

中华人民共和国国家标准

《饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法》

编制说明

(公开征求意见稿)

四川威尔检测技术股份有限公司
中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所
通威农业发展有限公司

2023年12月

目 录

一、工作简况	3
1.1 任务来源	3
1.2 标准修订背景	3
1.3 主要工作过程	5
二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据	8
2.1 标准编制原则	8
2.2 主要修订内容	8
2.3 主要修订内容说明	20
2.3.1 定量限	20
2.3.2 规范性引用文件	21
2.3.3 术语和定义	21
2.3.4 仪器设备	29
2.3.5 样品	30
2.3.6 定标样本选择方法	31
2.3.7 采集样品近红外光谱	33
2.3.8 样品化学分析	34
2.3.9 定标模型建立	34
2.3.10 定标模型评估	35
2.3.11 定标模型维护与质量控制	36
2.4 模型验证误差分析	39
2.4.1 水分模型误差分析	39
2.4.2 粗蛋白质模型误差分析	41
2.4.3 粗脂肪模型误差分析	42
2.4.4 粗纤维模型误差分析	44
2.4.5 赖氨酸模型误差分析	45
2.4.6 蛋氨酸模型误差分析	47
2.5 平行样品偏差分析	49
2.6 模型误差分析总结	50
三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果	52
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况	53
五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准	54
六、与有关法律、法规的关系	54
七、重大分歧意见的处理经过和依据	54
八、涉及专利的有关说明；	54
九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议	54
十、其他应当说明的事项	55
参考文献	56

一、工作简况

1.1 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2021 年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2021] 23 号），本标准修订项目编号为 20213324-T-469，项目名称为《饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法》，项目承担单位为四川威尔检测技术股份有限公司、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所 [国家饲料质量监督检验中心（北京）]和通威股份有限公司。2022 年 6 月，因通威股份有限公司内部组织架构变革，对公司板块业务进行细分，新成立通威农业发展有限公司，承担原通威股份有限公司农牧板块全部业务，计划未来单独拆分上市，使后续业务更聚焦。因此，主要起草单位申请变更为四川威尔检测技术股份有限公司、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所 [国家饲料质量检验检测中心（北京）]、通威农业发展有限公司。本标准由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）提出并归口。

1.2 标准修订背景

近红外光谱法是目前公认最快速、最绿色环保的饲料、食品等产品营养成分检测方法。近红外快速检测技术在美国、欧盟等饲料企业应用较广泛，近年来我国饲料近红外技术应用水平也逐步提升。随着农业农村部发布《共同推进“一带一路”建设农业合作的愿景与行动》，我国主要大型饲料企业不断在“一带一路”沿线国家布局，开展多种形式的国际产能合作，为我国饲料产业获取新的增长动力。饲料贸易方面，进口产品主要为饲料

原料，大多来自于美国、加拿大、澳大利亚、泰国、法国、秘鲁、智利等，对外依存度较高，需要进口大量的大豆、玉米、油菜籽、菜籽粕、花生粕、鱼粉、鸡肉粉、肉骨粉等。随着国内饲料行业的近红外技术普及及广泛应用，不论是饲料企业的加工制造产能转移，还是产业链上、下游的整合，也越来越依赖于近红外快速检测技术。

随着国内外近红外技术的快速发展，FOSS、Bruker、Buchi、Pertem、Thermo Fisher、PerkinElmer、聚光科技、海洋光学、威斯派克、谱绿、棱光、迅杰等国内外近红外分析仪已在饲料行业广泛应用，化学计量学发展迅速，新的建模算法不断涌现，参数描述不尽相同。

目前，有关饲料近红外光谱法的 ISO 标准有 ISO 12099:2017《动物饲料、谷物和碾磨谷物制品—近红外光谱法应用指南》，该指南更趋向于通用的原则要求，不容易转化为实际应用的方案。国内有关近红外的标准有 GB/T 24895-2010《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》和 GB/T 37969-2019《近红外光谱定性分析通则》，应用范围与本标准均不一致。在 AOCS 体系下，也只有 997.06 小麦全麦粗蛋白质、991.01 饲料中的水分、989.03 牧草中的酸性洗涤纤维和粗蛋白质等三个方法，覆盖指标少，适用范围小。

随着国内外对近红外光谱法的认识与研究日益深入，GB/T 18868-2002 规定的定标要求在实际应用中无法实现，需要结合我国饲料行业近红外应用实际情况进行修订，满足各大、中、小型企业建立饲料原料和饲料产品近红外预测模型实际需要，提升饲料行业近红外技术应用水平。GB/T 18868-2002 仅适用各种饲料原料和配合饲料中的水分、粗蛋白质、粗纤

维和粗脂肪，各种植物性蛋白类饲料原料中的赖氨酸、蛋氨酸，未涵盖浓缩饲料、精料补充料的水分、粗蛋白质、粗纤维和粗脂肪，以及动物类蛋白饲料原料、配合饲料、浓缩饲料和精料补充料中的赖氨酸、蛋氨酸，亟需修订 GB/T 18868-2002《饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法》，全力满足我国饲料行业水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定需要，提升饲料生产企业原料和产品质量控制水平，促进饲料业的高质量发展。

1.3 主要工作过程

1.3.1 成立标准编制小组

2021年8月，四川威尔检测技术股份有限公司、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所 [国家饲料质量监督检验中心（北京）]和通威股份有限公司接到国家标准修订任务后，成立了标准编制小组，落实了人员分工，详见表1。

表1 标准主要起草人员和任务分工

人 员	职 称	任 务 分 工
宋 涛	高级工程师	项目主持人，负责项目的全面工作
张凤枰	教授级高工	技术路线制定，标准文本和编制说明编写和完善、征求意见
樊 霞	研究员	实施方案制定，标准文本和编制说明编写和完善
祁蒙蒙	工程师	标准文本和编制说明编写和完善、征求意见、标准验证
唐 瑶	助理工程师	模型分析、意见咨询、信息收集整理
张 璐	研究员	标准文本和编制说明编写和完善

1.3.2 标准修订技术路线和方案制定

2021年9月~12月，标准编制小组查阅了国内外有关标准文献资料，同时调研国内主要饲料质检机构、饲料生产企业等近红外检测仪器设备、标准方法采用情况，制定了标准修订原则和修订内容草案。

2022年2月，四川威尔检测技术股份有限公司、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所 [国家饲料质量监督检验中心（北京）]组织有关专家、主要起草人员召开标准修订项目启动会，确定标准修订的主要内容、分工、完成时限等。

2022年3月~2023年7月，针对当前我国饲料近红外使用现状，参考ISO 12099:2017，根据我国饲料近红外实际操作和运用情况，完成了标准文本、编制说明定向征求意见稿编制工作。

2022年7月~2023年9月，标准编制小组将起草完成的国家标准《饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法》标准文本和编制说明征求意见稿发送给国家和省部级饲料质检机构、大中型饲料企业实验室、全国饲料工业标准化技术委员会委员等相关的质检机构、科研院所、高校、企业等单位的专家征求意见，详细情况见表2。

表2 标准意见征求情况

序号	单位属性	发函数量	反馈数量
1	高校、科研院所	12	1
2	质检机构	15	3
3	饲料企业	23	22

本次发函征求意见1个月，发函单位50个，回函单位25个，未

回函单位 25 个；提出意见单位 25 个，无意见单位 0 个；共提出意见 213 条，采纳 134 条，部分采纳或不采纳 79 条。

根据征求得到意见和建议，标准编制小组对标准进行认真的修改、完善，于 2023 年 12 月 15 日形成国家标准《饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法》公开征求意见稿。

二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

2.1 标准编制原则

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》、GB/T 20001.4 – 2015 《标准编制规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定和要求编写标准全文。查阅了国内外相关标准，结合现行标准实施情况，保证标准的先进性和衔接性。

2.2 主要修订内容

本标准代替 GB/T 18868 – 2002 《饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法》，除结构调整和编辑性改动外，对标准的适用范围、术语和定义、原理、仪器设备、样品、试验步骤、精密度等均进行了修订，具体见表 3。

表 3 标准修订前后技术内容对比

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
1.	1	本标准适用于各种饲料原料和配合饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维和粗脂肪，各种植物性蛋白类饲料原料中赖氨酸和蛋氨酸的测定，本方法的最低检出量为 0.001%。	本文件描述了饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸和蛋氨酸的近红外光谱快速测定方法。 本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料（不含矿物质饲料原料）中水分、粗蛋白质、粗纤维和粗脂肪的测定，以及配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和蛋白质饲料中赖氨酸和蛋氨酸的测定。 本文件水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪的定量限为 0.1%，赖氨酸为 0.04%，蛋氨酸的定量限为 0.01%。	修改了适用范围和定量限
2.	3.1	无	近红外光谱仪	增加近红外光谱仪所包含的元件和系统说明
3.	3.1.1	无	光源	增加近红外光谱仪常用光源的说明
4.	3.1.2	无	测量附件	增加测量附件的定义
5.	3.1.3	无	分光系统（也称单色器）	增加分光系统的定义和类型
6.	3.1.4	检测器为硫化铅	把携带试样信息的近红外光信号转变为电信号，再通过 A-D 转变为数字形式输出，在短波区域，多采用 Si 检测器，长波区域	增加检测器的定义和类型

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
			多采用 PbS 或 InGaAs 检测器。	
7.	3.1.5	无	样品台	增加样品台的定义
8.	3.1.6	无	冷却系统（或通风系统）	增加冷却系统（或通风系统）的定义
9.	3.1.7	无	波长准确度	增加波长准确度的定义
10.	3.1.8	无	波长重复性	增加波长重复性的定义
11.	3.1.9	无	吸光度重复性	增加吸光度重复性的定义
12.	3.1.10	无	信噪比	增加信噪比的定义
13.	3.2	无	近红外软件	对近红外软件进行细分
14.	3.2.1	无	建模软件	增加建模软件的说明
15.	3.2.2	无	扫描软件	增加扫描软件的说明
16.	3.2.3	无	网络化管理软件	增加网络化管理软件的说明

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
17.	3.3	无	近红外光谱	增加近红外光谱的定义
18.	3.3.1	无	波长（或波数）范围	增加波长（或波数）范围的定义
19.	3.3.2	无	光谱范围	增加光谱范围的定义
20.	3.3.3	无	吸光度	增加吸光度的定义
21.	3.3.4	无	带宽（分辨率）	增加带宽（分辨率）的定义
22.	3.3.5	无	扫描间隔	增加扫描间隔的定义
23.	3.4	无	近红外模型	增加近红外模型的定义
24.	3.4.1	无	光谱预处理	增加光谱预处理的定义
25.	3.4.2	无	参数项	增加参数项的定义
26.	3.4.3	无	试样成分含量（化学值）	增加试样成分含量（化学值）的定义
27.	3.4.4	无	校正集试样	增加校正集试样的定义

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
28.	3.4.5	无	交互验证	增加交互验证的定义
29.	3.4.6	主成分回归法	主成分回归法	修改主成分回归法的定义
30.	3.4.7	偏最小二乘法回归法	偏最小二乘回归法	修改偏最小二乘回归法的定义
31.	3.5	无	应用效果	增加应用效果的定义
32.	3.5.1	无	验证集	增加验证集的定义
33.	3.5.2	无	盲样（即未知样品）	增加盲样（即未知样品）的定义
34.	3.5.3	无	偏差分析	增加偏差分析的定义
35.	3.5.4	无	报警	增加报警的定义
36.	3.5.5	无	光谱残差	增加光谱残差的定义
37.	3.5.6	无	马氏距离	增加马氏距离的定义
38.	3.5.7	无	最邻近距离	增加最邻近距离的定义

