

《青藏高原区藜草粗蛋白含量测定-近红外法》

团体标准

(征求意见稿)

编制说明

二〇二〇年一月

目录

1 任务来源及标准制定背景	1
1.1 任务来源	1
1.2 标准制定背景	2
2 主要工作过程	3
3 标准编制原则和主要技术内容确定的依据	4
3.1 总体编制原则	4
3.2 主要技术内容的确定	4
4 采用的国际标准	7
5 与现行法律法规和强制性标准的关系	7
6 重大分歧意见的处理经过和依据	7
7 标准作为强制性或推荐性标准的意见	7
8 贯彻标准的要求和措施建议	8
9 废止现行有关标准的建议	8
10 其他应予说明的事项	8

1 任务来源及标准制定背景

1.1 任务来源

2016年1月以来，项目组受四川省公益性科研院所基本科研项目“藨草主要品质参数的近红外光谱定量模型研究”资助，开展了利用近红外技术测定青藏高原区藨草粗蛋白含量的相关研究，项目结题后构建了藨草主要营养价值参数的近红外光谱分析模型，并负责制定《青藏高原区藨草粗蛋白含量测定-近红外法》团体标准。

1.2 标准制定背景

藨草(*Phalaris arundinacea* L.)为禾本科藨草属多年生冷季型高产牧草，具有良好的适应性和优异的生产性能，被广泛用于人工草地建设、草地生态保护、草地改良等，对畜牧业发展和生态建设都起着重要作用。粗蛋白(CP)是衡量饲草饲用品质的关键指标，藨草粗蛋白受物候期、发育水平、基因型、栽培措施等诸多因素影响差异较大。因此，在配制日粮时，牧草营养成分测定显得尤为重要。其次，长期以来，我国牧草育种主要以提高草产量为主要育种目标，而忽视品质育种，在基于品质进行海量株系筛选时效率很低，极大的阻碍了牧草品质育种的进展。另外，在草产品流通和交易中，也需要快速测定草产品的粗蛋白含量，促进产品的依质定价、流通销售和安全储藏。但目前常用的化学测定方法存在耗时、费力、成本高、步骤繁琐、污染环境等缺点，因此寻求快速、高效、准确、安全的藨草粗蛋白测定方法，成为现代草地畜牧业发展急需解决的实际问题。

近红外光谱法(NIRS)是一种间接的物理分析技术，通过牧草

近红外光谱与特征值（如 CP）建立回归模型，从而完成对未知样品的预测。采用该技术测定 CP 含量已成为农作物及饲草品质研究的重要手段，具有操作方便、检测效率高、成本低、安全无污染、稳定性高和样品制备简单等优点。因此，在青藏高原区应用近红外光谱技术建立快速检测藁草粗蛋白含量的技术标准是发展现代草牧业的迫切需求，在牧草品质分析、品质育种、家畜日粮组配以及在草产品流通等领域都具有广阔的应用前景。

2 主要工作过程

2016年1月以来，项目组受四川省公益性科研院所基本科研项目“藁草主要品质参数的近红外光谱定量模型研究”资助，开展了利用近红外技术测定青藏高原区藁草粗蛋白含量的相关研究，项目执行期间广泛采集了采集不同品种（品系）、生育期（分蘖期、拔节期、孕穗期、抽穗期、开花期、灌浆期、乳熟期、蜡熟期、完熟期、枯黄期）、栽培条件（8种行距、7种施肥梯度）、干燥方式（自然晾干、65℃烘干、杀青后65℃烘干）、生长年限（1年~6年）、部位（茎、叶、穗和全株）以及不同刈割次数的藁草样品454份，采用凯氏定氮法测定样品的粗蛋白含量，借助傅立叶型近红外光谱仪获取藁草样品的近红外漫反射光谱，研究确定了最优近红外光谱分析模型的回归算法、光谱预处理方法、光谱范围和初次级主成分数，建立了藁草粗蛋白近红外漫反射光谱定量分析模型，通过外部验证，各项定标模型的预测精确性和准确性均较好，可以对藁草粗蛋白进行实际检测，项目结题时建立了藁草粗蛋白含量的稳定近红外光谱分析模型。

2019年3月-6月，由四川省草原科学研究院牵头，成立了标准起草小组，申报北京华夏草业产业技术创新战略联盟团体标准。

2019年8月北京华夏草业产业技术创新战略联盟下达的团体标准立项计划，批准四川省草原科学研究院申请的《青藏高原区藜草粗蛋白含量测定-近红外法》团队标准制定工作立项。

2019年9月-10月四川省草原科学研究院负责全面起草工作，以多家申报单位多年的研究成果为基础制定方案，并收集、整理国内外相关标准和技术资料，包括科学论文、科技期刊等学术团体普遍公认的文献，同时查阅相关的国家、行业标准资料，依据《中华人民共和国标准化法》、《中华人民共和国标准化法实施条例》、《标准化工作指导》、《标准化工作指南》等法律法规、条例、方法、标准，对近红外法测定藜草粗蛋白含量的相关资料进行了归纳、分析和总结。

