



中华人民共和国国家标准

GB/T 24870—2010

粮油检验 大豆粗蛋白质、 粗脂肪含量的测定 近红外法

Inspection of grain and oils—Crude protein and crude fat determination in
soybean—Near-infrared method

2010-06-30 发布

2011-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准修改采用美国谷物化学家协会标准 AACC 39-20:1999《大豆中蛋白质和脂肪的测定 近红外反射法》(英文版)(AACC Method 39-20:1999 Near-infrared reflectance method for protein and oil determination in soybeans)。

为方便使用,本标准做了如下编辑性修改:

- 为了与我国现有标准的系统性相一致而改变了标准名称;
- 按 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分:标准的结构和编写规则》和 GB/T 20000.2—2001《标准化工作指南 第 2 部分:采用国际标准的规则》的规定,在不影响标准比较的前提下,改变了部分文本结构,将原标准中第 1 章“目的”调整为本标准的第 4 章“原理”;将原标准中的第 2 章“仪器”调整为本标准的第 5 章“仪器设备”;将原标准中的第 3 章“步骤”调整为本标准的第 6 章“测定”,并增加了相对应的二级及三级条目编号;
- 用 GB/T 14489.2 代替了原标准中的“Method 44-61A”,因为两者所采用的测试方法是一致的;
- 用 GB/T 14488.1 代替了原标准中的“Method 30-25”,因为两者所采用的测试方法是一致的;
- 用 GB/T 5497 代替了原标准中的“Method 44-15A”,因为两者所采用的测试方法也是一致的;
- 用 GB/T 24895《粮油检验 近红外分析定标模型验证和网络管理与维护通用规则》代替了原标准中的“AACC Method 39-10”,因为 AACC Method 39-10 标准中限制了使用近红外透射型仪器;
- 取消了原标准中有关近红外“反射类”的限定,如在“目的”中的“反射”;
- 修改了原标准中对样品粉碎设备的规定,以便于本标准适用于各类近红外分析仪;
- 增加了第 1 章“范围”、第 2 章“规范性引用文件”、第 3 章“术语和定义”、第 7 章“结果处理和表示”、第 8 章“异常样品的确认和处理”、第 9 章“准确性和精密度”和第 10 章“测试报告”;
- 取消了 5.3 有关微型计算机的规定;
- 为了便于使用及对照,将原标准中涉及的有关 AACC 标准方法作为参考资料附于本标准之后。

本标准是建立在经典方法基础上的大豆粗蛋白质、粗脂肪含量的快速测试方法,对于仲裁检验应以国家标准已规定的常规方法,即 GB/T 14489.2 和 GB/T 14488.1 为准。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:河南工业大学、中储粮河南分公司检测中心、辽宁省粮油质量检验所。

本标准主要起草人:王金水、吴存荣、邬斌、闵国春、乔丽娜。

粮油检验 大豆粗蛋白质、 粗脂肪含量的测定 近红外法

1 范围

本标准规定了大豆粗蛋白质、粗脂肪含量(干基)近红外测试方法的术语和定义、原理、仪器设备、测定、结果处理和表示、异常样品的确认和处理、准确性和精密度及测试报告的要求。

本标准适用于大豆粗蛋白质和粗脂肪含量(干基)的快速测试。

本标准不适用于仲裁检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 5497 粮食、油料检验 水分测定法

GB/T 14488.1 植物油料 含油量测定

GB/T 14489.2 粮油检验 植物油料粗蛋白质的测定

GB/T 24895 粮油检验 近红外分析定标模型验证和网络管理与维护通用规则

3 术语和定义

GB/T 24895《粮油检验 近红外分析定标模型验证和网络管理与维护通用规则》确立的术语和定义适用于本标准。

4 原理

利用蛋白质或脂肪分子中的 N—H、C—H、O—H、C=O 等化学键的泛频振动或转动对近红外光的吸收特性,用化学计量学方法建立大豆近红外光谱与其粗蛋白质含量或粗脂肪含量之间的相关关系,计算大豆样品的粗蛋白质含量或粗脂肪含量。

5 仪器设备

5.1 近红外分析仪:加入粮油近红外分析网络的仪器应符合 GB/T 24895 的要求。未加入粮油近红外分析网络的仪器,应按照 GB/T 24895 中有关定标模型验证的规定验证合格。

5.2 样品粉碎设备(适用于测试粉状样品的近红外分析仪):依据近红外分析仪操作说明书的要求配置相应的粉碎设备。粉碎后样品的粒度分布和均匀性应符合近红外分析仪建立定标模型时的要求,使用时应采用和定标模型建立与验证时同样的制备过程。

6 测定

6.1 测定前的准备

6.1.1 样品的取样和分样按 GB 5491 的规定执行。

6.1.2 整理样品,除去样品中的杂质和破碎粒。

6.1.3 按照近红外分析仪(5.1)说明书的要求进行仪器预热和自检测试。

6.1.4 在使用状态下每天至少用监控样品对近红外分析仪(5.1)进行监测一次。同一监控样品的测试结果与最初的测试结果比较,应满足 9.2 的要求。如果测试结果不能满足 9.2 的要求,应停止使用,并通报网络管理者或仪器供应商予以调整或维修。监控样品的制备按附录 A 的规定执行。

6.1.5 测试样品的温度应控制在定标模型验证规定的测试温度范围内。

6.2 整粒大豆样品的测定

按照近红外分析仪(5.1)说明书的要求,取适量的样品用近红外分析仪进行测定,记录测定数据。每个样品应测定两次,第一次测定后的测试样品应与原待测样品混匀后,再次取样进行第二次测定。