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
39.	3.6	无	模型性能	增加模型性能的定义
40.	3.6.1	4.4 偏差 4.3 残差	偏差或残差	增加偏差或残差的定义和计算公式
41.	3.6.2	4.1 标准分析误差(SEC 或 SEP)	校正标准偏差 (SEC 或 RMSEC)	增加校正标准偏差的定义, 增加对公式中项的解释
42.	3.6.3	无	交互验证的校正标准偏差 (SECV 或 RMSECV)	增加交互验证的校正标准偏差的定义、计算公式和公式中项的解释
43.	3.6.4	4.1 标准分析误差(SEC 或 SEP)	预测标准偏差 (SEP 或 RMSEP)	增加预测标准偏差的定义、计算公式和公式中项的解释
44.	3.6.5	无	验证集标准偏差与预测标准偏差的比值 (RPD)	增加验证集标准偏差与预测标准偏差的比值公式
45.	3.6.6	4.5 相关系数 (R 或 r)	决定系数 (R ²)或相关系数 (R)	增加 R ² 的计公式
46.	3.6.7	无	成对 t 检验	增加成对 t 检验统计量的计算公式
47.	3.7	4.6 异常样品 样品近红外光谱与定标样品差别过大, 具体表现为样品近红外光谱的马哈拉诺比斯 (Mahalanobis) 距离 (H 值) 大于 0.6, 则该样品被视为异常样品。	3.7 异常试样 (也称界外试样、奇异点或异常点等) 预测过程异常试样的识别主要是用来检验待测试样是否在所建校正模型的覆盖范围内, 以确保对其预测结果的准确性	将超马氏距离的异常样品归为异常试样的其一类别: 浓度异常试样
48.	3.7.1	无	浓度异常试样	增加浓度异常试样的定义

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
49.	3.7.2	无	光谱残差异常试样	增加光谱残差异常试样的定义
50.	3.7.3	无	最临近距离异常试样	增加最临近距离异常试样的定义
51.	4	<p>近红外光谱方法(NIR)利用有机物中含有 C-H、N-H、O-H、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，通过主成分分析、偏最小二乘法、人工神经网络等现代化学和计量学的手段，建立物质光谱与待测成分含量间的线形或非线形模型，从而实现用物质近红外光谱信息对待测成分含量的快速计量。</p>	<p>利用有机物中含有 C-H、N-H、O-H、C=C 等化学键的泛频振动或转动，以漫反射、透反射或透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光谱与物质成分含量值之间的线性或非线性模型，从而实现用试样的近红外光谱吸光度建立的相关性模型，对待测样品成分含量值的快速计量。</p>	<p>修改“C-C”为“C=C”； “线形”修改为“线性”； 增加透反射和透射方式；</p>
52.	5.1	<p>带可连续扫描单色器的漫反射型近红外光谱仪或其他类产品，光源为 100 W 钨卤灯，检测器为硫化铅，扫描范围为 1100 nm ~ 2500 nm，分辨率为 0.79 nm，带宽为 10nm，信号的线形为 0.3，波长准确度 0.5nm，波长的重现性为 0.03 nm，在 2500nm 处杂散光为 0.08%，在 1100nm 处杂散光为 0.01%。</p>	<p>仪器应具备自我诊断系统，用于检测仪器的噪音、重现性、波长/波数准确度和波长/波数精度（对扫描型光谱仪）。仪器具有反射或透射扫描模式，其谱区范围为近红外全谱区或全谱区内的部分谱区或是选择的谱区组合。仪器应该分析足够多体积或表面积样品以消除待检样品化学和物理性质不均匀的影响。对于透射扫描模式，应依据仪器制造商的关于信号强度的推荐值进行样品光程（试样厚度）的优化，以获得最佳的线性和最大的信噪比。技术要求如下： （1）波长准确度优于±1.0 nm（光栅型）、±0.1cm⁻¹（傅里叶变换型）；</p>	<p>增加对近红外仪器自我诊断系统的描述和技术要求</p>

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
			<p>(2) 波长重复性优于 0.04 nm (光栅型)、0.02cm-1 (傅里叶变换型)；</p> <p>(3) 吸光度重复性优于 0.000 4 AU；</p> <p>(4) 在 1 690 nm 处, 杂散光小于 0.01 T%。</p>	
53.	5.2	<p>软件</p> <p>为 DOS 或 WINDOWS 版本, 该软件由 C 语言编写, 具有 NIR 光谱数据的收集、存储、加工等功能。</p>	<p>建模软件(也称化学计量学软件)</p> <p>建模软件的核心任务是建立定量或定性校正模型, 应具有以下功能: ①光谱预处理②波长筛选③多元定量校正④模型传递⑤模型界外试样的识别、校正试样的选择、模型质量控制以及模型评价等。</p>	增加对建模软件的功能说明
54.	5.3	无	<p>扫描软件的核心任务是光谱的采集, 应具有以下功能: ①光谱采集与参数设置②仪器的自检和故障诊断③光谱变换④光谱显示⑤光谱格式的转换⑥光谱峰谷标定、积分计算等。</p>	增加对扫描软件的功能说明
55.	5.4	<p>样品皿</p> <p>长方形样品槽, 10cm×4cm×1cm, 窗口为能透过红外线的石英玻璃, 盖子为白色泡沫塑料, 可容纳样品为 5g ~ 15g。</p>	<p>样品杯(槽、皿)</p> <p>最常用的是由可透过近红外光的石英(或玻璃、CaF₂等)材料制成盛装的样品的杯槽或皿等。</p>	“样品皿”替换为“样品杯(槽、皿)”, 删除对规格的描述, 当前使用的近红外仪器型号不同, 样品槽的规格不同
56.	6	<p>试样处理</p> <p>将样品粉碎, 使之全部通过 0.42 mm 孔筛(内径), 并混合均匀。</p>	<p>样品</p> <p>本文件中的样品包括: 用于近红外仪器定标的建模样品、用于定标模型验证的验证样</p>	增加对样品的分类

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
			品、用于仪器稳定性检查的仪器质控样品及用于定标模型性能监控的监控样品。	
57.	6.1	无	建模样品和验证样品	增加收集建模样品和验证样品需考虑的各种因素和选择方法
58.	6.2	无	仪器质控样品	增加对仪器质控样品的要求
59.	6.3	无	定标模型性能监控样品	增加对定标模型性能监控样品的要求
60.	7	分析步骤	试验步骤	将建模的步骤完善
61.	7.1	无	校正集试样选择	修改了校正集式样选择需考虑的因素和要求
62.	7.1.1	<p>附录 A</p> <p>参与定标的样品应具有代表性，即需含概将来所要分析样品的特性。创建一个新的校正模型，至少需要收集 50 个样品。通常以 70 个~150 个样品为宜。样品过少，将导致定标模型的欠拟合性；样品过多，将导致模型的过拟合性。</p>	<p>7.1.1 试样收集</p> <p>收集具有差异化物理特性和化学特性的样品，如种类、表面特征、化学性质、颗粒形状大小、色泽差异等。天然的样品还要根据样品品种、栽培方式、生长条件、气候差异、根茎叶的质地、收获季节、收获时间和加工贮存条件等因素加以收集。因此，建模并非一成不变，需要逐年优化。</p>	增加对试样收集过程中需考虑的其他因素

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
63.	7.1.1.1	无	分类收集保存	增加试样收集的要求
64.	7.1.1.2	无	信息登记	增加试样收集的要求
65.	7.1.3	附录 A.3 定标样品选择的方法	校正集试样选择方法	修改校正集试样收集的方法
66.	7.2	无	将试样处理待测，开机持续预热至仪器性能相关测试全部通过，达到稳定状态，取适量试样（平衡至室温），装填均匀，开始扫描；扫描结束后，清扫试样，重新装样，进行同一试样的第二次扫描，试样全部扫描结束后，分析结果。	增加对光谱采集操作的描述
67.	7.2.1	无	<p>近红外光谱常见的测量方式：</p> <p>（1）透射测量：透射是均匀透明液体最理想的测量方式。</p> <p>（2）透反射测量：为了实现光源和探测器的整体化设计，实现直接对液体或者固体测量，同时也可以增加液体样品光谱吸收的光程，往往采用透反射测量。</p> <p>（3）漫反射测量：对于固体颗粒，粉末等试样，近红外最常见的测量方式是漫反射。</p>	增添近红外光谱测量方式
68.	7.4.2	无	建立定标模型	增加定标模型的建立顺序

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
69.	7.5	无	定标模型评估	修改评估定标模型的方式
70.	7.5.1	7.2.1 定标模型的选择	选择定标模型	修改选择定标模型的要求
71.	7.5.2	无	测定	增加四个判据来保证模型的适用性，一是马氏距离，二是光谱残差，三是最邻近距离，四是模型组分范围限定。
72.	7.6	无	定标模型维护与质量控制	增加定标模型维护与质量控制，实际应用过程中，模型的更新是必须和必要的
73.	7.6.1	附录 A 动态定标模型办法就是在日常分析中边分析边选择异常样品，定期进行定标模型的升级	7.6.1 模型更新可分为两类； 一是遇到异常样品。二是对模型定期维护更新。模型更新后需要重新进行验证，可以使用初始的验证集试样对新模型进行验证，但是必须补充代表新范围或新类型的试样，其比例应不小于新试样在校正集中所占的比例。	增加模型更新的类别和要求
74.	7.6.2	无	分析质量保证与控制	增加定期对模型和仪器进行检测的方式
75.	7.6.2.1	异常试样分类	异常试样分类	修改“好”和“坏”异常试样的甄别标准
76.	8	无	试样中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸和蛋氨酸的含量以质量分数 w_i 表示，单位以质量百分含量表示，按公式（6）计算：	增加试验数据处理的公式

No.	章条编号	修订前	修订后	主要技术差异
			$w_i = \frac{w_{i1} + w_{i2}}{2}$	
77.	9	精密度	重复性限和允许误差	修改精密度为重复性限和允许误差
78.	9.1	无	<p>重复性限</p> <p>在同一实验室,由同一操作者使用同一设备,按相同的操作步骤,在短时间内,对同一被测样品独立进行近红外扫描得到的两个近红外测定值的绝对差值,超过表1所给出的重复性限 r 的情况不大于 5%。</p>	增加重复性限的数据和范围
79.	9.2	8 分析的允许误差 仅从水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、蛋氨酸、赖氨酸进行分类	<p>9.2 允许误差</p> <p>饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸和蛋氨酸的近红外测定结果与参考值的绝对差值,超过表2所给出的允许误差的情况不大于 5%。</p>	根据不同种类的饲料(含鱼粉、猪肉粉、鸡肉粉、DDGS、玉米、玉米蛋白粉、豆粕、棉粕、花生粕、小麦、麸皮、米糠、猪配合饲料、猪浓缩饲料、鸡配合饲料、鸡浓缩饲料、鸭配合饲料、水产颗粒配合饲料、水产膨化配合饲料、牛羊浓缩饲料、牛羊精料补充料)来区分水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、蛋氨酸、赖氨酸的允许误差

2.3 主要修订内容说明

2.3.1 定量限

近红外建模试样的水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸化学值直接采用相关国家标准检测方法检测，各相关国家标准规定见表4。

表4 有关国家标准定量限和结果表示

序号	标准名称	定量限	结果表示
GB/T 6435 - 2014	饲料中水分的测定	—	以质量分数表示，结果精确到 0.1%
GB/T 6432 - 2018	饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法	—	以质量分数表示，计算结果表示到小数点后两位
GB/T 6433 - 2006	饲料中粗脂肪的测定	—	以克每千克表示，结果准确至 1 g/kg，也可用质量分数表示
GB/T 6434 - 2022	饲料中粗纤维的含量测定	1.0%	以质量分数表示，保留至小数点后 1 位
GB/T 18246 - 2019	饲料中氨基酸的测定	赖氨酸 0.04% 蛋氨酸 0.01%	以质量分数表示，保留两位小数
GB/T 15399 - 2018	饲料中含硫氨基酸的测定 离子交换色谱法	蛋氨酸 0.01%	以质量分数表示，保留两位小数

