ф 7.3 Протокол за проверка на смления материал - фино смилане
Ф 7.4 Протокол за проверка на лабораторна сушилня
Ф 7.5 Протокол за контрол на температурата на смления материал
Ф 7.6 Протокол за проверка капацитета на сушилня
Ф 7.7 Протокол за проверка на съдчетата
Ф 7.8 Лист за контрол на температурата в сушилня
„Работна бланка за анализ на влага“ (от Интегрираната система за анализ на семена (ИСАС))

6. ОБЩИ ИЗИСКВАНИЯ

6.1. Принцип

Методите за определяне на влага в проби семена в настоящата процедура са създадени по начин, по който да се намали окислението, разпадането или загубата на летливи компоненти от пробата, като същевременно се отдели колкото е възможно повече влага.

Апарати

а) Лабораторна мелница:

Лабораторната мелница трябва да:

– е от материал, който не абсорбира влага;
– може лесно да се почиства;
– има колкото е възможно по-малко „мъртво“ пространство;
– смила материала бързо и хомогенно без да има съществено загряване и без контакт с околния въздух;
– е регулируема, да може да смила материала с определена големина на частиците.

Проверката за съответствие се осъществява от анализатор, един път годишно и се документира във Ф 7.1 „Протокол за проверка на лабораторна мелница“, Ф 7.2 „Протокол за проверка на смления материал – грубо смилане“, Ф 7.3 „ Протокол за проверка на смления материал – фино смилане“, Ф 7.5 „Протокол за контрол на температурата на смления материал“.

б) Електрическа сушилня:

Сушилнята трябва да е с електрическо захранване и да позволява контрол на температурата на въздуха и полиците (103 или 130°C), където са поставени съдчетата.

Проверка за състояние на сушилня се осъществява от анализатор един път годишно и се документира във Ф 7.4 „Протокол за проверка на лабораторна сушилня“.

Сушилнята се проверява за пригодност, като се подготви максималният брой проби, които могат да бъдат анализирани едновременно. Пробите се изсушават (2 часа при 130 ° C или 17 часа при 103 ° C), след което се изваждат от сушилнята и се оставят да се охладят в десикатор преди претегляне и изчисляване на съдържанието на влага; след това същите проби се подлагат на повторно сушене (1 h при 130 ° C или 2 h при 103°C), като контейнерите са в същото положение като за първия период на сушене, оставят се да се охладят в десикатор и съдържанието на влага се преизчислява.

За отделните проби разликата в съдържанието на влага не трябва да се различава с повече от 0.15%. Тази проверка трябва да се извърши, като се използват видове семена, които изискват висока температура и време на сушене по-малко или равно на 2 часа. Същите видове могат да се използват за 130°C или 103°C. Претеглянето трябва да се извършва в съответствие с 6.3.7.

Верификация (проверка) на зададената температура в сушилнята се извършва в следните случаи:
– сушилнята за определен период е била изключена;
– зададената температура на сушилнята е променена;
– измерената температура в сушилнята е извън допустимите отклонения от зададената.

Проверка за съответствие се документира от специалист в лабораторията във Ф 7.8 „Лист за контрол на температурата в сушилня“.

Капацитетът на сушилнята се проверява по реда на Ф 7.6 „Протокол за проверка на капацитета на сушилня“.

Сушилнята трябва да има капацитет, който да позволява след като е постигната желаната температура (103 или 130°C) и се поставят максималния брой съдчета за сушене, достигането на зададената температура да става за не-повече от 30 минути.

в) Съдчета:

Съдчетата трябва да не корозират и да не абсорбират влагата при условията за анализ (например метал или стъкло) с капачета и ефективна повърхност, която позволява анализираната проба да бъде разпределена така, че масата на единица площ да е максимум 0.3 g/cm².

Проверка за съответствие се осъществява от специалист при закупуване на нови съдчета и се документира във Ф 7.7 „Протокол за проверка на съдчетата“.

След употреба, съдчетата се измиват, поставят се в сушилня при 130С за 1 час, охлаждат се в ексикатор за 45 min, след което са готови за употреба.

г) Десикатор:

Десикаторът трябва да е с ефективен десикант и да има перфорирана плоча, за да позволи бързо охлаждане на съдчетата.

д) Везна:

Везната трябва да е с точност най-малко ±0.001 g.

е) Сита:

Телени сита с размери 0.50, 1.00, 2.00 и 4.00 mm.

