

《稻谷脂肪酸值的测定 近红外法》 (征求意见稿) 编制说明

一、标准制定背景及任务来源

(一) 标准制定背景

据国家统计局统计数据显示，近5年来全年水稻产量已超65000万吨，且每年有小幅增长。目前稻谷消费中口粮消费在总消费量中占比依然最大，2019及2020年度我国大米口粮消费量为13970万吨（2794亿斤）。稻谷作为关乎国计民生的战略物资，国家需要让老百姓吃上粮，吃好粮，储好粮，但稻谷的消费特点决定了其需要一定时间的贮藏，同时稻米的“储新出陈”政策决定了每年有大量的陈稻谷流向市场。目前我国的稻谷库存量占全年稻谷产量的40%左右，每年约有500亿斤的稻谷用于贮藏，平均贮藏时间约18个月。因此，保证稻谷贮藏期间的品质直接关系到国家储粮安全，如何实现稻谷品质的快速检测，减少损耗，具有重要的战略和现实意义。检测稻谷脂肪酸值的现行国标是化学滴定分析，需要实验室乙醇提取后滴定，且难以实现自动化滴定操作。储粮企业在入库过程中要做到逐车、逐船检验是不现实的。因此，对于质量参差不齐的稻谷样品尚缺乏有效的现场识别方法，尤其是广谱、快速、准确、灵敏、实时的鉴定技术，需求就更为迫切。近红外技术（Near Infrared）是近些年国际上出现的一种迅速发展的技术，可应用于谷物快速无损检测。检

索发现，上世纪 70 年代，已有研究发现可以利用食品成分对近红外光的吸收特性，对肉制品、乳制品、谷物类、饲料等的水分、蛋白质、脂质、氨基酸等指标进行有效的无损检测。1978 年美国联邦谷物检验署（Federal Grain Inspection Service）和加拿大谷物委员会（Canadian Grain Commission）把近红外测定法作为国家标准，取代了原有的谷类蛋白定量测定法。在国外，近红外光谱技术已经逐渐成为粮食品质测定的重要手段，国内近年来在大豆、油菜籽、玉米、小麦等等领域已有广泛应用。当前利用近红外技术制定的稻谷相关检测标准主要用于水分（GB/T 24896-2010 粮油检验 稻谷水分含量测定 近红外法）、粗蛋白质（GB/T 24897-2010 粮油检验 稻谷粗蛋白质含量测定 近红外法）的快速检测，对于稻谷储存相关的重要指标——脂肪酸值无损测定还没有出台国家标准或者行业标准。

（二）任务来源

根据宜宾市市场监督管理局《关于同意九叶青花椒栽培技术规程等 43 项宜宾市地方标准立项的通知》（〔2020〕—241）计划安排，宜宾市粮油质量监测站牵头承担了《稻谷脂肪酸值的测定 近红外法》研究起草工作组。

（三）主要工作过程

本项目的主要起草单位为四川省宜宾市粮油质量监测站。自从任务下达后，四川省宜宾市粮油质量监测站成立了专门的标准随即对标准制订工作进度进行了详细的计划安排。在标准起草过程中，主要进行了以下几方面的工作：