结合以上饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、氨基酸测定标准方法规定，水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪等化学值测定结果以质量分数表示、保留至小数点后 1 位，蛋氨酸、赖氨酸的定量限分别为 0.01%和 0.04%，结合饲料近红外实际应用中各项目值的含量范围，最终确定水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪的定量限为 0.1%，赖氨酸的定量限为 0.04%，蛋氨酸的定量限为 0.01%。

2.3.2 规范性引用文件

近红外建模需要用到大量的化学值，而为了确保近红外建模的准确性，就需要按照国家标准方法开展检测得到的化学值来作为近红外建模的基础数据值。

因此，本文件的规范性引用文件如下：

GB/T 6432 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法

GB/T 6433 饲料中粗脂肪的测定

GB/T 6434 饲料中粗纤维的含量测定

GB/T 6435 饲料中水分的测定

GB/T 15399 饲料中含硫氨基酸的测定 离子交换色谱法

GB/T 18246 饲料中氨基酸的测定

2.3.3 术语和定义

结合最新文献及出版物（详见参考文献），对原标准中近红外相关的术语和定义做了补充与完善。涵盖了近红外光谱仪及相关硬件、软件，近红外光谱及光谱处理，近红外样品、模型，近红外模型分析、效果评价等各个方面。具体如下：

2.3.3.1 近红外光谱仪 NIR spectrometer

在本文件规定的条件下，利用近红外光谱的吸光度与试样成分含量及性能参数建立关系模型，对试样成分含量及性能参数进行预测的仪器，包含光源、测量附件、分光系统、检测器、样品台、冷却系统或通风系统，并有配套的近红外操作软件、定标软件等。

仪器基于近红外谱区的漫反射、透射或其它类型进行检测，其光谱区

包括：近红外全谱区 $770\text{ nm}\sim 2\,500\text{ nm}$ ($12\,987\text{ cm}^{-1}\sim 4\,000\text{ cm}^{-1}$)，或全谱区内的某段光谱范围，该谱区根据分光方式的不同，可选用波长或者波数表示。按照工作原理可以分为色散型（连续波长和离散波长）、干涉型或声光调制等类型。按照功能可以分为通用型和专用型，前者通常为宽谱区（短波、中波、长波近红外谱区）可以测定样品的透射与漫反射光谱，主要用于实验室分析；后者通常为窄谱区应用于专门样品的光谱仪。

(1) 光源 light source

近红外光谱仪包含的光源灯，最常用的光源是卤钨灯，在 2800 K 灯丝温度下，卤钨灯的光谱辐射亮度峰值位于约为 $10\,000\text{ cm}^{-1}$ ($1\,000\text{ nm}$)。

(2) 测量附件 measuring accessories

包括承载试样的器件、获得光谱的器件以及相关配套器件。

(3) 分光系统（也称单色器） spectroscopic system (monochromator)

将复合光变成单色光的系统。按单色器分类，商品化近红外光谱仪主要分为滤光片型、光栅色散型、傅里叶变换型和声光可调滤光器型四类。

(4) 检测器 detector

把携带试样信息的近红外光信号转变为电信号，再通过 A-D 转变为数字形式输出，在短波区域，多采用 Si 检测器，长波区域多采用 PbS 或 InGaAs 检测器。

(5) 样品台 rotary table or sample table

承载样品杯（或样品槽）旋转或上下往复运动的操作台。

(6) 冷却系统（或通风系统） cooling system (or ventilation system)

光源灯发热时，及时将热量散发出去，使光源灯保持恒温恒定状态的

系统。

(7) 波长准确度 wavelength accuracy

光谱仪器波长的标准值与仪器输出的单色光实际波长值之间的符合程度。

(8) 波长重复性 wavelength repetition

光谱仪器重复扫描标准样品时指定吸收峰多个(波长)测定值之间相符合的程度。

(9) 吸光度重复性 absorbance repetition

多次重复测定同一个样品某谱峰吸光度值之间相符合的程度。

(10) 信噪比 signal to noise ratio

信号强度与噪声强度之比。

2.3.3.2 近红外软件 NIR software

用来操作和控制近红外光谱仪的运行,采集、处理、储存、显示、分析光谱数据等的软件。分为建模软件、扫描软件、网络化管理软件,相互可以分开独立运行,也可集成于一套软件系统。

(1) 建模软件 quantitative&qualitative analysis software

通过化学计量学各种方法,用于分析、处理光谱信息,结合算法以建立、分析近红外模型的软件。

(2) 扫描软件 scanning software

用来操作和控制近红外光谱仪的运行,采集、处理、储存、显示、简单分析光谱数据等的软件。

(3) 网络化管理软件 networked management software

统一管理并使用网络校正模型、扫描参数配置，处理、储存、显示、分析结果和光谱数据的软件。

2.3.3.3 近红外光谱 NIR spectrum

近红外光谱（NIR 光谱）是指在 700 nm~2 500 nm（14 300 cm^{-1} ~4 000 cm^{-1} ）近红外光范围内，测量试样对近红外光的吸收强度。

（1）波长（或波数）范围 wavelength（or wave number） range

近红外光谱仪能够有效检测到的光谱范围。波长是指 700 nm~2 500 nm 的近红外光谱区域，一般分为两段，700 nm~1 100 nm 的短波区域和 1 100 nm~2 500 nm 的长波区域。波数是指 14 300 cm^{-1} ~4 000 cm^{-1} 的近红外光谱范围。

（2）光谱范围 spectral range

近红外光谱波长上下限规定的区域范围。

（3）吸光度 absorbance

近红外光谱仪对近红外光的吸收强度。

（4）带宽（分辨率） spectral bandwidth（resolution）

近红外光谱仪区分两个相邻吸收峰能力的量度。

（5）扫描间隔 scan interval

在近红外光谱仪连续记录两个近红外光谱信号间的波长差。

2.3.3.4 近红外模型 NIR quantitative&qualitative analysis model

近红外模型是指仪器使用 700 nm~2 500 nm（14 300 cm^{-1} ~4 000 cm^{-1} ）部分或整体的光谱区域进行检测，然后采用光谱数据处理技术将吸光度值与试样成分含量值或属性进行相关性分析。

(1) 光谱预处理 spectral pretreatment

将近红外光谱通过选用合理的预处理方法降低近红外光谱中的噪声信息，增强有效信息的方法和过程，常用的预处理方式有均值中心化、标准化、平滑、微分、多元散射校正、标准正态变量交换、正交信号校正等。

(2) 参数项 parameter item

近红外模型在建立过程中所选用的预处理方法。

(3) 试样成分含量(即化学值) sample composition content (chemical values)

试样采用标准方法或者经典分析方法进行测定分析得到试样组分的含量,也称参考值。示例：如水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维等的含量。

(4) 校正集 calibration set

基于一组已知试样建立校正模型，这组试样称为校正集试样，简称校正集。校正集中要包含所有可预期到的变换因素下的所有试样，通常也称为建模样品集、训练集试样。

(5) 交互验证 cross validation

从校正集中拿出来一定数量的试样作预测，用剩余的试样建立校正模型，来预测拿出来的试样，重复上述过程，经反复建模及预测，直至这所有试样均被预测一次且只被预测一次，得到一因子数预测残差平方和(PRESS)。

(5) 主成分回归法 principal components regression, PCR

一种统计学方法，采用多元统计中的主成分分析，先对近红外光谱矩阵进行分解，然后选取主成分得分来进行多元线性回归运算。

(5) 偏最小二乘回归法 partial least square regression, PLS

一种多元线性回归方法，与主成分回归有关系。PLS 把矩阵分解和回归并为一步，即在对近红外光谱阵和浓度阵分解的同时，将浓度阵的信息引入到光谱矩阵分解过程中，在每计算一个新主成分前，将光谱阵的得分与浓度阵的得分进行交换，使得到的光谱阵主成分直接与浓度关联。

2.3.3.5 应用效果 application effect

近红外模型在实际样品应用过程中的评价与分析。

(1) 验证集 validation set

试样通过近红外光谱仪测量试样光谱，并用适当的光谱预处理方法，剔除一些不必要的试样，把除了近红外建模的校正试样余下的试样部分，作为验证集。

(2) 盲样（即未知样品）blind samples (i.e. unknown samples)

与校正集具有相同属性及成分含量除校正集及验证集的试样。

(3) 偏差分析 deviation analysis

近红外预测值与化学值进行比较，产生偏差的原因。

(4) 报警 warning

当未知试样的光谱残差、马氏距离和最临近距离中有任何一项超出相应阈值。

(5) 光谱残差 spectral residual

光谱预处理后的残差，是模型未描述的光谱变异。

(6) 马氏距离 mahalanobis distance

根据计算得分确定每个试样与试样集中心点的距离。

(7) 最邻近距离 nearest distance

根据计算得分确定每个试样与其他试样之间的最邻近距离。

2.3.3.6 模型性能 model performance

模型的性能是利用近红外光谱仪，测量验证集试样的近红外光谱，根据已建的近红外模型快速得出验证集试样定量分析结果准确性、适用性的综合评价。

(1) 偏差或残差 (d_i) deviation or residuals

试样参考方法和近红外预测值之间的差异，一般要求绝对偏差小于参考测量方法规定的再现性。

(2) 校正标准偏差 (SEC 或 RMSEC) calibration standard deviation

校正集样品的近红外预测值与参考测量方法值的标准偏差。

(3) 交互验证的校正标准偏差 (SECV 或 RMSECV) correction standard deviation of cross-validation

交互验证得到的校正标准偏差。

(4) 预测标准偏差 (SEP 或 RMSEP) square error of prediction or root mean square error of prediction

以不参与定标过程的样品为预测样品，其定标模型测定值和参考值经过偏差校正后的平均差异

(5) 验证集标准偏差与预测标准偏差的比值 (RPD) ratio of standard deviation of verification set to standard deviation of prediction

(6) 决定系数 (R^2) 或相关系数 (R) coefficient of determination (R^2) or correlation coefficient (R)

(7) 成对 t 检验 paired t-test

假设光谱方法与参考方法间无系统偏差，则两种方法测定结果间差值的平均值 \bar{d} 与 0 之间应无显著性差异，即 $\bar{d}=0$ 。

2.3.3.7 异常试样（也称界外试样、奇异点或异常点等）**abnormal samples**

预测过程异常试样的识别主要是用来检验待测试样是否在所建校正模型的覆盖范围内，以确保对其预测结果的准确性，模型异常试样主要有以下三类：

(1) 浓度异常试样 **abnormal concentration sample**

即使用马氏距离（MD）通过光谱主成分得分，检测未知试样的浓度是否超过了校正试样的浓度范围，根据校正过程中确定的马氏距离阈值判断异常试样；

(2) 光谱残差异常试样 **spectral residual anomaly sample**

即使用光谱残差方均根（RMSSR）检测未知试样是否含有校正集试样不存在的组分，根据校正集的光谱残差及光谱的重复性确定光谱残差方均根（RMSSR）阈值；

(4) 最临近距离异常试样 **the closest distance anomaly sample**

即使用最临近距离检测位置试样是否位于校正集试样分布稀疏的区域，根据主成分得分计算校正集所有试样间的马氏距离，得到校正集试样之间的最大距离。

当未知试样的光谱残差、马氏距离和最临近距离中有任何一项超出相应阈值时，则说明该试样为模型异常试样，其预测结果的准确性将受到较

大质疑。

2.3.4 仪器设备

结合 JJF 1319-2011 《傅立叶变换红外光谱仪校准规范》和 JJG 178-2007《紫外、可见、近红外分光光度计检定规程》，以及各市售各主要仪器的性能参数，列出了近红外仪器最基本的技术要求：波长准确性优于 $\pm 1.0\text{ nm}$ （光栅型）、 $\pm 0.1\text{ cm}^{-1}$ （傅里叶变换型）；波长的重复性优于 0.04 nm （光栅型）、 0.02 cm^{-1} （傅里叶变换型）；吸光度重复性优于 0.0004 AU ；在 1690 nm 处，杂散光小于 0.01 T\% 。