ж) Влагомер (за национални цели)

6.3. Процедура

6.3.1. Изисквания преди започване на анализа

Пробата за влага се приема в лабораторията само, ако отговаря на изискванията в СОП 01 „Пробовземане от партиди семена за сертификация по Закона за посевния и посадъчния материал или за издаване на ISTA оранжев международен партиден сертификат“ – с ненарушена цялост и във водонепроницаема опаковка, която е максимално обезвъздушена.

Размерът на пробата трябва да отговаря на този посочен в СОП 01.

Анализът трябва да започне максимално бързо след получаване на пробата. Преди започване на анализа, температурата на пробата, така както е в опаковката трябва да се уеднакви с температурата в лабораторията.

По време на анализа, излагането на пробата на въздуха трябва да се ограничи до минимум. За видове, за които не се изисква смилане, времетраенето на вземането на лабораторните проби за влага и измерването им не трябва да надвишава две минути.

Остатъкът от средната проба за влага се съхранява в лабораторията за период от 1 месец, за да може да бъде повторен анализа в случай на грешка.

6.3.1. Лабораторна проба

Преди да се оформят двете повторения (при цели семена) или лабораторната проба (при семена за смилане / рязане), средната проба трябва да бъде добре хомогенизирана по един от следните начини:

- разбъркване на пробата в опаковката с лъжица,
- поставяне на отвора на опаковката със средната проба срещу отвора на подобна празна опаковка и пресипване на семената от едната в другата опаковка няколко пъти.

Процесът на смесване не трябва да отнема повече от една минута.

Вземат се най-малко три извадки от средната проба с лъжица от различни позиции и се събират, за да получи лабораторна проба с необходимата маса.

За цели семена определянето трябва да се извърши в две повторения от две независимо претеглени лабораторни проби.

В случай на рязане или смилане, трябва да се вземе една лабораторна проба за рязане или смилане и от нея да се оформят две повторения от нарязания / смления материал.

<u>Само за национални цели</u>: За едросеменните видове, които трябва да бъдат нарязани, лабораторната проба трябва да е достатъчна, за да се получат две повторения с приблизително 5 g всяко чрез нарязване на поне десет цели семена .

Семената (цели семена, нарязани семена или смлян материал) не трябва да бъдат излагани на въздух по време на редукцията на пробата за повече от 30 секунди на повторение. Теглото на лабораторната проба (цели семена) или на повторението (нарязани или смлени семена) зависи от диаметъра на използваните съдчета:

Диаметър > 5 cm и <8 cm: 4,5 ± 0,5 g

Диаметър > 8 cm: 10,0 ± 1,0 g

6.3.2. Измерване

Измерването при провеждане на анализа за влага е с точност ±0.001 g.

Съдчетата с техните капачета се измерват преди и след поставяне на пробата в тях.

Пълните съдчета, с отворени капачета се поставят в сушилнята при температурата, която се изисква за съответния вид. Времето за анализа започва да се отчита след като сушилнята отново достигне зададената температура. След края на периода за анализ, съдчетата, заедно с техните капачета и съдържанието им се прехвърлят в десикатор за охлаждане до стайна температура.
Охладените съдчета, заедно с капачетата и съдържанието на пробата се измерват.

6.3.3. Смилане

Големи семена и семена с твърда семенна обвивка, възпрепятстваща загубата на влага се смилат. Не се смилат семена с високо мастно съдържание, което затруднява смилането или смленият материал може да абсорбира влага поради окисление, какъвто е случаят със семена от лен (*Linum*).

Ако е невъзможно смилане, тогава семената могат да се режат.

Мелницата трябва да може да смила частиците с определен размер. За видовете за които се изисква фино смилане, най-малко 50% от смления материал трябва да премине през телено сито с големина на отворите 0.5 mm и не повече от 10% трябва да остава над телено сито с големина на отворите 1 mm.

За видовете, за които се изисква грубо смилане, най-малко 50% от материала трябва да премине през телено сито с големина на отворите 4 mm и не повече от 55% трябва да премине през телено сито с големина на отворите 2 mm.

Времето за смилане не трябва да бъде повече от 2 минути.

За да се избегне смесване на проби, мелницата се почиства преди всяко смилане.

6.3.4. Рязане

Семената с високо маслено съдържание се режат на парчета не по-големи от 7 mm. Режат се семена от проба, взета от пробата за влага, която включва най-малко 10 цели семена с маса около 10 g за да се получат две повторения по около 5 g всяко.

Лабораторната проба от около 10 семена се реже бързо, размесва се с лъжица преди да бъде разделена на две повторения и всяко повторение се поставя в претеглено съдче. Излагането на атмосферни условия не трябва да отнема повече от 4 минути.

