

# 中华人民共和国国家标准

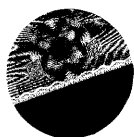
GB/T 24895—2010

## 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

Inspection of grain and oils—  
General regulations for model authentication of near-infrared analysis and  
administration and maintenance of network

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

本标准的附录 A 和附录 B 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。

本标准负责起草单位：国家粮食局标准质量中心、河南工业大学。

本标准参加起草单位：河南省粮油饲料产品监督检验站、湖北省粮油食品质量监测站、吉林粮油质量检测站、福斯分析仪器公司、波通仪器公司。

本标准主要起草人：杜政、唐瑞明、龙伶俐、朱之光、吴存荣、唐怀建、周展明、尹成华、熊宁、冯锡仲、赵武善、刘宇飞。

# 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

## 1 范围

本标准规定了粮油近红外分析定标模型验证和网络管理与维护的术语和定义、近红外分析仪的基本要求、定标模型验证及评价、定标模型转移及评价、仪器与定标模型建档、仪器日常监控、网络管理与维护的要求。

本标准适用于粮油近红外分析仪的定标模型验证和近红外分析网络管理与维护。

## 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/T 4091 常规控制图

GB/T 5009.9 食品中淀粉的测定

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 5505 粮油检验 灰分测定法

GB/T 5511 谷物和豆类 氮含量测定和粗蛋白质含量计算 凯氏法

GB/T 5512 粮油检验 粮食中粗脂肪含量测定

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 15000.5 标准样品工作导则(5) 化学成分标准样品技术通则

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**粮油近红外分析网络 near-infrared analysis network for grain and oil**

利用调制解调器、国际互联网或其他方式将近红外主机和近红外子机连接成为一个整体的粮油质量分析系统。通过实施近红外主机定标模型验证、定标模型转移到近红外子机和仪器稳定性日常监控等工作,保证网络中每台仪器分析、测定结果的准确性和一致性。

### 3.2

**粮油近红外分析仪 near-infrared instrument for grain and oil**

基于粮油样品近红外光谱区的吸收特性测定粮油及其制品的组分含量(如水分、脂肪、蛋白质、淀粉、粗纤维)或特性指标的专用分析仪器。

### 3.3

**定标模型 calibration model**

利用化学计量学方法建立的样品近红外光谱与对应化学标准值之间关系的数学模型。

3.4

**近红外主机** **master near-infrared instrument**

粮油近红外分析网络中用于定标模型验证及制备定标模型转移样品的粮油近红外分析仪。

3.5

**近红外子机** **slave near-infrared instrument**

粮油近红外分析网络中用于测定样品的粮油近红外分析仪,它使用经近红外主机转移过来的定标模型。

3.6

**定标模型转移** **calibration model transfer**

**近红外标准化** **standardization of near-infrared instrument**

利用经定标模型验证合格的近红外主机校准近红外子机的过程,使近红外子机与主机的测定结果一致。

3.7

**样品集** **sample set**

具有代表性的、基本覆盖相关组分含量范围的样品集合。

3.8

**验证样品** **check samples**

用于验证近红外主机测定结果的准确性和重复性的样品集。

3.9

**定标模型转移样品** **calibration model transfer samples**

用于评价近红外子机与近红外主机测定结果的一致性的样品集。

3.10

**监控样品** **monitor samples**

用于监测近红外分析仪日常工作稳定性的同品种均匀样品。

3.11

**离群值** **outlier**

离开其他测定值较远的样品测定值,表示样品可能与定标模型使用的样品差异较大。

3.12

**异常样品** **abnormal samples**

**超限样品** **gauge samples**

出现离群值的样品。

3.13

**标准方法** **standard method**

测定样品组分含量标准值时所采用的国家、行业或国际标准测试方法。

3.14

**定标模型验证** **calibration model validation**

使用验证样品集验证定标模型准确性和重复性的过程。

注1: 应使用生产商所使用的定标样品集之外的样品验证定标模型。

3.15

**校准标准差** **standard error of prediction corrected for bias (SEP)**

验证样品组分的近红外测定值扣除系统偏差后与其标准值之间的标准差,表示定标模型调整后的准确度。校准标准差按公式(1)计算:

$$SEP = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i - Bias)^2}{n-1}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\hat{y}_i$ ——验证样品  $i$  的组分近红外测定值;