近红外光谱仪是实施近红外分析的硬件基础，处于近红外光谱分析技术“金字塔”的最低端，其重要性不言而喻，相比旧版本，表述更为清晰，软件功能更加细化。

标准文本中列出了近红外建模软件基本需要的功能及常见的几种算法。具体要求如下：

（1）近红外光谱仪

仪器应具备自我诊断系统，用于检测仪器的噪音、重现性、波长/波数准确度和波长/波数精度（对扫描型光谱仪）。仪器应该分析足够多体积或表面积样品以消除待检样品化学和物理性质不均匀的影响。对于透射扫描方式，应依据仪器制造商的关于信号强度的推荐值进行样品光程（样品厚度）的优化，以获得最佳的线性和最大的信噪比。技术要求如下：

波长准确度优于 $\pm 1.0\text{ nm}$ （光栅型）、 $\pm 0.1\text{ cm}^{-1}$ （傅里叶变换型）；波长重复性优于 0.04 nm （光栅型）、 0.02 cm^{-1} （傅里叶变换型）；吸光度重复性优于 0.0004 AU ；在 1690 nm 处，杂散光小于 0.01 T\% 。

(2) 建模软件（也称化学计量学软件）

建模软件的核心任务是建立定量或定性校正模型，应具有以下功能：

①光谱预处理，如微分、平滑、均值化、标准化、多元散射校正、正交信号校正、标准正态变量法和小波变换等；②波长筛选，如相关系数法、方差分析法、无信息变量消除、区间偏最小二乘、遗传算法等；③多元定量校正，如 MLR、PCR、PLS、LWR 和 ANN 等；还可附加以下功能：①模型传递，如 FIR、DS、PDS 和 Shenk's 算法等；②其他，如模型界外试样的识别、校正试样的选择、模型质量控制以及模型评价等。

(3) 扫描软件

扫描软件的核心任务是光谱的采集，应具有以下功能：①光谱采集与参数设置，如分辨率、测量次数、积分时间等；②仪器的自检和故障诊断，如噪声水平、能量衰减、波长准确性以及恒温控制等；还可附加以下功能：①光谱变换，如基线校正（微分、扣减）、平滑、吸光度和透光率之间的转换，波长和波数之间的转换等；②光谱显示，如光谱放大、缩小和叠加等；③光谱格式的转换，如将光谱文件转换成国际通用的数据或文本文件等；④其他，如光谱峰谷标定、积分计算等。

(4) 样品杯（槽、皿）

最常用的是由可透过近红外光的石英（或玻璃、CaF₂等）材料制成盛装的样品的杯槽或皿等。

2.3.5 样品

本文件中的样品包括：用于近红外仪器定标的建模样品、用于定标模型验证的验证样品、用于仪器稳定性检查的仪器质控样品及用于定标模型

性能监控的监控样品。

建模样品的选择对近红外定量分析模型的建立至关重要，影响着模型准确性和可靠性。为防止定标模型的欠拟合性和过拟合性，使模型预测更准确，需选择合适数量的具有代表性的样本参与定标，并在样本采集中需考虑不同因素的影响；增加验证样品，使样品选择更加明确；增加质控样品来检查仪器的稳定性；增加监控样品来衡量定标模型性能，确保满足日常运用。

2.3.6 试验步骤

在原标准附录 A 的基础上进行了补充和修订，原标准中的定标总则和程序中对样品的选择只描述了代表性，为了定标模型的准确性和适用性，本标准将试样选择的要求及方法、试样收集后的储存进行了补充。

(1) 校正集试样选择

建立模型需要大量有代表性且化学值已知的试样。模型包含的试样数并不是越多越好，试样数越多干扰信息就越多，因此必须从大量试样中挑选部分试样，这部分试样既为化学分析所能承受，又能充分代表原来试样的全部信息。校正集中要包含所有可预期到的变换因素下的试样，如果没有收集全代表各种变化因素的试样就会对模型的适应性产生较差的影响。定标模型的稳定性决定于校正集所覆盖范围的大小。

参与定标的试样应具有代表性，所谓代表性就是校正集试样包含的有效信息与背景信息的范围要足够宽，从猜测组分含量到试样来源即需涵盖将来所要分析试样的特性。

(2) 试样收集

收集具有差异化物理特性和化学特性的样品，如种类、表面特征、化学性质、颗粒形状大小、色泽差异等。天然的样品还要根据样品品种、栽培方式、生长条件、气候差异、根茎叶的质地、收获季节、收获时间和加工贮存条件等因素加以收集。因此，建模并非一成不变，需要逐年优化

此外，在试样收集时，还应注意以下问题：

1) 分类收集保存。应按照样品类别分类收集保存。保存时应选择合适的保存条件，确保所收集试样的组成在未测量光谱和进行基础数据测量之前不发生任何变化。

2) 信息登记。收集试样时，应登记试样的相关信息，信息必须准确和完整。

(3) 稳定试样组

为了使定标模型具有较好的稳定性，即其预测性能不受仪器本身波动和试样的温度发生变化的影响，在定标中应加上温度发生变化的试样和仪器发生变化的试样。

(4) 校正集试样选择方法

选择校正集试样的方法众多。一可根据试样的品种、产地、年份、形状等特征进行人工挑选，应尽可能地增大上述因素的变化范围从而使挑选出的建模样品更具代表性；二可按照已知组分的化学值，在综合考虑常量成分与微量成分及其成分含量范围的基础上，通过正交试验设计等方法进行人工设计挑选；三可根据试样的近红外光谱特征用数学方法进行计算机挑选。对于简单的测量体系，至少需要 50 个有代表性的试样；对于复杂的测量体系，需要上百个有代表性的试样。

2.3.7 采集样品近红外光谱

相较 GB/T 18868-2002，本标准增添采集样品近红外光谱章节，由于光谱质量会显著影响模型的预测能力，光谱的采集和测量方式又影响着光谱质量，故在此对光谱采集前的试样处理和测量方式进行了简略说明，便于对操作方法的理解。对合适的测量方式应满足的条件进行说明，并举例常见的测量方式，便于读者理解和使用。为验证仪器的性能稳定，特用仪器外用检验样本进行测定进行评估。具体如下：

将试样处理待测，开机持续预热至性能诊断测试通过，达到稳定状态，取适量试样（平衡至室温），装填均匀，开始扫描；扫描结束后，清扫试样，重新装样，进行同一试样的第二次扫描，试样全部扫描结束后，分析结果。

（1）测量方式

近红外光谱的测量方式是决定光谱质量的重要因素之一，而光谱质量将显著影响模型的预测能力，因此选择合适的近红外光谱测量方式至关重要，合适的测量方式应满足以下条件：

- 1) 光谱有较好的重复性和再现性；
- 2) 测试方便、快速；
- 3) 光谱具有较高的信噪比；
- 4) 光谱包含完整的试样物化信息。

以下是近红外光谱常见的测量方式：

（1）透射测量：透射是均匀透明液体最理想的测量方式，最常用的透射测量附件是石英石制成的试样池，在短波近红外区使用长光程试样池，

在中长波红外区使用短光程试样池；

(2) 透反射测量：为了实现光源和探测器的整体化设计，实现直接对液体或者固体测量，同时也可以增加液体样品光谱吸收的光程，往往采用透反射测量；

(3) 漫反射测量：对于固体颗粒，粉末等试样，近红外最常见的测量方式是漫反射。常用的测量附件为积分球和光纤漫反射探头，使用时应注意每次装样的一致性，如试样颗粒的大小，试样的紧实度等，还应保证所装试样的厚度对近红外光来说是无穷厚度。漫反射法测量的主要是浅层试样的某种组分浓度，如果试样不均匀，某组分浓度和内部浓度不相等，这样漫反射测出浓度就不能代表试样中这一组分的浓度。为减少试样不均匀性的影响，测试试样时应尽可能充分混匀并旋转试样或者光源。

2.3.8 样品化学分析

对于定标试样需要知道其水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸和蛋氨酸等含量的化学值，在实际操作中，通常采用 GB/T 6432、GB/T 6433、GB/T 6434、GB/T 6435、GB/T 15399 和 GB/T 18246 的测定值，而本标准应使用对应标准的最新版本开展有效检测值的检测分析。

2.3.9 定标模型建立

相较 GB/T 18868-2002，本标准在定标方法后增添定标模型建立的顺序，使整个定标过程更清晰、完善，且在建立定标模型章节加入对异常值分类的编写，便于读者正确剔除异常试样，利于模型建立。

2.3.9.1 定标方法

通常选择 PCR 和 PLS 等定标方法。

2.3.9.2 建立定标模型

使用与近红外光谱仪配套的化学计量学软件。模型建立的顺序大致如下：

- (1) 光谱和对应基础数据组成校正数据阵；
- (2) 对光谱进行必要的光谱预处理；
- (3) 光谱区（范围）的选择；
- (4) 定量校正（交互验证过程），将处理后的光谱数据和性质数据通过偏最小二乘回归法进行回归运算，得到定量校正模型；
- (5) 异常试样的剔除。

2.3.10 定标模型评估

说明了完整的定标过程需要有对模型的检验过程。关于现有的已建立的不同的定标模型，如何选择模型对未知样品的预测结果的影响也很重要，并且对于近红外光谱分析方法而言，由于不可能建立一个覆盖所有未知试样的校正模型，因此，建立模型的适用性判据尤为重要和必要。所以，特在标准文本中对强调了定标模型的选择原则。

关于预测结果是否有效和准确，可从校正标准偏差、交互验证的校正标准偏差、预测标准偏差、RPD、决定系数、成对 t 检验等计算结果进行比较。

(1) 选择定标模型

在模型建立完成后，需要用一组验证集试样对模型的准确性、重复性、稳健性和传递性等性能进行验证。验证集试样包含待测试样所包含的所有化学组分，验证集试样的浓度或性质范围要至少覆盖校正集试样的浓度或

性质范围的 95%，且分布是均匀的。此外，验证集试样的数量应足够多以便进行统计检验，通常要求不少于 20 个试样。

(2) 测定

在对未知试样进行预测分析时，只有待测试样在模型覆盖的范围之内，才能保证分析结果的有效性和准确性，未知试样的形态需与校正集一致。通过三个判据来保证模型的适用性，一是马氏距离，如果待测试样的马氏距离大于校正集试样的最大马氏距离，则说明待测试样中的一些组分浓度超出了校正集试样组分浓度的范围，二是光谱残差。如果待测试样的光谱残差大于了规定的阈值，则说明待测试样中含有校正集试样中所没有的组分，三是最邻近距离，如果待测试样与所有校正集试样之间的距离的最小值（最邻近距离）大于了规定的阈值，则说明待测试样落入了校正集分布比较稀疏的地方，四是模型组分范围限定，如果超出模型组分值的最大值或者最小值，预测结果的准确性将受到质疑。