1. 资料收集: 派遣项目组成员前往宜宾市内各区县对仓储稻谷进行实地采样, 测定; 收集汇总历年相关数据, 以充分了解宜宾市现有稻谷品种及脂肪酸值含量范围。

2. 查阅参考文献、比对国内外相关法律法规和标准。通过实地调研形式调查了市内各粮库、粮食公司现有不同型号近红外设备参数及对稻谷实际测定中的局限性。对现行的近红外标准相关文献资料进行广泛查阅, 并将相关数据进行整理、分析。通过对 GB/T 29858-2013 《分子光谱多元校正定量分析通则》、GB/T 24898-2010 粮油检验 《小麦水分含量测定 近红外法》、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》、GB/T 24902-2010 《粮油检验 玉米粗脂肪含量测定 近红外法》、GB/T 24900-2010 《粮油检验 玉米水分含量测定 近红外法》、GB/T 24896-2010 《粮油检验 稻谷水分含量测定 近红外法》、GB/T 24899-2010 《粮油检验 小麦粗蛋白质含量测定 近红外法》, 以及 GB/T 24896-2010 《粮油检验 稻谷水分含量测定 近红外法》、GB/T 24897-2010 《粮油检验 稻谷粗蛋白质含量测定 近红外法》、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》等相关标准的研究发现, 规范了运用近红外光谱技术定量测定样品成(组)分浓度(含量)或样品性质的方法和手段, 对利用近红建立预测模型提出指导原则, 对近红外数据网络化管理与维护提出保障要求, 并予以规范。现行脂肪酸值国标检测方法(GB/T 20569-2006)为

传统化学滴定法，这种传统方法难以满足大批量现场应用，还存在检测结果的精度和重现性不佳，样品预处理过程加速脂肪酸分解，检测结果非常不稳定，检测时间过长，检测数据管理混乱等问题。为进一步规范稻谷脂肪酸值近红外光谱检测方法，对存粮品质检测有实际指导意义，在按照已有标准建立预测模型的同时，重点开展针对不同稻谷品种光谱采集的准确性、稳定性的规范要求。

3. 制作标准文本初稿；

4. 受新冠疫情影响，以函件会审方式邀请起草单位对标准草案进行意见征求。对标准文本进行了逐章逐条的审定。

5. 汇总意见，修改，形成标准征求意见稿。

二、标准编制原则和确定标准主要内容的依据

（一）标准编制原则

标准编制除依据《中华人民共和国标准化法》及按照 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。在有关近红外测定规范，主要依据了下述资料或标准：

1. GB/T 5491 《粮食 油料检验 扦样 分样法》 [S].
2. GB/T 20569 《稻谷储存品质判定规则》 [S].
3. 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》 [S].
4. GB/T 24896-2010 《粮油检验 稻谷水分含量测定 近红

外法》 [S].

5. GB/T 24897-2010 《粮油检验 稻谷粗蛋白质含量测定 近红外法》 [S].

6. GB/T 29858-2013 《分子光谱多元校正定量分析通则》 [S].

7. GB/T 32198-2015 《红外光谱定量分析技术通则》 [S].

8. ASTM-1655 Standard Practices for Infrared Multivariate Quantitative Analysis [S].

9. 褚小立. 近红外光谱分析技术实用手册 [M]. 北京: 机械工业出版社, 2016

10. 陆婉珍. 现代近红外光谱分析技术 [M]. 北京: 中国石化出版社, 2000

(二) 主要技术内容确定的依据

1. 有关术语定义的依据

本标准中术语定义主要依据《近红外光谱分析技术实用手册》、ASTM-1655 《Standard Practices for Infrared Multivariate Quantitative Analysis》中相关定义。

2. 有关样品采集确定依据

本标准中样品采集要求主要依据 GB/T 5491 《粮食 油料检验 扦样 分样法》。

3. 有关样品脂肪酸值含量常规检测依据

本标准中样品脂肪酸值含量常规检测要求主要依据 GB /T

20569—2006《稻谷储存品质判定规则》。

4. 有关样品光谱重复性的依据

样品的近红外光谱的真实性与有效性直接影响定标模型效果以及测量结果的准确性与精密度,所以应该对样品的近红外光谱的有效性进行确认。由于样品的近红外光谱准确性无法进行有效评价的问题,所以本标准在光谱测量部分,采取对标准物质光谱的重复性进行评价。通过计算指定波长下标准物质光谱的标准偏差平均值作为样品光谱重复性指标,阐述稻谷在近红外光谱分析仪上的光谱重复性,给出样品的近红外光谱重复性阈值的参考指标。

本标准中的样品光谱重复性指标为 0.001AU。

针对同一检测部位,连续进行 3 次近红外光谱测量,测量间隔 10 秒,得到该部位的近红外光谱,见图 1,计算该 3 张近红外光谱的标准误差光谱,见图 2,以及该标准误差的平均值作为样品光谱重复性结果。