$y_i$ ——验证样品  $i$  的组分标准值;

$n$ ——样品数;

$Bias$ ——系统偏差,即偏差之和除以样品数, $Bias = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i$ 。式中  $d_i$  为验证样品  $i$  组分的近红外测定值与标准值的差,即  $d_i = \hat{y}_i - y_i$ 。

### 3.16

#### 重复性 repeatability

$s_r$

在同一实验室,由同一操作者使用同一台仪器,按相同的测试方法,在短时间内通过重新分样和重新装样,对同一被测样品,连续多次测定获得结果的一致性,以标准差计算,用  $s_r$  表示。

### 3.17

#### 再现性 reproducibility

$s_R$

在不同的实验室,由不同操作者使用同一型号的不同仪器,按相同的测试方法,对同一被测样品进行测定,所获得结果的一致性,以标准差计算,用  $s_R$  表示。

## 4 粮油近红外分析仪的基本要求

### 4.1 功能要求

4.1.1 具有分析粮油及其制品的可靠定标模型。

4.1.2 能利用近红外分析仪的水分测定结果,将湿基基础测定结果折算为固定水分基础下的测定结果。

4.1.3 加入粮油近红外分析网络的近红外分析仪应具有联网功能。

4.1.4 能设定用户使用权限。

4.1.5 能预警异常样品。

### 4.2 性能基本要求

粮油近红外分析仪性能基本要求见表 1。

表 1 粮油近红外分析仪性能基本要求

品 种	成 分	校准标准差(SEP)≤	重复性( $s_r$ )≤	再现性( $s_R$ )≤
小麦、小麦粉、 稻谷、大米	水分	0.20%	0.072%	0.11%
	粗蛋白质	0.30%	0.11%	0.15%
玉米	水分	0.25%	0.11%	0.14%
	粗蛋白质	0.30%	0.11%	0.15%
大豆	水分	0.25%	0.11%	0.15%
	粗蛋白质	0.40%	0.11%	0.15%
	粗脂肪	0.40%	0.15%	0.18%
油菜籽等油料	水分	0.25%	0.11%	0.15%
	粗蛋白质	0.30%	0.11%	0.15%
	粗脂肪	0.50%	0.14%	0.20%

## 5 定标模型验证及评价(对近红外主机和未入网的近红外分析仪)

### 5.1 验证的基本要求

5.1.1 下列情况之一,需对近红外分析仪主机或未入网近红外分析仪的已有定标模型进行验证:

- a) 定标模型首次使用时,或定标模型更新后,或更换仪器时;
- b) 样品来源发生重大改变时;
- c) 每个粮油收获季节之前;
- d) 仪器维修或更换光源等配件后;
- e) 其他需要验证时;
- f) 每年至少进行 2 次验证。

5.1.2 对不同型号的近红外分析仪,应使用具有同样变异度的验证样品集验证定标模型(验证样品按附录 A 规定的方法制备)。

5.1.3 验证样品应覆盖样品的产地、品种、含量、季节、种植条件、收获条件及应用范围等,并在一定时间段内,按一定的程序采集大量样品,从中挑选具有代表性的样品。验证样品的测定组分含量应在定标模型中该组分的定标含量范围内,尽量覆盖该范围,且呈较均匀的分布,样品数不得少于 100 个。

5.1.4 样品组分的标准值,由符合 GB/T 27025 要求的 5 个以上实验室,按 GB/T 15000.5 导则,应用规定的标准方法进行测定并统计确定。样品组分化学分析应与近红外测定同期进行。

5.1.5 对粉碎的验证样品,样品的粒度应与定标模型使用的样品粒度分布一致。

5.1.6 验证测试时的温度范围应与定标模型规定的温度范围一致。

5.1.7 使用验证样品获得的定标模型验证结果,只适用于验证样品所涉及的范围。

### 5.2 验证的内容及评价

#### 5.2.1 准确性验证

采用验证样品集进行定标模型准确性验证,验证的校准标准差(SEP)应符合 4.2 的要求,对不符合要求的,不能通过验证,应该查明原因,重新进行验证,直至符合要求。

#### 5.2.2 重复性验证

采用验证样品进行定标模型重复性验证。选择组分含量高、中、低的 3 个验证样品,分别测定 10 次,各样品测定结果的重复性( $s_r$ )均应符合 4.2 的要求。对不符合要求的,不能通过验证,应查明原因,重新进行验证,直至符合要求。