2.3.11 定标模型维护与质量控制

模型的更新是近红外光谱分析方法的主要内容之一，仪器和软件是否先进、模型库是否有大量的数据，这些条件都不能确保校正模型的长期准确性。在实际应用中，模型的更新是必须和必要的。

2.3.11.1 模型更新

模型更新可分为两类：

一是遇到异常样品。这时应搞清异常样品产生的原因，是待测试样的化学组分发生了变化，还是非试样化学组成因素引起的，如环境引起的光谱仪改变、光源工作异常、试样温度或粒度等发生显著变化等。若是第一

种情况，需要及时将这些试样补充到校准集中，对模型进行更新，扩充模型的覆盖范围。若属于第二种情况，则需要找出具体原因，加以解决，如排除硬件故障，保证分析条件的一致性。对于试样温度、农产品水分含量或粒度等因素引起的异常，也可通过将 these 异常样品引入模型的办法来解决，但这样做会在一定程度上降低模型的精度。

二是对模型定期维护更新。这是建立稳健模型的需要，因为仪器或试样的一些微小的变动，在很多时候通过模型适用性判据很难做出判别。所以，非常有必要利用定期验证试样的对比数据，集中（如 2 个月）对模型进行更新，以提高模型的稳健性。

在进行模型更新时，需要重新进行校正过程的异常点检验，如果只添加一个代表新范围或新类型的试样，那么新试样有可能作为异常点被剔除，因此要求添加多个每一类型的新试样。模型更新后需要重新进行验证，可以使用初始的验证集试样对新模型进行验证，但是必须补充代表新范围或新类型的试样，其比例应不小于新试样在校正集中所占的比例。

2.3.11.2 分析质量保证与控制

在近红外光谱日常分析时，另一项重要的工作是定期对模型和仪器进行检测，称之为分析质量的保证和控制。可以采用以下方式进行检验：

1) 采用实际分析试样定期验证。依据模型的验证效果确定分析试样的验证频率，如每周 2~3 次，与建立模型所用的参考方法进行对比，其绝对偏差不应超过再现性范围。另外，若引起待测试样组分发生变化的工艺条件发生较大变动时，如温度、溶剂或催化剂改变时，或近红外光谱仪器更换部件时，如光源和测量附件更换后，不论模型是否适合，都应及时加样

进行对比分析。

2) 如果待测试样可以密封保存。选取 3~5 个代表性强的实际试样，进行密封保存，定期进行测量，如 1 天 1 次或隔天 1 次等。

3) 如果待测试样的组成体系简单，可通过配制标样，定期进行准确性验证。将一个饲料试样密封在样品杯中作为标样，测定该试样中粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪和水分含量并做成对 t 检验，应无显著差异。

可以使用参考值和近红外预测值差异控制图对定量模型例行分析性能进行评估，控制图以分析试样数作为横坐标，参考值和近红外预测值的差作为纵坐标。(95%的概率)和(99.8%的概率)可以用作报警线和警戒线。

出现下列情况之一时，说明近红外预测值不在可控范围之内：

- 1) 1 个试样超过了警戒线；
- 2) 连续 3 个试样中有 2 个试样在报警线之外；
- 3) 连续 9 个试样在 0 线的同一侧。

如果出现上述结果时，首先应重新多次采集近红外光谱，进行预测分析，以确保光谱采集的正确，再对基础数据的准确性进行核对，然后再判断待测试样是否与校正集中的试样存在较大差异。若不是上述问题，则还应对光谱仪的硬件进行全面的测试检查，直到找出出错原因。

(1) 异常试样分类

异常试样可为“好”、“坏”两类，“好”的异常试样加入定标模型后可增加该模型的分析能力，而“坏”的异常试样加入定标模型后，只能降低分析的准确度。“好”、“坏”异常试样的甄别标准有：一是通常“好”的异常试样最邻近距离超出标准范围值且马氏距离小于标准范围值的 130%(此数据依据福

斯的 GH 值大于 3 小于 4，布鲁克 MDI 值大于 1 小于 1.2，其他厂家类似），通常“坏”的异常试样马氏距离超出标准范围值的 130%；二是 SEC 值，通常“好”的异常试样加入定标模型后，SEC 值不会显著增加，而“坏”的异常试样加入定标模型后，SEC 值将显著增加。

（2）异常试样处理

NIR 分析中发现异常试样后，要用参考方法对该试样进行分析，同时对该异常试样类型进行确定，属于“好”的异常试样则保留，并加入到定标模型中，对定标模型进行升级；属于“坏”的异常试样则放弃。

2.4 模型验证误差分析

原标准中对各项目的误差分含量范围进行了阶段性的划分，但在实际应用过程中，不同饲料因其加工工艺和成分组成的复杂程度，在同一成分含量范围内，近红外模型的准确度会有较大的差异。因此，本标准修订了误差的表达方式，对不同饲料的各分析项目的允许误差做了举例。这些是基于大量真实样品的实际建模后的分析数据，在现实中是可以实现与满足的。

取代表性样品的验证样品集，分别用对应的模型进行近红外分析，将近红外检测值与化学法检测值的误差进行统计，按从小到大排序，取 90% 顺位、95% 顺位、99% 顺位的误差值进行分析。

2.4.1 水分模型误差分析

分析了水产颗粒配合饲料验证样品集的水分，误差累计占比见图 2。

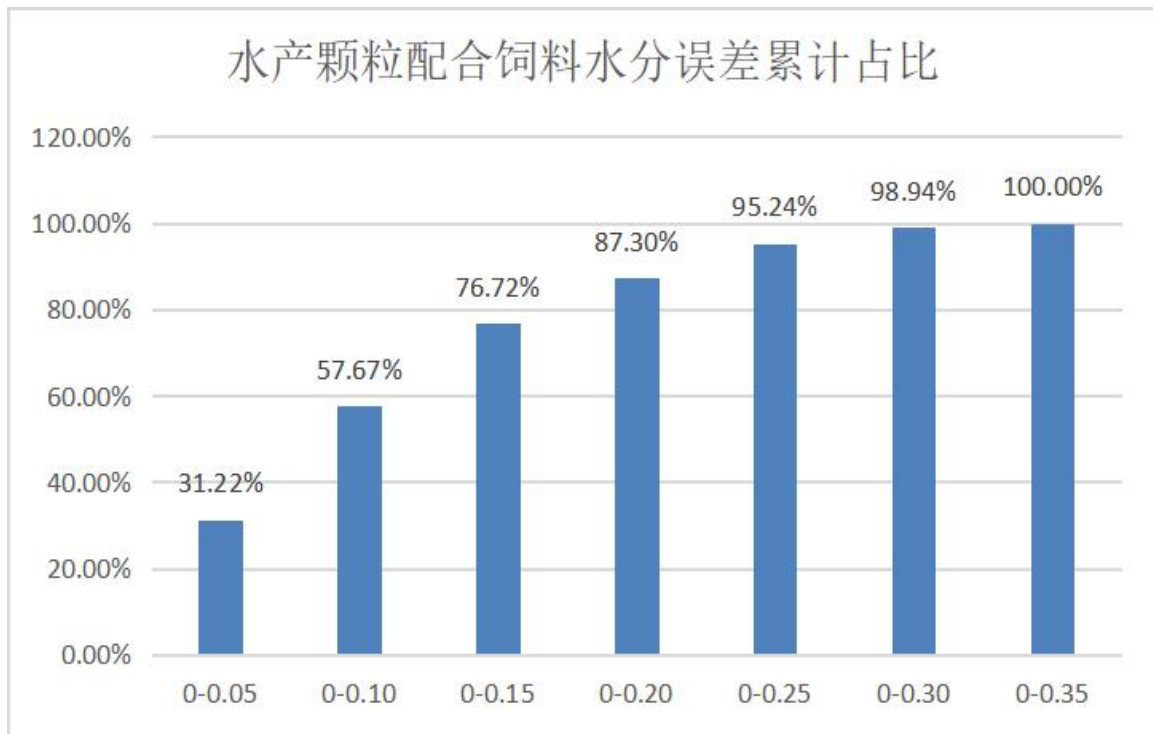


图 2 水产颗粒配合饲料水分模型验证样品集的误差累计占比分析

对代表性样品的验证样品集进行近红外分析，水分误差值取 90% 顺位、95% 顺位、99% 顺位的误差值进行分析，见表 5。

表 5 水分模型验证误差分析

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90% 顺位误差值	95% 顺位误差值	99% 顺位误差值
鱼粉	5.30~11.99	4.95~11.92	831	0.26	0.32	0.45
猪肉粉	4.71~10.53	4.65~10.17	410	0.30	0.35	0.42
鸡肉粉	2.27~10.04	2.32~9.95	778	0.25	0.28	0.34
DDGS	6.49~12.06	6.30~12.28	838	0.31	0.36	0.46
玉米	6.96~18.11	7.00~17.80	401	0.34	0.35	0.37
玉米蛋白粉	4.94~9.45	4.97~9.35	99	0.21	0.29	0.35
豆粕	8.86~13.39	8.82~13.56	475	0.25	0.29	0.34
棉粕	4.26~8.96	4.54~8.84	198	0.13	0.16	0.28
花生粕	8.12~11.97	8.10~11.82	335	0.21	0.26	0.40
小麦	8.09~14.11	8.40~14.35	740	0.32	0.36	0.42
麸皮	10.53~15.56	10.43~15.62	112	0.32	0.35	0.37

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90%顺位误差值	95%顺位误差值	99%顺位误差值
米糠	7.97~11.14	8.03~11.29	181	0.31	0.35	0.39
猪配合饲料	9.86~12.70	9.98~12.78	181	0.32	0.35	0.37
鸡配合饲料	8.09~13.30	7.70~13.35	1547	0.29	0.36	0.47
鸭配合饲料	8.75~11.05	8.63~11.67	100	0.29	0.35	0.42
水产颗粒配合饲料	6.36~11.10	6.55~11.22	189	0.22	0.25	0.32
水产膨化配合饲料	5.90~11.80	6.20~11.63	367	0.28	0.34	0.43
猪浓缩饲料	8.68~11.09	8.83~11.30	156	0.30	0.35	0.50
鸡浓缩饲料	—	—	—	—	—	—
牛羊浓缩饲料	8.42~11.58	8.35~12.01	104	0.46	0.52	0.64
牛羊精料补充料	8.42~12.16	8.35~12.08	107	0.47	0.52	0.64