Методът за рязане не се използва при издаване на ISTA оранжев международен партиден сертификат.

6.3.5. Предварително просушаване

Ако видът е такъв, за който се изисква смилане и влагата е по-висока от показаната в таблица 1, пробата се просушава предварително.

Две проби, всяка с маса 25±1 g се поставят в претеглени съдчета. Двете повторения се сушат при 130°C от 5 до 10 min за да се намали съдържанието на влага под максималната, посочена в Таблица 1 „Методи за определяне на влага в семена от полски и зеленчукови култури“. Частично просушеният материал се държи в лабораторията най-малко два часа.

След просушаването съдчетата се претеглят отново за да се определи загубата на маса. Веднага след претеглянето всяка от двете просушени проби се смила отделно. От от смления материал на всяка проба се взема количество, необходимо за едно повторение. Така се получават двете повторения за анализ.

Лабораторните проби се вземат по посочения по-горе начин.

За видовете, за които се изисква рязане не се прилага предварително просушаване.

6.3.6. Методи

а) Съдчетата се претеглят преди напълването им;

б) Лабораторната проба се разстила равномерно по цялото дъно на съдчето;

в) Съдчетата се претеглят след напълването им;

г) Съдчетата се поставят в сушилнята с отворени капачета;

д) За всеки вид се спазват предписаните в Таблица 1 „Методи за определяне на влага в семена от полски и зеленчукови култури“ изисквания;

е) Толеранси за температура и време:

101-105°C, 17±1 час;

130-133°C, 1 час ±3 минути, 2 часа ±6 минути, 4 часа ±12 минути.

ж) Отчитането на времето започва от момента на достигане на зададената температура на сушилнята;

з) След края на сушенето, съдчетата се затварят с капачетата и се поставят в десикатор за охлаждане до стайна температура;

и) След охлаждането съдчетата се претеглят заедно с пробата и капачетата.

6.3.7. Пресмятане на резултатите

Съдържанието на влага в пробата се пресмята в процент по маса, с точност три знака след десетичната запетая, за всяко повторение по следната формула:

$$\frac{\text{Загуба на маса}}{\text{Първоначална маса}} \times 100 = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} \times 100$$

Където:

M_1 е масата на съдчето и неговия капак в g с минимална точност три десетични знака.

M_2 е масата на съдчето, неговия капак и пробата преди сушенето в g с минимална точност три десетични знака.

M_3 е масата на съдчето, неговия капак и пробата след сушенето в g с минимална точност три десетични знака.

Ако пробата е била предварително просушавана за изчисляване на съдържанието на влага в проценти се взема предвид просушаването и същинското сушене по следната формула:

$$(S_1+S_2) - \frac{S_1 \times S_2}{100}$$

Където:

S_1 е загубата на влага при просушаването в %.
S_2 е загубата на влага при сушенето в %.

6.3.8. Толеранси за резултатите

Резултатите за всяко повторение от анализа за влага се изчисляват с точност три знака след десетичната запетая и след това се закръгляват до първия десетичен знак.

Разликата между двете повторения не трябва да надвишава 0.2% след закръгляването до един десетичен знак.

Ако резултатите от двете повторения не са в допустимия толеранс, анализът трябва да се повтори. В документа се записва резултата от втория анализ, ако двете повторения са в рамките на допустимия толеранс.

Ако повторенията и при втория анализ също са извън толеранс, се проверява дали средните стойности от двата анализа са в толеранс (0.2%). Ако е така, в документа се записва средната стойност от двата анализа. Ако повторенията от двата анализа са извън допустимото отклонение и средните резултати от повторните анализи са извън толеранс, се проверява оборудването, лабораторната процедура и отново се извършва анализ.

6.3.9. Записване на резултатите

Резултатът от анализа за влага се записва в работната бланка, документа за лабораторен анализ и сертификатите на предвидените места с точност 0.1% Задължително се записва и методът – продължителност на сушенето и температура.

В мястото за „Други определения“ може де се даде следната информация:

а) Ако в пробата за определяне на влага са намерени покълнали семена се записва „В пробата за влага са намерени покълнали семена“.

б) Ако в пробата за определяне на влага са намерени мухлясали семена се записва: „В пробата за влага са намерени мухлясали семена“.

в) Ако за определяне на влага е представена проба от пелетирани семена се записва „Семената за определяне на влага са пелетирани и процентът влага е среден от влагата на семената и пелетиращия материал“ (‘The seeds of the submitted moisture

sample were pelleted, and the moisture content reported is the average of seed and pelleting materials').