## 6 定标模型转移及评价(对近红外子机)

6.1 将经过近红外主机验证合格的定标模型,通过粮油近红外分析网络向近红外子机转移。

6.2 使用定标模型验证合格的近红外主机测定定标模型转移样品的组分含量。挑选 10 个以上组分含量不同水平的定标模型转移样品,在近红外子机上进行测定。定标模型转移样品按附录 B 规定的方法制备。

6.3 定标模型转移的评价:近红外主机与同一型号近红外子机的定标模型转移样品测定结果的再现性( $s_R$ )应符合 4.2 的要求。对不符合要求的,应查明原因,重新进行测定,直至符合要求。

## 7 仪器与定标模型建档

### 7.1 近红外主机和未入网的近红外分析仪及其定标模型和定标模型验证建档

7.1.1 仪器建档内容,包括(但不限于):

- 仪器制造商;
- 仪器名称及型号;
- 仪器序列号;

- 安装日期；
- 维修记录；
- 仪器使用记录；
- 软件升级记录。

#### 7.1.2 定标模型和定标模型验证建档内容,包括(但不限于):

- 定标模型的名称和编号；
- 定标模型的组分的浓度范围；
- 定标模型使用的温度允许范围；
- 异常样品的类型、品种、界限及处理的有关信息；
- 验证样品类型；
- 验证样品个数；
- 验证样品采样及制备方法；
- 验证样品组分的浓度范围；
- 验证样品的测试温度范围；
- 测定化学值的标准方法；
- 定标模型验证的评价( $SEP$ 、 $s_r$ )；
- 定标模型转移日期(对近红外主机)；
- 验证单位；
- 验证日期；
- 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。

### 7.2 近红外主机与定标模型转移建档

#### 7.2.1 仪器建档内容,包括(但不限于):

- 入网网络名称、入网编号、入网时间；
- 仪器制造商；
- 仪器名称及型号；
- 仪器序列号；
- 安装日期；
- 维修记录；
- 仪器使用记录；
- 软件升级记录。

#### 7.2.2 定标模型和定标模型转移建档内容,包括(但不限于):

- 定标模型的名称和编号；
- 定标模型的浓度范围；
- 定标模型使用的温度允许范围；
- 异常样品的类型、品种、界限及处理的有关信息；
- 验证样品类型；
- 验证样品的浓度范围；
- 验证样品的测试温度范围；
- 验证单位及验证时间；
- 测定化学值的标准方法；
- 定标模型验证的评价( $SEP$ 、 $s_r$ )；
- 定标模型转移日期；
- 定标模型转移的评价( $s_R$ )；

- 近红外子机的单位；
- 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。

## 8 仪器日常监控

- 8.1 对入网与未入网的近红外分析仪,在每天测试之前,至少应用监控样品测试一次,测试结果按 GB/T 4091 的规定,建立不同时间测定监控样品的质量控制图,测试结果偏差的控制限为 $\pm 2 \times s_r$ 。监控样品的制备按附录 B 规定的方法进行。
- 8.2 出现监控样品测试结果偏差超出控制线时,应立即停止使用,并及时通报网络管理者和仪器生产商。
- 8.3 出现仪器不稳定、重复性不符合 4.2 要求等情况,应立即停止使用,并及时通报网络管理者和仪器生产商。

## 9 网络管理与维护

- 9.1 应统一管理粮食近红外分析网络中的近红外主机和近红外子机。
- 9.2 网络管理与维护的内容,包括(但不限于):
- 定标模型验证样品、定标模型转移样品及监控样品的采集、分析、保存及发送;
  - 近红外主机定标模型验证及评价;
  - 近红外定标模型转移及评价;
  - 近红外主机及近红外子机的日常监控;
  - 近红外网络仪器维修记录;
  - 软件升级记录等。
- 9.3 所有定标模型转移样品或监控样品,从制备后到测定前,应密封保存在不会引起样品成分改变的环境中,且应保证在运输或储存过程中不受损坏。
- 9.4 验证合格后的定标模型应通过网络管理软件,将定标模型转移给网络中的每一台近红外子机使用。应用定标模型转移样品对近红外子机进行定标模型转移效果评价,不符合要求的,应立即通报网络管理者,查明原因,并重新进行转移效果评价,直至符合要求。
- 9.5 日常分析工作中,应不予采纳异常样品的近红外测定值。应对异常样品用标准分析方法测定,将测定结果及时通报网络管理者和仪器生产商,以利于今后对定标模型进行升级。
- 9.6 应做好日常监控记录,并监测网络中近红外子机的工作状况,发现异常应及时处理。

