

ICS03.100.20

A 100

T/OTOP

团 体 标 准

T/OTOP-XX-2024

小杂粮营养品质无损快速定量检测
近红外光谱法

Nondestructive and rapid quantitative detection of nutritional quality in
minor coarse cereals by near-infrared spectroscopy

(征求意见稿)

2024 – XX – XX 发布

2024 – XX – XX 实施

中国民族贸易促进会 发布

目 次

1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 仪器	3
6 样品	3
7 步骤	3
附录 A	4
附录 B	5

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化标准的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担辨识专利的责任。

本文件由延安市农产品质量安全检验检测中心提出。

本文件由中国民族贸易促进会归口。

本文件起草单位：。。。

本文件主要起草人：。。。

本标准为首次发布。

小杂粮营养品质无损快速定量检测 近红外光谱法

1 范围

本标准规定小杂粮中水分、灰分、粗蛋白、粗脂肪的无损快速检测-近红外光谱方法。

本标准适用于小杂粮的水分、灰分、粗蛋白、粗脂肪含量的无损快速检测。

本标准不适用于仲裁检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本标准必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定

GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

小杂粮 Minor Coarse Cereals

生育期短、种植面积少、种植地区和种植方法特殊，有特种用途的多种粮豆，一般可分为麦类小杂粮和豆类小杂粮。其中，麦类小杂粮主要包含大麦、高粱、燕麦、小米、薏、荞、糜、黍等，豆类小杂粮主要包含菜豆（芸豆）、黑豆、绿豆、蚕豆、豌豆、红小豆（赤小豆、小豆）等。

3.2

水分 Moisture

小杂粮中水以游离水、束缚水和化合水 3 种形态存在。本标准中，水分指小杂粮中的游离水含量。水分的测定按 GB 5009.3 执行。

3.3

灰分 Ash Content

小杂粮在高温灼烧后残留的以无机盐和氧化物为主的无机成分。灰分的测定按 GB 5009.4 执行。

3.4

粗蛋白 Crude Protein

各种含氮物质的总称，包含真蛋白和非蛋白含氮化合物。粗蛋白的测定按 GB 5009.5 执行。

3.5

粗脂肪 Crude Fat

将经前处理的、分散且干燥的样品用乙醚或石油醚等溶剂回流提取，使样品中的脂肪进入溶剂中，回收溶剂后所得到的残留物。粗脂肪的测定按 GB 5009.6 执行。

3.6

样品集 Sample Set

具有代表性的、可覆盖特定品质指标含量最小至最大范围，且满足建模过程对样本量基本需求的一类样品的组合。

3.7

预测值 Predicted Value

采用所建校正模型对样品近红外光谱进行预测运算所得的值。

3.8

参考值 Specified Value

采用标准方法或专业领域内公认的参考方法获得的样品特定品质指标含量值。

3.9

残差 Residual

样品预测值和参考值的差值。

3.10

校正模型 Calibration Model

以校正集样品近红外光谱数据为自变量、对应样品特定品质指标参考值为因变量，采用特定算法所建立的数学模型。

4 原理

采用近红外光谱（Near-Infrared Spectroscopy, NIR）对小杂粮各品质进行无损检测即定量分析的原理如下：小杂粮特定品质指标的有关化学物质，其分子结构中含氢官能团的合频、倍频吸收位于近红外光谱范围内，对近红外光的吸收程度和物质含量有定量关系。对小杂粮采集近红外光谱数据，则所采集数据中包含了小杂粮特定品质指标的信息。以所采集的小杂粮近红外光谱数据为自变量，以采用标准方法或专业领域内公认的参考方法获得的小杂粮特定品质指标的参考值分别为因变量，借助多元回归-交互验证算法建立所述自变量和各因变量之间的数学关系，即小杂粮特定品质无损检测定量分析模型（定量校正模型）。

用矩阵/向量表示校正模型，如公式（a）所示：

$$Y_{\text{Specified}} = X_{\text{Calibration}} B + E \quad (\text{a})$$

公式（a）中， $Y_{\text{Specified}}$ 是校正集样品特定指标参考值， $X_{\text{Calibration}}$ 是校正集样品近红外光谱数据， B 是所建模型多元回归系数， E 是模型残差。