2.4.2 粗蛋白质模型误差分析

分析了水产颗粒配合饲料验证样品集的粗蛋白质，误差累计占比见图

3。

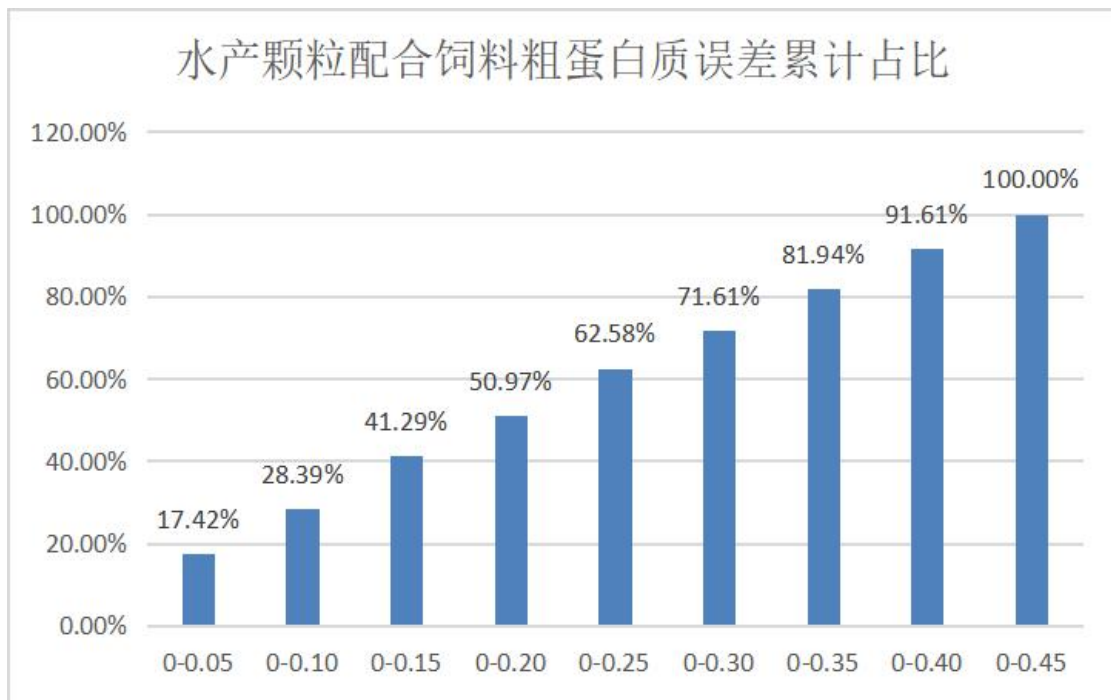


图3 水产颗粒配合饲料粗蛋白质模型验证样品集的误差累计占比分析

对其模型验证误差按从小到大排序，取 90%顺位、95%顺位、99%顺

位的误差值进行分析，见表 6。

表 6 粗蛋白质模型验证误差分析

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90%顺位误差值	95%顺位误差值	99%顺位误差值
鱼粉	60.01~69.45	59.94~69.63	985	0.54	0.57	0.61
猪肉粉	66.19~75.22	66.31~74.72	200	0.53	0.55	0.58
鸡肉粉	61.25~70.18	60.92~70.68	461	0.51	0.56	0.59
DDGS	22.33~29.69	22.66~29.74	806	0.41	0.44	0.49
玉米	6.68~9.40	6.53~9.58	535	0.32	0.36	0.43
玉米蛋白粉	49.76~67.98	50.24~68.13	301	0.50	0.52	0.56
豆粕	39.12~48.79	38.87~48.88	1615	0.51	0.56	0.60
棉粕	41.07~61.21	40.66~61.50	351	0.50	0.56	0.60
花生粕	46.70~54.77	46.82~54.30	303	0.47	0.50	0.54
小麦	9.54~15.70	9.19~15.37	286	0.33	0.40	0.55
麸皮	6.66~18.70	6.60~18.64	250	0.35	0.40	0.44
米糠	10.36~15.86	10.46~15.64	877	0.42	0.45	0.48
猪配合饲料	11.93~23.08	12.00~23.33	1780	0.46	0.50	0.55
鸡配合饲料	13.52~30.09	13.18~30.10	1871	0.50	0.55	0.60
鸭配合饲料	14.75~21.02	14.55~21.19	92	0.37	0.45	0.56
水产颗粒配合饲料	24.32~37.84	24.53~37.93	155	0.38	0.41	0.43
水产膨化配合饲料	27.48~53.49	27.61~53.84	696	0.43	0.48	0.55
猪浓缩饲料	39.34~44.69	38.90~44.28	236	0.51	0.54	0.59
鸡浓缩饲料	—	—	—	—	—	—
牛羊浓缩饲料	34.61~40.39	34.45~40.27	55	0.61	0.62	0.72
牛羊精料补充料	16.29~19.20	16.20~19.28	78	0.40	0.46	0.52

2.4.3 粗脂肪模型误差分析

分析了水产颗粒配合饲料粗脂肪模型，误差累计占比见图 4。

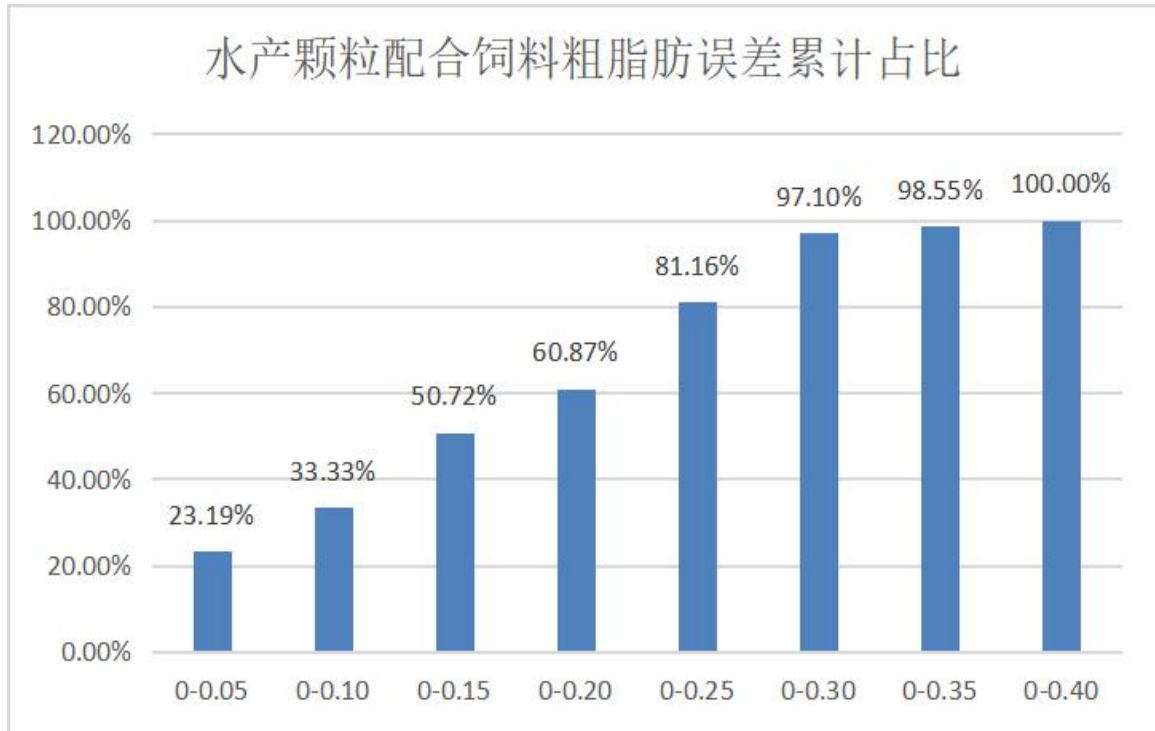


图 4 水产颗粒配合饲料粗脂肪模型验证样品集的误差累计占比分析

对其模型验证误差按从小到大排序，取 90% 顺位、95% 顺位、99% 顺位的误差值进行分析，见表 7。

表 7 粗脂肪模型验证误差分析

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90%顺位误差值	95%顺位误差值	99%顺位误差值
鱼粉	5.92~12.95	5.69~12.73	765	0.51	0.58	0.63
猪肉粉	5.31~18.99	4.68~19.58	289	0.58	0.62	0.65
鸡肉粉	9.58~17.53	9.66~17.29	681	0.56	0.60	0.65
DDGS	8.25~15.17	8.13~15.23	825	0.47	0.52	0.54
玉米	2.01~9.01	1.85~9.74	651	0.35	0.41	0.60
玉米蛋白粉	1.00~2.88	0.96~2.92	56	0.38	0.42	0.44
豆粕	0.37~3.06	0.19~3.41	838	0.37	0.41	0.47
棉粕	0.24~2.48	0.21~2.56	157	0.24	0.28	0.32
花生粕	—	—	—	—	—	—
小麦	1.12~2.17	1.10~2.24	403	0.10	0.11	0.13

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90%顺位误差值	95%顺位误差值	99%顺位误差值
麸皮	2.07~3.98	1.73~4.08	66	0.57	0.65	0.75
米糠	10.54~26.47	9.84~26.30	829	0.64	0.69	0.75
猪配合饲料	1.98~6.53	1.99~6.45	235	0.44	0.54	0.81
鸡配合饲料	0.40~9.67	0.34~10.32	314	0.53	0.60	0.67
鸭配合饲料	1.21~10.42	1.06~10.31	232	0.62	0.65	0.69
水产颗粒配合饲料	2.72~11.83	2.86~11.64	69	0.27	0.28	0.34
水产膨化配合饲料	3.27~16.35	3.21~16.82	952	0.60	0.65	0.69
猪浓缩饲料	1.52~5.78	1.50~6.00	160	0.47	0.53	0.62
鸡浓缩饲料	—	—	—	—	—	—
牛羊浓缩饲料	—	—	—	—	—	—
牛羊精料补充料	—	—	—	—	—	—

