|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 65.050 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png GXAS |   X 04 |

团体标准

T/GXAS XXXX—XXXX

鲜湿米粉中蛋白质含量快速筛查 近红外光谱法

Rapid screening of protein content in fresh wet rice flour by near infrared spectroscopy

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

广西标准化协会  发布

1. 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。

本文件由广西食品安全协会提出并宣贯。

本文件起草单位：广西益谱检测技术有限公司、广西工业职业技术学院、广西壮族自治区产品质量检验研究院、广西-东盟食品检验检测中心、品创科技有限公司、品创检测（广西）有限公司、广西食品安全协会、广西标准化协会、百色市食品药品认证审评中心、广电计量检测(南宁)有限公司、广西壮族自治区环境应急与事故调查中心。

本文件主要起草人：宁方尧、罗志祥、王士伟、覃艳淑、钟瑾、谢宏绍、肖艳、李义辉、洪泉、华艳、林鲜芳、潘艳锋、黄雪花、陆善贵、龙安、黄媛婧、韦升勤、陈小娟、陈潜

鲜湿米粉中蛋白质含量快速筛查 近红外光谱法

* 1. 范围

本文件规定了快速测定鲜湿米粉中蛋白质含量近红外光谱的方法。

本文件适用于鲜湿米粉生产和流转中蛋白质含量的快速测定。

本文件不适用于仲裁检验。

* 1. 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 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

样品集 samples set

具有代表性的、基本覆盖鲜湿米粉中蛋白质含量最小至最大范围、满足相关过程对样品量基本要求的不同的样品组合。

残差 residual

样品近红外光谱法测定值与标准凯氏定氮法测定值的差值。

偏差 bias

残差的平均值。

定标模型 calibration model

利用化学计量学方法建立的近红外光谱与对应的标准凯氏定氮法测定值之间关系的数学模型。

定标模型验证 calibration model validation

使用定标样品集之外的验证样品验证定标模型准确性和重复性的过程。

* 1. 方法原理

近红外光谱（Near infrared reflection specteoscopy,NIR）法测定鲜湿米粉中蛋白质方法的原理是利用鲜湿米粉中含有C-H、N-H、O-H等含氢基团的倍频和合频吸收带，以透射反射方式获得在近红外区的特征光谱，通过化学计量学方法偏最小二乘(PLS)算法，建立待测物质的特征光谱与待测成分含量之间的线性或非线性模型，从而实现利用近红外光谱信息对目标样品成分的快速测定。

* 1. 仪器

近红外光谱仪：可用于表征鲜湿米粉中蛋白质含量的近红外光谱仪，波长范围1000nm～1700nm，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。

* 1. 试样制备

采集得到的鲜湿米粉样品集（3.1）经过挤压、平铺得到鲜湿米粉样品。

* 1. 分析步骤
     1. 仪器准备

每次测定前应按设备使用说明书规定的测定日常检测程序，对仪器进行噪声、波长准确度和重现性检验。

* + 1. 定标模型的建立
       1. 样品集的选择

参与定标的鲜湿米粉样品应具有代表性，同一品种的样品应包含不同成型工艺，不同厂家，即鲜湿米粉中蛋白质的含量范围能涵盖未来要分析的样品特性，创建一个新的模型，至少要收集50个批次以上鲜湿米粉，通常以50～100个批次鲜湿米粉为宜。

* + - 1. 光谱数据收集

光谱数据收集过程中，测定条件以及待测样品和环境温度尽量保持一致，对同一样的光谱重复采集3次，定标时取3点扫描的光谱平均值。

* + - 1. 预测值的标准凯氏定氮分析方法

样品集光谱采集后，尽快对其进行蛋白质含量指标参考值的测定，蛋白质含量采用GB 5009.5测定。

* + - 1. 定标模型建立

采集建模软件，优化参数，进行光谱预处理，同时，使用偏最小二乘法（partial least square,简称PLS）或马氏距离判别法等，利用化学计量学原理建立定标模型。

* + - 1. 定标模型验证

使用定标样品集之外的样品验证定标模型的准确性和重复性，选择定标样品数量的20％～25％,应用7.2.4建立的定标模型进行检测，然后用7.2.3方法分析其化学值，比较近红外光谱法检测与标准液相分析方法测定值之间的偏差和预测标准偏差(SPE)等参数，蛋白质含量的SEP≤0.8。

* + 1. 试样的测定
       1. 定标模型的选择

选择原则：根据试样选用对应的定标模型，即定标样品的NIR光谱应能代表试样的NIR光谱。

选择方法：比较二者光谱之间的马氏距离（H）。如果试样的H小于或等于HL，则选用该定标模型；反之，则不能选用该定标模型。

* + - 1. 试样的测定

测试样品的温度应和环境温度尽量保持一致。每个样品扫描3次，取3次分析结果的平均值，根据试样的NIR光谱，将其吸光值代入相应的定标模型，即可得到相应的检测结果，如果试样的H小于或等于HL，则仪器将直接给出试样的测定结果，计算平均值，作为甘蔗糖汁糖分含量的测定结果，单位为质量百分数，结果小数点后保留一位。

* + 1. 异常样品的处理

NIR分析中发现异常样品后，要用标准凯氏定氮分析方法对该样品进行分析，同时对该异常样品类型进行确定，如果异常样品加入定标模型后，SEC不会显著增加（变化范围小于5％），将其加入到定标模型中，对定标模型进行升级；如果异常样品加入定标模型后，SEC将显著增加，则表示该样品需要放弃。

* 1. 精密度

在重复性条件下获得的多次（大于6次）独立测试结果，鲜湿米粉蛋白质含量的变异系数应不大于5.0％。

* 1. 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10％。

* 1. 测试报告记录

包括但不限于以下内容：

1. 定标模型的名称和编号；
2. 近红外光谱仪仪器型号与序列号；
3. 监控样品日常监控信息；
4. 试样的名称及编号；
5. 试样采样方法；
6. 试样制备方法；
7. 试样测定结果；
8. 测试单位、测试人及测试时间。