2019年11月-12月，起草编制说明，制定该项标准的主要框架、具体内容和条款，四川省草原科学研究院进行组织、协调和审核工作，其他起草单位协助提供数据资料，并对本标准涵盖的全部内容提出编写和修改意见。

3 标准编制原则和主要技术内容确定的依据

3.1 总体编制原则

严格按照GB/T 1.1-2009 《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》的要求和规定编写本标准内容，充分考虑我国有关现行法律、法规、强制性标准及相关产业政策要求，并保证了对该标准最新版本的引用。

同时，标准制定是以现有的大量试验实践为基础，始终遵循理论与实践相结合，确保标准具有较强的科学性、先进性、经济性和可操作性，坚持促进行业规范发展的基本原则。本标准中规定的技术内容兼顾行业的技术现状，技术要求明确、便于推广，文字表述力求简洁、通俗易懂，并保持术语的严谨。

3.2 主要技术内容的确定

3.2.1 范围

本标准规定了近红外法测定藨草粗蛋白含量的分析方法。

本标准适用于青藏高原区藨草粗蛋白含量的分析。

本标准不适用于仲裁检验，对于仲裁检验应以经典方法为准。

3.2.2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6432 饲料中粗蛋白测定方法

3.2.3 原理

利用有机物中含有 C-H、N-H、O-H、C=O、C-C 等化学键的泛频振动或转动，以漫反射方式获得在近红外区的吸收光谱，通过化学计量学方法建立藨草的特征光谱与其粗蛋白含量之间的线性或非线性模型，从而利用藨草近红外光谱信息计算其粗蛋白含量。

3.2.4 术语与定义

《青藏高原区藨草粗蛋白含量测定-近红外法》中的术语是参考国内外相关文献资料以及上述规范性引用文件，结合近红外建模现状，经编写人员研究讨论凝炼而成。

3.2.5 仪器

傅立叶变换近红外光谱仪，带漫反射采样模块，随机软件具有近红外光谱数据的收集、存储分析和计算等功能，能够建立可靠的定标

模型。

3.2.6 样品采集及前处理

广泛采集青藏高原区具有代表性的藜草样品，将样品粉碎，使之全部通过 40 目筛，并混合均匀。

3.2.7 分析步骤

3.2.7.1 一般要求

每次测定前按仪器使用说明书规定的测定日常检测程序，对仪器状态进行检测及维护。仪器开机后在正常状态下预热 30min，谱区范围 4000~10000 cm^{-1} ，分辨率 8 cm^{-1} ，扫描间隔 4 cm^{-1} ，扫描次数 32。

3.2.7.2 定标

3.2.7.2.1 光谱数据收集

光谱数据收集过程中，测定条件以及样品和环境温度尽量保持一致。将样品装入测量池，保持表面平整以防漏光。样品重复扫描 3 次（每次扫描重新装样），数据以相对漫反射率（R）表示。

3.2.7.2.2 定标样品化学值的测定

按照国家标准《饲料中粗蛋白测定方法》GB/T 6432，采用凯氏定氮法测定每个样品的粗蛋白含量。

3.2.7.2.3 定标模型的建立

利用仪器建模软件，优化各建模参数，进行光谱预处理，将近红外波段光谱信息和粗蛋白测定值一一对应，采用偏最小二乘法等算法利用化学计量学软件建立藜草粗蛋白定标模型。

3.2.7.3 模型验证

使用定标集样品之外的代表性样品作为验证集样品，通过校正决定系数、校正标准差、验证决定系数、验证标准差、残差 BIAS、相关系数 r 等参数对模型进行评价，对化学值和预测值进行成对数据双尾 t 检验，确保 $t_{0.05}$ 未达到显著水平。

3.2.7.4 已建立的定标模型

定标样品数 210 个，采用偏最小二乘法建立模型，建模波段为 $4000\sim 10000\text{cm}^{-1}$ ，光谱预处理方法为 sa3+ncl+db1（3 点平滑+趋近归一化+一阶导数处理）、初/次级主成分数为 8/1-4。

3.2.7.5 未知样品测定

测定条件与建模条件保持一致（如环境温度、样品的装样厚度和松紧程度）。将待测藜草样品装入测量池进行近红外光谱扫描，获得其近红外波段光谱信息，利用已建立的定标模型得到该待测样品的粗蛋白含量预测值。

3.2.8 分析的允许误差

在重复性条件下获得的两次独立预测结果。

当粗蛋白质含量在 25%以上时，允许相对偏差为 1%。

当粗蛋白质含量在 10%-25%之间时，允许相对偏差为 2%。

当粗蛋白质含量在 10%以下时，允许相对偏差为 3%。

4 采用的国际标准

无

5 与现行法律法规和强制性标准的关系

本标准与现行法律法规和强制性标准没有冲突。

6 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

7 标准作为强制性或推荐性标准的意见

建议将本标准作为推荐性标准发布实施。

8 贯彻标准的要求和措施建议

对《青藏高原区藜草粗蛋白含量测定-近红外法》的宣传贯彻制定切实可行的措施。做好宣传培训，推进行业的进一步发展。

9 废止现行有关标准的建议

无。

10 其他应予说明的事项

无。