Ако анализираният вид не е посочен в таблица 1 Методи за определяне на влага в семена от полски и зеленчукови култури , но е посочен в Приложение 1 таблица за максималната маса на партидите и минимална маса на пробите в СОП 01, резултатът трябва да бъде записан под „Други определяния", методът на изпитване и текст: Този метод не е в обхвата на международните правила за тестване на семена (This method is not covered by the International Rules for Seed Testing).

Това се прилага само за национални цели. Виж Приложение 1 „Диаграма за докладване резултати от анализ на влага".

Таблица 1

Методи за определяне на влага в семена от полски и зеленчукови култури

Вид	Смилане/ рязане	Време за смила-не, секунди	Метод	Време-траене, часове	Предва-рително просу-шаване
Agrostis spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Allium spp.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-
Alopecurus pratensis L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Anethum graveolens L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Anthoxanthum odoratum L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Anthriscus spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Apium graveolens L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Arachis hypogaea L.	Рязане		Ниска температура 103 °C	17	До 17% влага и по-малко
Arrhenatherum spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Asparagus officinalis L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Avena spp.	Грубо смилане	4	Висока температура 130 °C	2	До 17% влага и по-малко
Beta vulgaris L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Brachiaria spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Brassica spp.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-

Bromus spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Camelina sativa L.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-
Cannabis sativa L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Capsicum spp.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-
Carum carvi L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Cenchrus spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Chloris gayana Kunth	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Cicer arietinum L.	Грубо смилане		Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Cichorium spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
*Citrullus lanatus (*Thunb.) Matsum.& Nakai	Грубо смила-не		Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Cucumis spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Cucurbita spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Cuminum cyminum L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Cynodon dactylon (L.) Pers.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Cynosurus cristatus L.	Не		Висока температура 130°C	1	-
Dactylis glomerata L.	Не		Висока температура 130°C	1	-
Daucus carota L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Deschampsia spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Elymus spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Fagopyrum esculentum Moench	Фино		Висока температура 130 °C	2	До 17% влага и по-малко
Festuca spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Galega orientalis Lam.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Glycine max (L.) Merr.	Грубо смилане	4	Ниска температура 103 °C	17	До 12% влага и

					по-малко
Gossypium spp.	Фино	50	Ниска температура 103 °C	17	До 17% влага и по-малко
Helianthus annus L.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-
Holcus lanatus L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Hordeum vulgare L.	Фино	60	Висока температура 130 °C	2	До 17% влага и по-малко
Lactuca sativa L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Lathyrus spp.	Грубо смилане		Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Lepidium sativum L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Linum usitatissimum L.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-
Lolium spp.	Не		Ниска температура 103 °C или Висока температура 130 °C	2	-
Lotus spp.	Не		Висока температура 130° C	1	-
Lupinus spp.	Грубо смилане		Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Macroptilium atropurpureum (DC.) Urb	Грубо смилане		Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Medicago spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Megathyrsus maximus (Jacq.) B.K.Simon & S.W.L.Jacobs, 2003	Не		Висока температура 130 °C	2	
Melilotus spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Nicotiana tabacum L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Onobrychis viciifolia Scop.	Не		Висока температура 130 °C	1	-