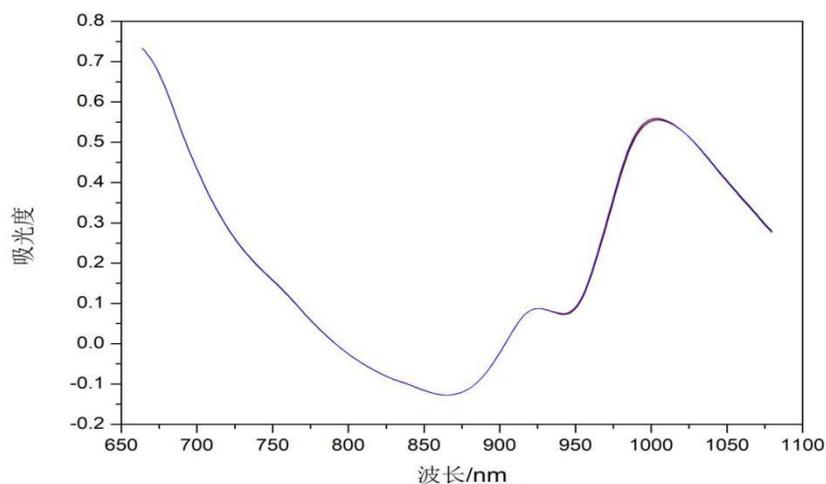


图 1 连续 3 次近红外光谱测量结果

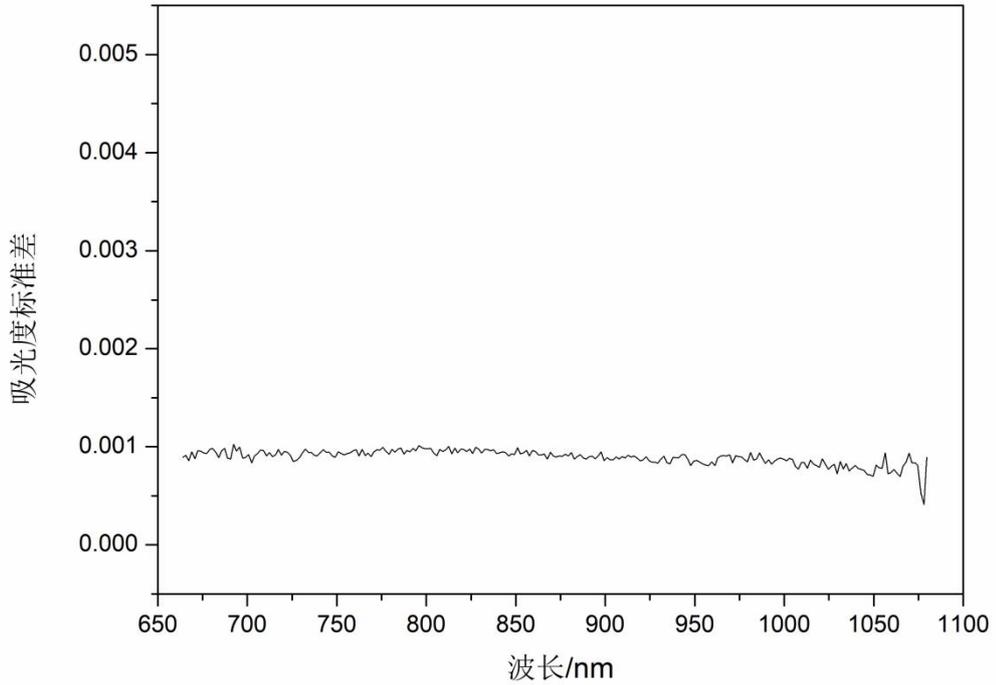


图 2 3 次近红外光谱标准误差图

5. 有关样品数量的依据，依据 ASTM-1655 《Standard Practices for Infrared Multivariate Quantitative Analysis》中样品数量为 $6 * (k+1)$ 的原则，选取主因子数 20 计算得出校正样品数量至少约为 120 个；同时验证样品数 50 个。