附 录 A  
(规范性附录)  
验证样品的制备

- A.1 样品采样按 GB 5491 的规定执行。
- A.2 应分产地、分品种扦取样品,所采集的样品集中组分含量应尽量均匀分布,且能代表近红外分析定标模型成分含量所覆盖的范围。
- A.3 除去样品中的杂质及破碎粒后,进行分样,每份样品 2 000 g 以上。
- A.4 应使用牢固的包装物密封保存样品,避免运输及保存中可能发生的变化。
- A.5 应由符合 GB/T 27025 要求的 5 个以上实验室测定样品组分的含量。
- A.6 根据需要,实验室应使用下列规定的标准方法测定样品组分的含量:
- 测定水分含量,按 GB/T 5497 的规定执行;
  - 测定灰分含量,按 GB/T 5505 的规定执行;
  - 测定谷类粮食及其制品的粗蛋白质含量,按 GB/T 5511 的规定执行;
  - 测定油料的粗蛋白质含量,按 GB/T 14489.2 的规定执行;
  - 测定谷类粮食及其制品的粗脂肪含量,按 GB/T 5512 的规定执行;
  - 测定油料的粗脂肪含量,按 GB/T 14488.1 的规定执行;
  - 测定总淀粉含量,按 GB/T 5009.9 的规定执行。
- A.7 实验室在接收到样品后应立即进行测定,样品一旦启封,应在当天测定完毕。
- A.8 测定结果应汇总统一处理,以稳健统计量表示验证样品组分含量的标准值。

## 附 录 B

### (规范性附录)

#### 定标模型转移样品、监控样品的制备

##### B.1 仪器

近红外分析仪:性能应符合本标准 4.2 的要求。

##### B.2 样品的制备

B.2.1 取样:选择同一品种的粮油样品,按 GB 5491 规定的方法采样。

B.2.2 样品的预处理:应除去样品中的杂质及破碎粒,分样至每份样品 500 g 左右。

B.2.3 样品均匀性检查:定标模型转移样品应按 GB/T 15000.5 的规定检查样品的均匀性,不符合均匀性要求的应重新进行分样。

B.2.4 监控样品应有备份样品。

##### B.3 样品组分的测定

定标转移样品应使用定标模型验证合格的近红外主机(B.1)测定组分含量。监控样品应使用定标模型验证合格的近红外主机(B.1),或定标模型转移合格的近红外子机(B.1)、定标模型验证合格的未入网的近红外分析仪(B.1)测定组分含量。

监控样品测定的组分应选择不易变化的组分,其近红外测定值的重复性应在本标准规定的允许范围内。

##### B.4 样品的保存

样品应密封,保存于通风、干燥、阴凉环境中。保存期不宜超过一年。

##### B.5 样品的使用期限

每个监控样品在使用 100 次之后,或样品出现生虫、被污染时,应重新制备。

## 参 考 文 献

- [1] American Society for Testing and Materials. 2005. Method E 1655-05: Standard practices for infrared, multivariate, quantitative analysis. The Society, West Conshohocken, PA.
  - [2] Williams P C, Norris K H. 1987. Near-infrared technology in the agricultural and food industries. Am. Assoc. Cereal Chem., St. Paul, MN.
  - [3] Williams P C, Sobering D C. 1993. Comparison of commercial near infrared transmittance and reflectance instruments for analysis of whole grains and seeds. J. Near Infrared Spectrosc. 1:25.
  - [4] AACC Method 39-00. Near-infrared methods—Guidelines for model development and maintenance.
-

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
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  
GB/T 24895—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

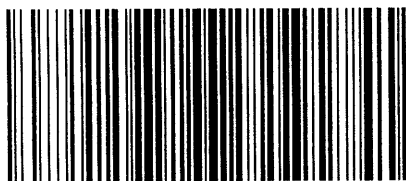
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字  
2010年7月第一版 2010年7月第一次印刷

\*

书号:155066·1-40223 定价 18.00 元



GB/T 24895-2010

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533