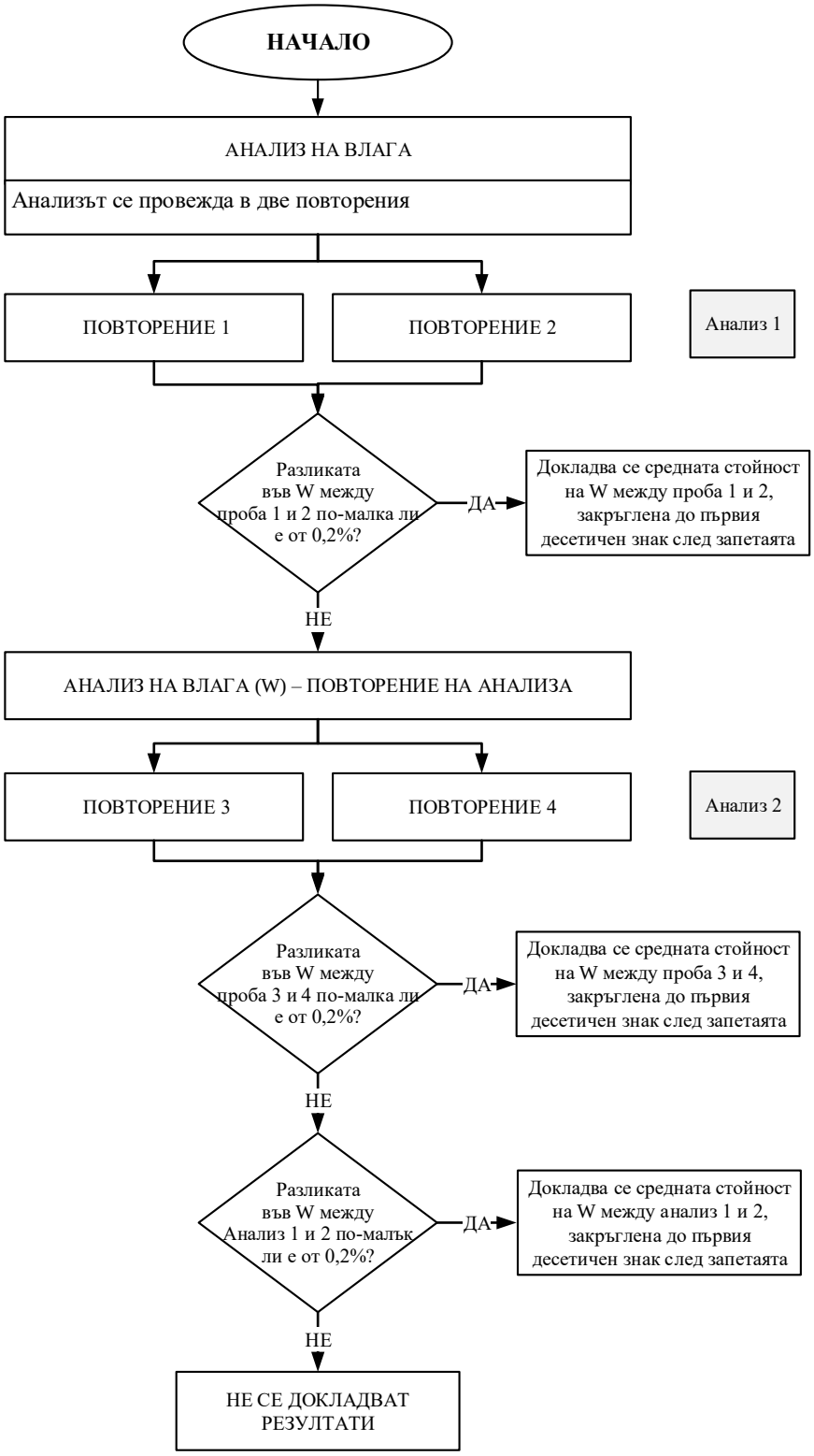
Ornithopus L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Oryza sativa L.	Фино		Висока температура 130 °C	2	До 13% влага и по-малко
Panicum spp.	Не		Висока температура 130 °C	2	-
Papaver somniferum L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Paspalum L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Pastinaca sativa L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Petroselinum crispum (Mill.) Fuss	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Phacelia tanacetifolia Benth.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Phalaris spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Phaseolus spp.	Грубо	4	Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Phleum sativum L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Pisum sativum L.	Грубо	4	Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Poa spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Raphanus sativus L.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-
Ricinus communis L.	Рязане		Ниска температура 103 °C	17	До 17% влага и по-малко
Scorzonera hispanica L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Secale cereale L.	Фино	50	Висока температура 130 °C	2	До 17% влага и по-малко
Sesamum indicum L.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-
Setaria spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Sinapis spp.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-

Solanum lycopersicum (L.) H. Karst.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Solanum melongena L.	Не		Ниска температура 103 °C	17	-
Sorghum spp.	Фино	50	Висока температура 130 °C	2	До 17% влага и по-малко
Spinacia oleracea L.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Trifolium spp.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Trisetum flavescens (L.) P.Beauv.	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Triticum spp.	Фино	50	Висока температура 130 °C	2	До 17% влага и по-малко
x Triticosecale Wittm. ex A. Camus.	Фино	50	Висока температура 130 °C	2	До 17% влага и по-малко
Valerianella locusta (L.) Betcke	Не		Висока температура 130 °C	1	-
Vicia spp.	Грубо		Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Vigna spp.	Грубо		Висока температура 130 °C	1	До 17% влага и по-малко
Zea mays L.	Фино	45	Висока температура 130 °C	4	До 17% влага и по-малко

Забележка: Оцветените в сиво видове не са в обхвата на акредитация по ISTA.

6. Приложения

Приложение 1 Диаграма за докладване резултати от анализ на влага

Приложение 1

ДИАГРАМА ЗА ДОКЛАДВАНЕ РЕЗУЛТАТИ ОТ АНАЛИЗ НА ВЛАГА