6. 有关脂肪酸值定标模型效果依据

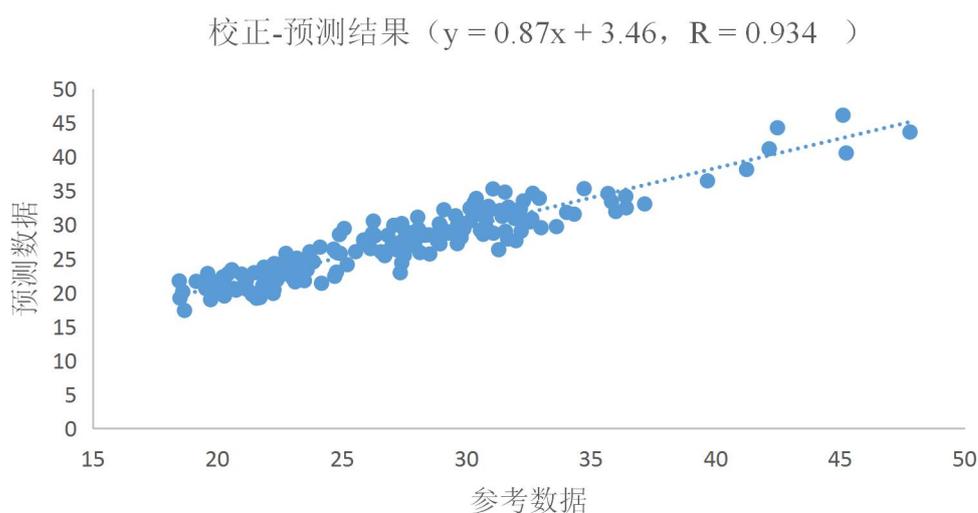
建立稳健、优秀的定标模型是进行稻谷脂肪酸值无损检测的关键。为体现定标模型效果真实性，共选择稻谷样本 260 份，按照脂肪酸值含量排序进行样品划分，其中校正样品数量 180 份，验证样品数量 80 份。定标模型建立采用偏最小二乘法校正方法，利用软件尝试不同的谱图处理方法组合和波长区间组合，在若干种模型参数组合中筛选出最优定标模型。选择 SEC、Rc

指标评价定标模型校正预测效果，选择 SECV、Rcv 指标评价定标模型交互验证预测效果，选择 SEV、Rv 指标评价定标模型外部验证预测效果。实际定标模型效果表明，SEC、SECV、SEV 指标均小于 3.0 g/100g，表征定标模型具有良好的预测精度。具体评价指标的建议值见表 1。

评价指标	SEC	RC
建议值	≤ 2.2	≥ 0.93
评价指标	SECV	RCV
建议值	≤ 2.5	≥ 0.92
评价指标	SEV	RV
建议值	≤ 2.2	≥ 0.92