2.4.4 粗纤维模型误差分析

分析了水产颗粒配合饲料粗纤维模型，误差累计占比见图 5。

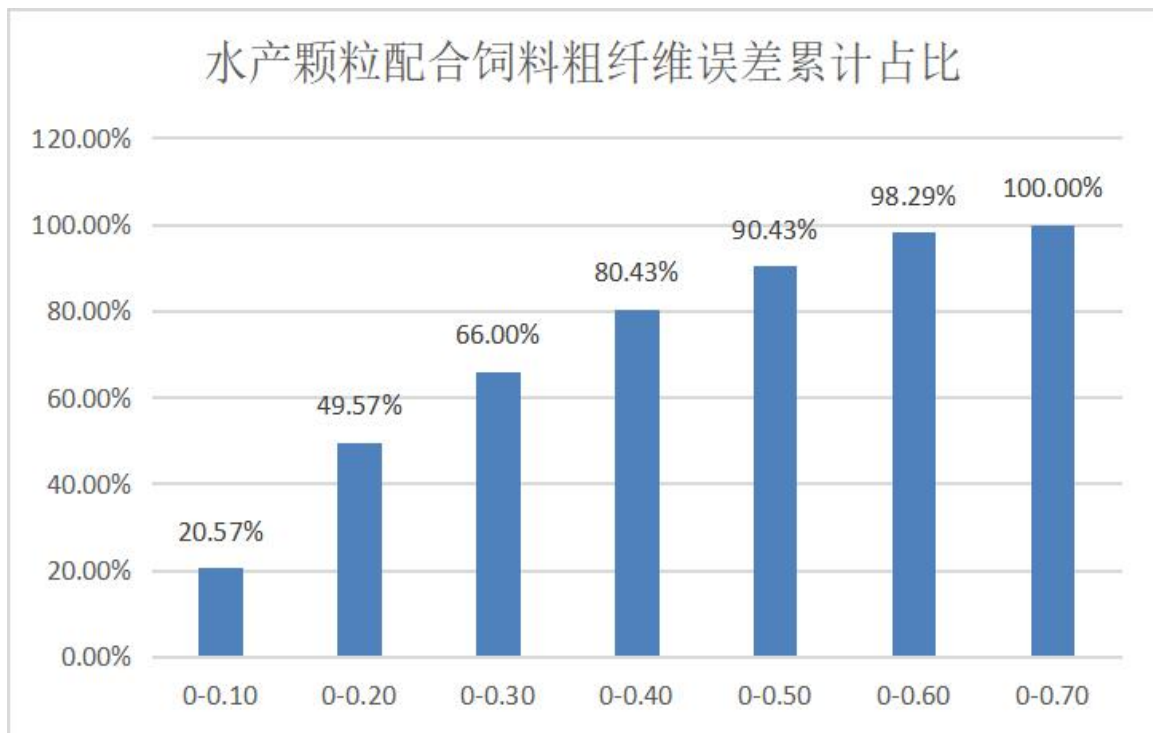


图 5 水产颗粒配合饲料粗纤维模型验证样品集的误差累计占比分析

对其模型验证误差按从小到大排序，取 90%顺位、95%顺位、99%顺

位的误差值进行分析，见表 8。

表 8 粗纤维模型验证误差分析

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90%顺位误差值	95%顺位误差值	99%顺位误差值
鱼粉	—	—	—	—	—	—
猪肉粉	—	—	—	—	—	—
鸡肉粉	—	—	—	—	—	—
DDGS	4.79~15.63	4.30~15.72	380	0.58	0.63	0.69
玉米	1.19~4.54	1.11~4.59	367	0.35	0.42	0.52
玉米蛋白粉	—	—	—	—	—	—
豆粕	4.31~9.25	4.30~9.70	69	0.53	0.55	0.68
棉粕	2.45~5.86	1.97~6.11	191	0.44	0.53	0.98
花生粕	—	—	—	—	—	—
小麦	1.99~2.70	1.87~2.79	329	0.13	0.14	0.16
麸皮	—	—	—	—	—	—
米糠	3.89~12.57	3.64~12.50	728	0.59	0.62	0.67
猪配合饲料	2.26~5.62	2.13~6.27	223	0.60	0.67	0.87
鸡配合饲料	1.55~4.79	1.80~4.50	225	0.32	0.39	0.46
鸭配合饲料	1.54~5.42	2.10~5.50	51	0.53	0.64	0.65
水产颗粒配合饲料	2.48~12.42	2.40~11.90	700	0.49	0.55	0.60
水产膨化配合饲料	1.51~7.45	1.40~7.50	53	0.49	0.57	0.62
猪浓缩饲料	2.42~7.20	2.66~7.30	159	0.57	0.66	0.81
鸡浓缩饲料	—	—	—	—	—	—
牛羊浓缩饲料	—	—	—	—	—	—
牛羊精料补充料	—	—	—	—	—	—

2.4.5 赖氨酸模型误差分析

分析了水产颗粒配合饲料赖氨酸模型，误差累计占比见图 6。

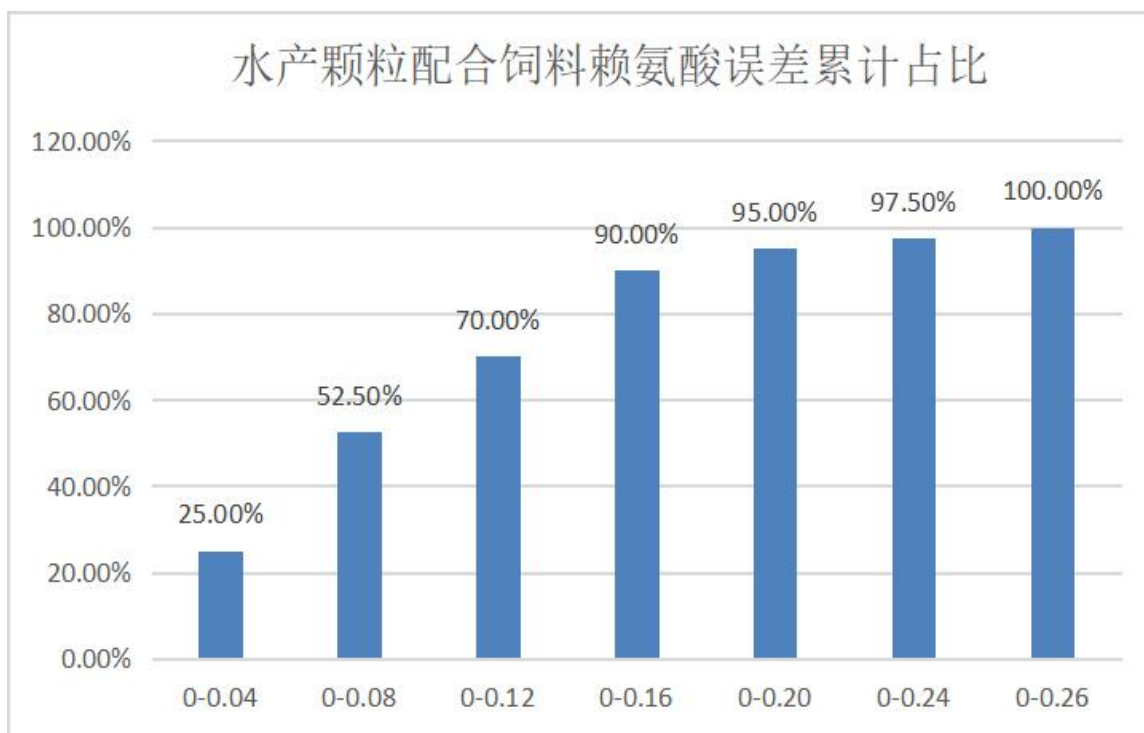


图 6 水产颗粒配合饲料赖氨酸模型验证样品集的误差累计占比分析

对其模型验证误差按从小到大排序，取 90% 顺位、95% 顺位、99% 顺位的误差值进行分析，见表 9。

表 9 赖氨酸模型验证误差分析

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90%顺位误差值	95%顺位误差值	99%顺位误差值
鱼粉	3.82~5.67	3.86~5.60	2000	0.15	0.17	0.20
猪肉粉	3.41~4.17	3.28~4.19	403	0.18	0.20	0.22
鸡肉粉	2.82~4.39	2.98~4.56	463	0.20	0.23	0.29
DDGS	0.36~1.00	0.41~0.99	162	0.11	0.12	0.16
玉米	—	—	—	—	—	—
玉米蛋白粉	0.92~1.18	0.85~1.17	264	0.05	0.06	0.09
豆粕	2.32~3.79	2.34~3.79	86	0.12	0.14	0.14
棉粕	1.32~2.27	1.41~2.34	194	0.16	0.17	0.19
花生粕	—	—	—	—	—	—
小麦	—	—	—	—	—	—

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90%顺位误差值	95%顺位误差值	99%顺位误差值
麸皮	—	—	—	—	—	—
米糠	—	—	—	—	—	—
猪配合饲料	0.37~3.86	0.49~3.83	277	0.18	0.21	0.33
鸡配合饲料	0.56~1.34	0.51~1.44	209	0.16	0.21	0.26
鸭配合饲料	0.64~1.27	0.61~1.31	113	0.15	0.19	0.23
水产颗粒配合饲料	1.36~2.15	1.27~2.21	40	0.15	0.19	0.22
水产膨化配合饲料	1.24~2.03	1.28~2.03	95	0.13	0.16	0.17
猪浓缩饲料	0.85~4.19	0.97~4.19	45	0.28	0.31	0.33
鸡浓缩饲料	1.39~2.11	1.39~2.22	87	0.24	0.26	0.28
牛羊浓缩饲料	—	—	—	—	—	—
牛羊精料补充料	—	—	—	—	—	—

2.4.6 蛋氨酸模型误差分析

分析了水产颗粒配合饲料蛋氨酸模型，误差累计占比见图 7。

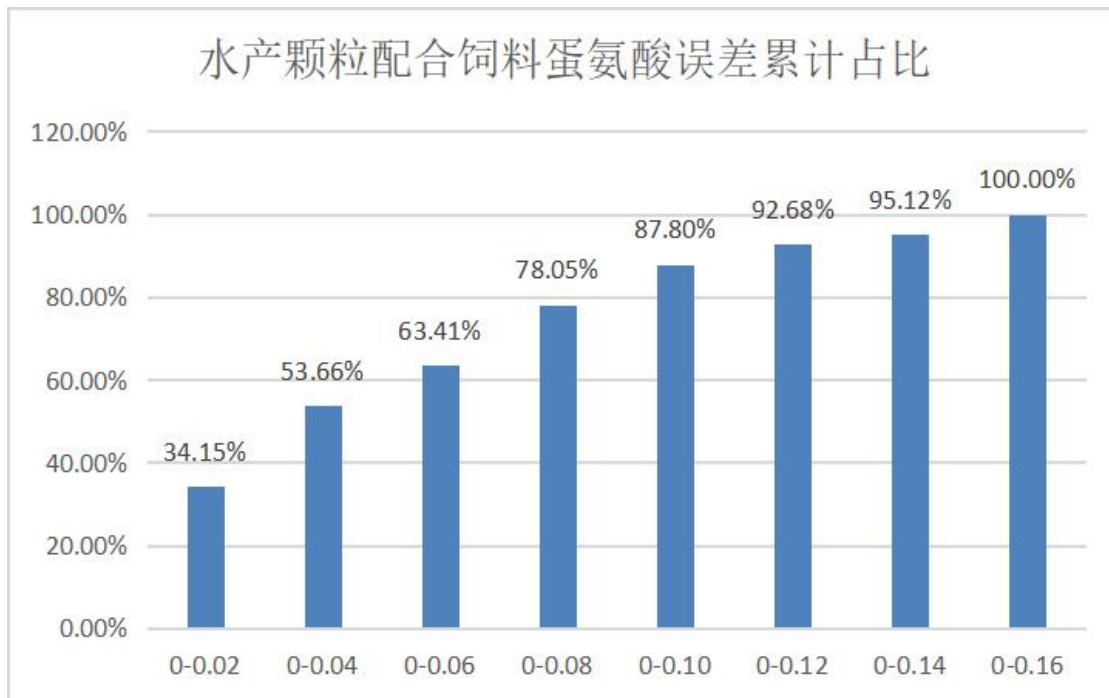


图 7 水产颗粒配合饲料蛋氨酸模型验证样品集的误差累计占比分析

对其模型验证误差按从小到大排序，取 90%顺位、95%顺位、99%顺

位的误差值进行分析，见表 10。

表 10 蛋氨酸模型验证误差分析

样品名称	模型值范围 (%)	验证值范围 (%)	验证样品数量	90%顺位误差值	95%顺位误差值	99%顺位误差值
鱼粉	1.51~2.14	1.39~2.26	1037	0.08	0.10	0.13
猪肉粉	0.97~1.26	0.91~1.28	439	0.09	0.10	0.11
鸡肉粉	0.97~1.44	0.94~1.59	514	0.10	0.13	0.15
DDGS	0.29~0.53	0.24~0.60	162	0.08	0.09	0.10
玉米	—	—	—	—	—	—
玉米蛋白粉	1.18~1.85	1.11~1.79	314	0.13	0.15	0.20
豆粕	0.35~1.00	0.26~1.00	84	0.13	0.14	0.16
棉粕	0.34~0.66	0.29~0.69	195	0.09	0.10	0.11
花生粕	—	—	—	—	—	—
小麦	—	—	—	—	—	—
麸皮	—	—	—	—	—	—
米糠	—	—	—	—	—	—
猪配合饲料	0.08~1.13	0.12~0.55	262	0.48	0.58	0.80
鸡配合饲料	0.17~0.46	0.14~0.58	212	0.12	0.14	0.15
鸭配合饲料	0.25~0.33	0.17~0.43	113	0.10	0.11	0.14
水产颗粒配合饲料	0.22~0.50	0.24~0.63	41	0.10	0.13	0.14
水产膨化配合饲料	0.28~0.51	0.24~0.54	94	0.10	0.12	0.13
猪浓缩饲料	0.21~0.59	0.18~0.67	45	0.08	0.10	0.19
鸡浓缩饲料	0.41~0.68	0.37~0.78	93	0.09	0.12	0.15
牛羊浓缩饲料	—	—	—	—	—	—
牛羊精料补充料	—	—	—	—	—	—

2.5 平行样品偏差分析

不论任何扫描方式，近红外扫描时扫描的都是部分样品，样品的均匀性又不能得到足够的验证。因此，对每一个样品而言，重复装样扫描两次，是验证扫描样品具有代表性的有效操作方式。当两次扫描值接近，采用两次扫描的平均值；当两次扫描值差异较大，应分析产生问题的原因，如样品均匀性较大、装样错误、仪器故障等，并有针对性的解决重复扫描两次之间差异较大的问题。

