

DB/5115

四川省(宜宾市)地方标准

T/5115 ×××—202×

稻谷脂肪酸值的测定 近红外法

Determination of fat acidity value of paddy—Near infrared method

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

征求意见稿

202×-××-××发布

202×-××-××实施

宜宾市市场监督管理局 发布

前 言

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

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由宜宾市市场监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：宜宾市粮油质量监测站、四川省粮油中心监测站、广东星创仪器有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司。

本文件主要起草人：于加乾、杨军、刘振尧、丁海泉、高洪智、温江北、史中元、张凤枰。

稻谷脂肪酸值的测定 近红外法

1 范围

本文件描述了稻谷脂肪酸值的近红外测定方法。

本文件适用于稻谷脂肪酸值的快速测定。

本文件不适用于仲裁检验。

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文件必不可少的条款。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/T 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 20569 稻谷储存品质判定规则

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

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

利用稻谷中脂肪分子中的O—H、N—H、C—H、C=O、C—C等化学键的泛频振动或转动对近红外光的吸收特性，以漫反射或透射方式获得在近红外区的吸收光谱或透射光谱，利用化学计量学方法建立稻谷近红外光谱与脂肪酸值之间的相关关系模型，计算稻谷样品的脂肪酸值含量。

5 仪器设备

5.1 近红外分析仪：加入粮油近红外分析网络仪器应符合 GB/T 24895 的要求，未加入粮油近红外分析网络仪器，应按照 GB/T 24895 中有关定标模型验证规定验证合格。用于收购现场使用的，还应具备直流供电、环境适应性能良好要求。仪器具有温湿度传感功能及校正功能，适应各种温湿度环境；仪器具备无线网络功能，可对接管理系统实时上传数据；仪器便于手提携带，适应户外收购环境使用；仪器配备电池，可户外连续工作 4 h 以上；软件具有近红外光谱数据的收集、存储、定标和分析等功能的软件。

5.2 稻谷出糙设备：适用于测定经脱壳处理样品的近红外分析用，用于糙米样品制备，制备出的糙米品种（如中晚籼稻、早籼稻）分布和均匀性应符合近红外分析仪建立定标模型的要求。

6 测定

6.1 测定前准备

- 6.1.1 样品采集和分样按 GB 5491 规定执行。
- 6.1.2 整理样品，除去样品杂质和破碎粒。
- 6.1.3 按照近红外分析仪说明书要求完成仪器预热、自检。
- 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监测一次，同一监控样品的脂肪酸值含量测定结果与最初的测定结果比较，应保证：脂肪酸值低于 20.0 mgKOH/100g 时，绝对差不大于 2.0 mgKOH/100g，脂肪酸值在 20.0 mgKOH/100g~30.0 mgKOH/100g 干时，绝对差不大于 3.0 mgKOH/100g 干，脂肪酸值高于 30.0 mgKOH/100g 时，绝对差不大于 3.5 mgKOH/100g 干。监控样品的制备按附录 A 规定执行。
- 6.1.5 如监控样品测定结果不符合 6.1.4 的要求，应停止使用，并及时通知网络管理者或仪器供应商予以调整或维修。
- 6.1.6 测定样品的温度应控制在定标模型验证中规定的温度范围内。

6.2 整粒稻谷样品测定

按照近红外分析仪说明书规定操作步骤，取 $200\text{ g}\pm 10\text{ g}$ 稻谷样品，用近红外分析仪进行测定，记录测定数据。每个样品测定两次。第一次测定后的样品应与待测样品混匀后，再次取样进行第二次测定。

6.3 制备糙米样品的测定

按照附录A完成稻谷出糙后，按照近红外分析仪说明书规定操作步骤，取 $200\text{ g}\pm 10\text{ g}$ 糙米样品，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。第一次测定后的糙米样品应与待测样品混匀后。

7 试验数据处理

- 7.1 为了得到有效的结果，测定结果应在近红外分析仪定标模型所覆盖的脂肪酸值范围内。
- 7.2 取两次平行测定结果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值不符合 9.2 规定的要求，则必须再进行两次独立测定，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。
- 7.4 仪器报警的异常数据不宜作为有效测定数据。

8 异常结果和异常样品确认和处理

8.1 异常样品确认

- 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：
- 该样品脂肪酸值超过了近红外分析仪定标模型脂肪酸值范围；
 - 该样品品种与参与该近红外分析仪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，如仍出现报警，则确认为异常样品。

8.2 异常样品处理

8.2.1 异常样品脂肪酸值按 GB/T 20569 附录 A 规定方法进行测定，并封存样品。

8.2.2 将异常样品的情况通报粮油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

验证样品集脂肪酸值扣除系统偏差后的近红外测定值与其标准值之间的标准差（SEP）应不大于 3.0 mgKOH/100g。

9.2 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同的仪器设备，按相同测定方法，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定，获得的两次测定结果的绝对差，脂肪酸值小于 30.0 mgKOH/100g 时，应不大于 2.0 mgKOH/100g，脂肪酸值大于或等于 30.0 mgKOH/100g 时，应不大于 3.0 mgKOH/100g。

9.3 再现性

在不同实验室，由不同操作人员使用同一型号的不同设备，按相同测定方法，对相同的稻谷样品，获得的脂肪酸值两个独立测定结果之间的绝对差，脂肪酸值小于 30.0 mgKOH/100g 时，应不大于 2.0 mgKOH/100g，当脂肪酸值大于或等于 30.0 mgKOH/100g 时，应不大于 3.0 mgKOH/100g。

10 测定报告

测定报告应包括（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；
 - 验证样品集的测定温度范围；
 - 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；
- 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；
- 试样测定时的温度；
- 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；
- 测定单位、测定人及测定时间；
- 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)
近红外监控样品制备

- A.1 取样：选择品种单一的稻谷，按GB 5491规定的方法采样。
 - A.2 样品的预处理：清除样品中的杂质及破碎粒，分样至每份样品约500 g。
 - A.3 监控样品应至少制备两份，其中一份留作备用。
 - A.4 样品脂肪酸值测定：使用近红外分析仪测定样品的脂肪酸值。
 - A.5 样品保存：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3个月。
 - A.6 样品有效期：每个监控样品在使用500次之后，或者出现生虫被污染等、应重新制备。
-