表 1 定标模型评价指标的建议值

以下是定标模型的效果评价实例：稻谷脂肪酸值定标模型效果见图 3-图 5；并对模型效果进行评价，见表 2。



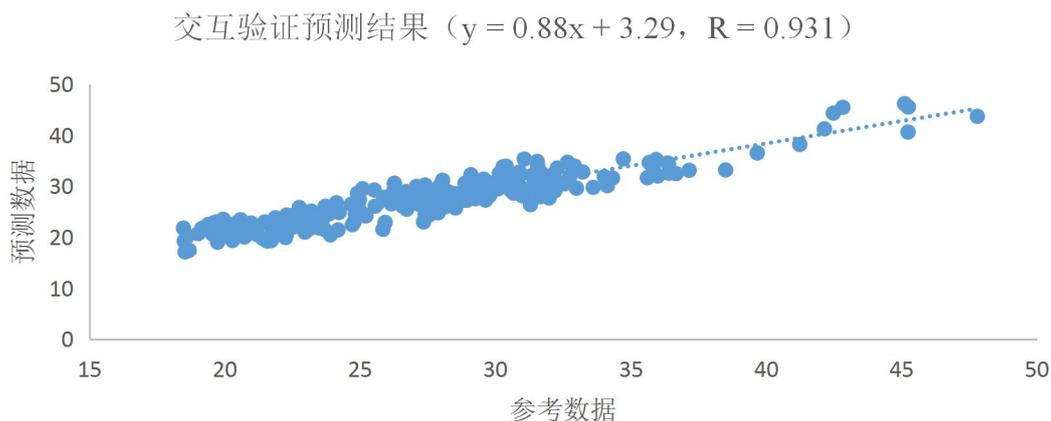


图 4 稻谷脂肪酸值定标模型交互验证预测效果

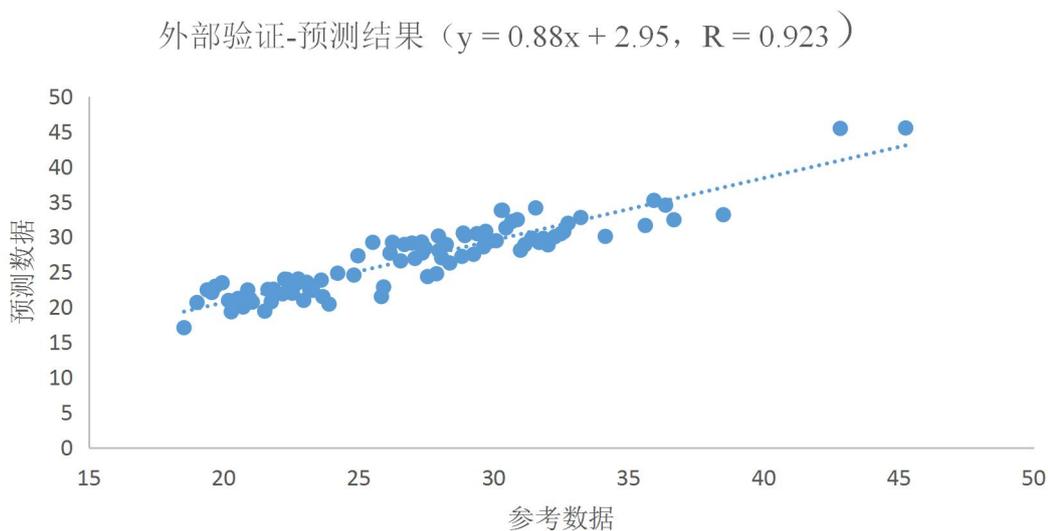


图 5 稻谷脂肪酸值定标模型外部验证预测效果

校正 谱图 数量	180	验证 谱图 数量	80	SEC	2.09	RC	0.93
				SECV	2.3	RCV	0.93
				SEV	2.02	RV	0.92

表 2 稻谷脂肪酸值定标模型效果

7. 有关准确性和精密度的依据

有关稻谷脂肪酸值近红外法检测结果的准确性、重复性和再

线性的误差范围，依据大量实验数据统计的基础上，以建议值给出误差范围；由于稻谷的品种具有差异型，同类稻谷的粒型、颜色具有差异性；以及近红外光谱仪具有多样性，有实验室型、在线型、便携型和手持型的差异；因此检测结果的误差范围均以建议值方式给出。实验数据统计结果见附录 3 误差统计表。

三、主要试验或验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

正在组织开展验证试验。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度

无。

五、与现行的法律法规和强制性国家标准的关系

本标准与现行法律、法规和强制性标准没有冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、标准作为强制性或推荐性标准发布的意见，特别是对建议批 为强制性标准的理由应充分说明

建议作为地方标准推荐标准发布。

八、贯彻标准的要求和措施建议（组织实施、技术措施、过渡办法等）

（一）建议标准自新标准发布时通过报纸、媒体、网络等多种渠道开展广泛的宣传活动；

（二）建议组织企业生产部门、粮油质检部门、监管部门以

及企业其他相关人 员开展标准的培训；

（三）建议于标准发布后的 3-6 个月正式实施本标准。因标准的宣传、培训 及贯彻需要时间。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

无。

标准编写组 2022 年 01 月