各代表样品验证集近红外平行样的绝对差最大值的分析见表 11。

表 11 平行样绝对差最大值表

样品名称	水分 (%)	粗蛋白质 (%)	粗脂肪 (%)	粗纤维 (%)	赖氨酸 (%)	蛋氨酸 (%)
鱼粉	0.11	0.32	0.17	0.09	0.05	0.02
猪肉粉	0.12	0.30	0.31	—	0.02	0.02
鸡肉粉	0.12	0.41	0.11	—	0.05	0.02
DDGS	0.23	0.30	0.16	0.08	0.01	0.01
玉米	0.19	0.16	0.09	0.15	—	—
玉米蛋白粉	0.13	0.18	0.13	0.15	0.01	0.02
豆粕	0.25	0.40	0.03	0.22	0.05	0.03
棉粕	0.11	0.44	0.04	0.38	0.03	0.01
花生粕	0.12	0.42	0.03	0.01	—	—
小麦	0.18	0.06	0.03	0.08	—	—
麸皮	0.26	0.47	0.11	0.27	0.02	0.01
米糠	0.15	0.08	0.34	0.14	—	—
猪配合饲料	0.19	0.27	0.04	0.13	0.07	0.02
鸡配合饲料	0.19	0.22	0.02	0.06	0.03	0.02
鸭配合饲料	0.17	0.20	0.03	0.13	0.04	0.02
水产颗粒配合饲料	0.23	0.18	0.28	0.53	0.05	0.02

样品名称	水分 (%)	粗蛋白质 (%)	粗脂肪 (%)	粗纤维 (%)	赖氨酸 (%)	蛋氨酸 (%)
水产膨化配合饲料	0.21	0.22	0.39	0.45	0.06	0.01
猪浓缩饲料	0.10	0.24	0.14	0.19	0.05	0.01
鸡浓缩饲料	0.13	0.27	0.06	0.22	0.05	0.02
牛羊浓缩饲料	0.10	0.20	0.02	0.05	—	—
牛羊精料补充料	0.06	0.15	—	—	—	—

2.6 模型误差分析总结

依据表 11 数据,将多个样品平行样之间绝对差的最大值作为重复性限,见表 12。

表 12 重复性限统计表

样品名称	水分 (%)	粗蛋白质 (%)	粗脂肪 (%)	粗纤维 (%)	赖氨酸 (%)	蛋氨酸 (%)
鱼粉	0.11	0.32	0.17	0.09	0.05	0.02
猪肉粉	0.12	0.30	0.31	—	0.02	0.02
鸡肉粉	0.12	0.41	0.11	—	0.05	0.02
DDGS	0.23	0.30	0.16	0.08	0.01	0.01
玉米	0.19	0.16	0.09	0.15	—	—
玉米蛋白粉	0.13	0.18	0.13	0.15	0.01	0.02
豆粕	0.25	0.40	0.03	0.22	0.05	0.03
棉粕	0.11	0.44	0.04	0.38	0.03	0.01
花生粕	0.12	0.42	0.03	0.01	—	—
小麦	0.18	0.06	0.03	0.08	—	—
麸皮	0.26	0.47	0.11	0.27	—	—
米糠	0.15	0.08	0.34	0.14	—	—
猪配合饲料	0.19	0.27	0.04	0.13	0.07	0.02
鸡配合饲料	0.19	0.22	0.02	0.06	0.03	0.02
鸭配合饲料	0.17	0.20	0.03	0.13	0.04	0.02

样品名称	水分 (%)	粗蛋白质 (%)	粗脂肪 (%)	粗纤维 (%)	赖氨酸 (%)	蛋氨酸 (%)
水产颗粒配合饲料	0.23	0.18	0.28	0.53	0.05	0.02
水产膨化配合饲料	0.21	0.22	0.39	0.45	0.06	0.01
猪浓缩饲料	0.10	0.24	0.14	0.19	0.05	0.01
鸡浓缩饲料	0.13	0.27	0.06	0.22	0.05	0.02
牛羊浓缩饲料	0.10	0.20	0.02	0.05	—	—
牛羊精料补充料	0.06	0.15	—	—	—	—

结合表 3~表 10 数据，按照 95%置信区间，统计近红外检测值与参考方法实际值绝对差的要求，以此作为允许误差，见表 13。

表 13 允许误差统计表

样品名称	水分 (%)	粗蛋白质 (%)	粗脂肪 (%)	粗纤维 (%)	赖氨酸 (%)	蛋氨酸 (%)
鱼粉	0.32	0.57	0.58	—	0.17	0.10
猪肉粉	0.35	0.55	0.62	—	0.20	0.10
鸡肉粉	0.28	0.56	0.60	—	0.23	0.13
DDGS	0.36	0.44	0.52	0.63	0.12	0.09
玉米	0.35	0.36	0.41	0.42	—	—
玉米蛋白粉	0.29	0.52	0.42	—	0.06	0.15
豆粕	0.29	0.56	0.41	0.55	0.14	0.14
棉粕	0.16	0.56	0.28	0.53	0.17	0.10
花生粕	0.26	0.50	—	—	—	—
小麦	0.36	0.40	0.11	0.14	—	—
麸皮	0.35	0.40	0.65	—	—	—
米糠	0.35	0.45	0.69	0.62	—	—
猪配合饲料	0.35	0.50	0.54	0.67	0.21	0.58
鸡配合饲料	0.36	0.55	0.60	0.39	0.21	0.14
鸭配合饲料	0.35	0.45	0.65	0.64	0.19	0.11
水产颗粒配合饲料	0.25	0.41	0.28	0.55	0.19	0.13

样品名称	水分 (%)	粗蛋白质 (%)	粗脂肪 (%)	粗纤维 (%)	赖氨酸 (%)	蛋氨酸 (%)
水产膨化配合饲料	0.34	0.48	0.65	0.57	0.16	0.12
猪浓缩饲料	0.35	0.54	0.53	0.66	0.31	0.10
鸡浓缩饲料	—	—	—	—	0.26	0.12
牛羊浓缩饲料	0.52	0.62	—	—	—	—
牛羊精料补充料	0.52	0.46	—	—	—	—

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

本标准参考 ISO 12099:2017《动物饲料、谷物及谷物精制料的近红外光谱分析应用指南》，对 GB/T 18868-2002 进行修订，无须进行试验验证。

本标准修订项目属于“一带一路”相关重大项目内容，随着国内饲料行业的近红外技术普及及广泛应用，不论是饲料企业的加工制造产能转移，还是产业链上、下游的整合，也越来越依赖于近红外快速检测技术。为保证“一带一路”国际产能合作企业近红外检测技术一致性，提高饲料原料和饲料产品质量控制水平，提升我国饲料企业参与国际化竞争的能力，非常有必要同步制定国家标准《饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法》的外文版。

1. 我国主要大型饲料企业如新希望、通威、海大、恒兴等已纷纷东南亚、南亚、中亚、中东、中东欧、非洲、南美等“一带一路”沿线国家兴建饲料企业，其当地的技术人员需要保持与我国一致的近红外快速检测方法，作为国内外饲料行业一致认可的快速检测国家标准方法——近红外光谱法，有必要保证国内外相关人员方便阅读、理解与执行，有利于保持“一带一路”国际产能合作企业技术水平的稳定和配方效益最大化；

2. 国内饲料企业采购进口原料的供应商，相关技术人员有必要了解我国的检测方法，与国内购买方约定同样的近红外检测方法，有利于合同技术标准的制定，减少贸易纠纷，提高贸易效率；

3. 国内饲料企业直接出口饲料产品到南亚、东欧地区等“一带一路”国家时，相关购买方可以采用与国内饲料企业约定采用同样的近红外检测方法，对相关产品进行快速检测，快速投入使用，提高出口产品周转率。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

与国际、国外同类标准技术内容的对比详见表 14。

表 14 与国外同类标准技术内容对比

No.	标准号和标准名称	检测方法	GB/T 18868 - 202×
1	AOAC 官方方法 991.01 饲料中的水分 近红外反射光谱法	适用于测定饲料中 6—16%的水分	适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸的测定
	AOAC Official Method 991.01 Moisture in Forage Near—Infrared Reflectance Spectroscopy	NIRS 测试样品杯为直径—2.5 厘米，厚 1 厘米，有 1R 透射率的石英窗	会根据厂家不同有不同的样品杯（槽、皿）
2	AOAC 官方方法 989.03 饲料中的纤维（酸性洗涤剂）和蛋白质（粗） 近红外反射光谱法	适用于饲料中酸性洗涤纤维和粗蛋白的测定	适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料中粗蛋白质、粗纤维的测定
	AOAC Official Method 989.03 Fiber (Acid Detergent) and Protein (Crude) in Forages Near—Infrared Reflectance Spectroscopic Method	使用原则为将准备好的草料的测试部分放入一个 NIRS 测试样品杯。杯子被放入预先校准的 NIR 光谱仪中，并进行扫描以预测草料的酸性洗涤纤维和粗蛋白含量	利用有机物中含有 C—H、N—H、O—H、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，通过现代化学和计量学的手段，建立物质光谱与待测成分含量间的线性或非线性模型，从而实现用物质近红外光谱信息对待测成分含量的快速计量
3	AOAC 官方方法 997.06 小麦中的蛋白质（粗）	适用于含有 9—16% 蛋白质（12%水分基础）的整粒小麦测定	适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料中粗蛋白质的测定

No.	标准号和标准名称	检测方法	GB/T 18868 – 202×
	整粒谷物分析 近红外光谱法 AOAC Official Method 997.06 Protein (Crude) in Wheat Whole Grain Analysis Near—Infrared Spectroscopic Method	干燥箱保持 130±1℃。 用于测定标准化样品 的水分，以便在固定 的水分基础上报告蛋白 质含量，参考使用燃烧 法或者凯氏定氮法	以 GB/T 6433 的测定值来代替

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准

本标准参考 ISO 12099:2017《动物饲料、谷物及谷物精制料的近红外光谱分析应用指南》。

六、与有关法律、法规的关系

本标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等、严格执行国家强制性标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调同一性的原则。本标准与现行法律、法规、规章和政策以及有关基础和强制性标准不矛盾。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明；

本标准未明确涉及某一具体专利，但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。

九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和 implementation 日期的建议等措施建议

(1) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本；

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会组织标准起草单位通过标准培训、会议宣贯、影音文件等方式，积极开展本标准的宣贯工作。

(3) 建议本标准正式发布后，设定6个月的过渡期，过渡6个月后实施。

十、其他应当说明的事项

无。

参考文献

- [1] ISO 12099:2017 Animal feeding stuffs, cereals and milled cereal products — Guidelines for the application of near infrared spectrometry.
- [2] 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1 – 2020.
- [3] 《标准化工作导则 第2部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》中华人民共和国国家标准 GB/T 1.2 – 2020.
- [4] 《标准编制规则 第4部分：试验方法标准》中华人民共和国国家标准 GB/T 20001.4 – 2015.
- [5] AOAC Official Method 997.06 Protein (Crude) in Wheat Whole Grain Analysis Near-Infrared Spectroscopic Method.
- [6] AOAC Official Method 991.01 Moisture in Forage Near-Infrared Reflectance Spectroscopy.
- [7] AOAC Official Method 989.03 Fiber (Acid Detergent) and Protein (Crude) in Forages Near-Infrared Reflectance Spectroscopic Method.
- [8] 《近红外光谱分析技术实用手册》
- [9] 《近红外光谱实战宝典》