6.3 粉碎样品的测定

按照近红外分析仪(5.1)说明书的要求,取适量的大豆样品,使用规定的粉碎设备(5.2)粉碎,将粉碎样品用近红外分析仪进行测定,记录测定数据。每个样品应测定两次,第一次测定后的样品应与原粉碎样品混匀后,再次取样进行第二次测定。

7 结果处理和表示

7.1 为了得到有效的结果,测定结果应在近红外分析仪使用的定标模型所覆盖的成分含量范围内。

7.2 两次测定结果的绝对差应符合 9.2 的要求,取两次数据的平均值为测定结果,测定结果保留小数点后一位。

7.3 如果两个测定结果的绝对差不符合 9.2 的要求,则必须再进行 2 次独立测定,获得 4 个独立测定结果。若 4 个独立测定结果的极差($X_{\max} - X_{\min}$)等于或小于允许差的 1.3 倍,则取 4 个独立测定结果的平均值作为最终测定结果;如果 4 个独立测定结果的极差($X_{\max} - X_{\min}$)大于允许差的 1.3 倍,则取 4 个独立测定结果的中位数作为最终测定结果。

7.4 对于仪器报警的异常测定结果,所得数据不应作为有效测定数据。异常样品的确认和处理按第 8 章的要求执行。

8 异常样品的确认和处理

8.1 异常样品的确认

8.1.1 形成异常测定结果的原因,可能来自于以下几个方面:

- 该样品测定粗蛋白质或粗脂肪的含量超过了该仪器的定标模型的范围;
- 该样品的品种与参与该仪器定标样品集的品种有很大差异;
- 采用了错误的定标模型;
- 样品中杂质过多;
- 光谱扫描过程中样品发生了位移;
- 样品的温度超出定标模型规定的温度范围。

8.1.2 应对造成测定结果异常的原因进行分析和排除,再进行第二次近红外测定予以确认,如仍出现报警,则确认为异常样品。

8.2 异常样品的处理

8.2.1 发现异常样品后,应按 GB/T 5497、GB/T 14489.2 或 GB/T 14488.1 规定的方法对该样品的水分含量、粗蛋白或含油量进行分析,并封存样品。

8.2.2 应将异常样品的情况通报近红外分析网络管理者或仪器生产商,以利于今后对定标模型进行升级。

9 准确性和精密度

9.1 准确性

验证样品集粗蛋白质、粗脂肪含量扣除系统偏差后的测定值与其标准值之间的标准差(SEP)应不

大于 0.40%。

9.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的仪器设备,按相同测试方法,并在短的时间内,通过重新分样和重新装样,对同一被测样品相互独立进行测试,获得的两次粗蛋白质含量测定结果的绝对差,应不大于 0.3%,获得的两次粗脂肪含量测定结果的绝对差应不大于 0.4%。

9.3 再现性

在不同实验室,由不同操作人员使用同一型号不同设备,按相同的测试方法,对相同的大豆样品,获得的粗蛋白质含量两个独立测定结果之间的绝对差,应不大于 0.4%,粗脂肪含量两个独立测定结果之间的绝对差应不大于 0.5%。

10 测试报告

测试报告应包括(但不限于):

- 定标模型名称及编号;
- 定标模型的适用浓度范围;
- 定标模型允许温度范围;
- 已入粮油近红外分析网络的近红外分析仪,应提供所入网络的名称、入网时间、入网编号、定标模型转移时间;
- 未入粮油近红外分析网络的近红外分析仪,应提供以下信息:
 - 验证样品集浓度范围;
 - 验证样品集的测试温度范围;
 - 验证单位及验证时间;
- 仪器型号与序列号;
- 监控样品日常监控信息;
- 试样的名称及编号;
- 试样采样方法;
- 试样制备方法;
- 试样测试时的温度;
- 试样测定结果;
- 采用的测定方法标准;
- 出现异常样品时,应提供异常样品类型及处理的有关信息;
- 测试单位、测试人及测试时间;
- 本标准未规定的,或认为是非强制性的,以及可能影响测定结果的全部细节。

附 录 A
(规范性附录)
监控样品的制备

A.1 仪器

近红外分析仪:符合本标准 5.1 的要求。

A.2 监控样品的制备

A.2.1 取样:选择品种单一的大豆,按 GB 5491 规定的方法采样。

A.2.2 样品的预处理:清除样品中的杂质及破碎粒,分样至每份样品 500 g 左右。

A.2.3 样品的测定:利用近红外分析仪(A.1)测定样品的粗蛋白质含量(干基)或者粗脂肪含量(干基)。

A.2.4 监控样品应至少制备两份,其中一份留作备用。

A.3 监控样品的保存

样品应密封,保存于通风、干燥、阴凉的环境中。保存期不宜超过一年。

A.4 监控样品的使用期限

每个监控样品在使用 100 次之后,或者出现生虫、被污染等,应重新制备。

参 考 文 献

[1] U. S Department of Agriculture. Federal grain inspection service. 1999. Grain inspection handbook, Book VI, Chapter 4. (Available from U. S. Department of Agriculture-APHIS, Document Management Branch, 6505 Belcrest Rd. , Hyattsville, MD20782.)

[2] AACC Method 46-11A; 1999 Crude protein—Improved Kjeldahl method, copper catalyst modification.

[3] AACC Method 30-25; 1999 Crude fat in wheat, corn, and soy flour, feeds, and mixed feeds.

[4] AACC Method 44-15A; 1999 Moisture—Air-oven methods.

[5] AACC Method 39-10; 1999 Near-infrared reflectance method for protein determination in small grains.