对待测小杂粮样品采集近红外光谱数据，通过校正模型对所采集待测小杂粮样品近红外光谱数据进行运算，即可得到待测小杂粮样品特定品质指标的预测值，从而实现小杂粮特定品质指标的无损快速检测即定量分析。

用矩阵/向量表示预测过程，如公式（b）所示：

$$Y_P = X_{Un} B \quad (\text{b})$$

公式（b）中， Y_P 是待测样品通过模型预测所得到的预测值， X_{Un} 是待测样品近红外光谱数据， B 是所建模型多元回归系数。

5 仪器

采用线性渐变分光近红外光谱仪（Linear Variable Filter Near-Infrared Spectrometer, LVF-NIR）采集小杂粮近红外光谱数据。

6 样品

对小杂粮样品可采用不研磨直接采集近红外光谱数据，或采用研磨过筛前处理。建立校正模型一般以 100~200 个小杂粮样品为宜，可根据实际情况增加或减少建模样品数量。参与建立校正模型的小杂粮样品应具有良好的代表性，同一类样品应包含不同品种、不同产地、不同采集地点、不同栽培方式等尽可能覆盖全部情况的样品，即参与建立校正模型的小杂粮样品的特定品质指标的范围能够覆盖需要分析的小杂粮样品的特定品质指标的跨度。

7 步骤

7.1 仪器参数与实验条件

仪器开机预热不少于 20 分钟。

采样方式：漫反射。

参比：以聚四氟乙烯白板为参比。

光谱波段范围：波长 900 nm ~ 1700 nm 或其中的一部分。

光谱分辨率：光谱中心分辨率 10 nm。

光谱累加次数：不少于 50 次。

光谱信噪比 $SNR \geq 1000$ 。

环境温度：20 °C ~ 25 °C。

环境相对湿度：25 % ± 5 %。

7.2 校正模型的建立

按 GB/T 29858 执行。

7.3 待测样品的无损快速检测

按 GB/T 29858 执行。

7.4 校正模型的维护

按 GB/T 29858 执行。

附 录 A

(资料性附录)

小杂粮品质指标数据统计

表 A.1 小杂粮品质指标数据统计

统计量\品质指标	水分 (%)	粗蛋白 (g/100g)	粗脂肪 (g/100g)	灰分 (g/100g)
样本容量	190	190	190	190
最小值	7.97	8.19	0.50	0.90
最大值	13.88	22.58	5.12	3.29
平均值	11.36	10.68	2.86	1.33
样本标准差	1.22	3.28	0.96	0.53
极差	5.91	14.40	4.62	2.39
变异系数	10.8%	30.7%	33.5%	40.0%
注： /				

附录 B

（资料性附录）

小杂粮品质指标近红外光谱定量校正模型数据

表 B.1 小杂粮品质指标近红外光谱定量校正模型数据

模型	模型维数	校正测定系数	校正均方根误差	校正回归方程	验证测定系数	验证均方根误差	验证回归方程
水分	4	0.9565	0.25	$Y=0.9565X+0.4947$	0.9506	0.27	$Y=0.9436X+0.6469$
粗蛋白	8	0.9511	0.19	$Y=0.9511X+0.4715$	0.9347	0.22	$Y=0.9293X+0.6784$
粗脂肪	7	0.9058	0.25	$Y=0.9058X+0.2725$	0.8858	0.28	$Y=0.8903X+0.3166$
灰分	6	0.8323	0.037	$Y=0.8323X+0.1953$	0.8034	0.041	$Y=0.7962X+0.2367$
注：样品未经研磨处理							

表 B.2 小杂粮品质指标近红外光谱定量校正模型数据

模型	模型维数	校正测定系数	校正均方根误差	校正回归方程	验证测定系数	验证均方根误差	验证回归方程
水分	5	0.9684	0.22	$Y=0.9684X+0.3592$	0.9645	0.24	$Y=0.9596X+0.4623$
粗蛋白	9	0.9714	0.13	$Y=0.9714X+0.2758$	0.9597	0.16	$Y=0.9566X+0.4197$
粗脂肪	9	0.8692	0.25	$Y=0.8692X+0.4052$	0.8142	0.30	$Y=0.8413X+0.4864$
灰分	8	0.8593	0.031	$Y=0.8593X+0.1630$	0.8242	0.035	$Y=0.8324X+0.1946$
注：样品经研磨过筛处理							