

附录 A
(规范性附录)
监控样品的制备

A.1 仪器

近红外分析仪:符合本标准 5.1 的要求。

A.2 监控样品的制备

A.2.1 取样:选择品种单一的粮食,按 GB 5491 规定的方法采样。

A.2.2 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 500 g 左右。

A.2.3 样品的测定:利用近红外分析仪(A.1)测定样品的粗蛋白质含量(干基)。

A.2.4 监控样品应至少制备两份,其中一份留作备用。

A.3 监控样品的保存

样品应密封,保存于通风、干燥、阴凉的环境中。保存期不宜超过一年。

A.4 监控样品的使用期限

每个监控样品在使用 100 次之后,或者出现生虫、被污染等,应重新制备。

GB/T 24898—2010



中华人民共和国国家标准

GB/T 24898—2010

粮油检验 小麦水分含量测定 近红外法

Inspection of grain and oils—
Determination of moisture content in wheat—Near-infrared method



GB/T 24898-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40226

定价: 14.00 元

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

9.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的仪器设备,按相同测试方法,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应不大于0.2%。

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,用同一方法,对相同的小麦样品,获得的两个独立测定结果之间的绝对差应不大于0.3%。

10 测试报告

测试报告应包括(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;
 - 验证样品集的测试温度范围;
 - 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;
- 试样测试时的温度;
- 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;
- 测试单位、测试人及测试时间;
- 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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
粮 油 检 验
小 麦 水 分 含 量 测 定 近 红 外 法

GB/T 24898—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

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 0.5 字数 8 千字

2010年8月第一版 2010年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-40226 定价 14.00 元

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

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,并报网络管理者或仪器供应商予以调整或维修。

6.1.6 测试样品的温度应控制在定标模型验证中规定的测试温度范围内。

6.2 整粒小麦样品的测定

按照近红外分析仪(5.1)说明书的要求,取适量的小麦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,第一次测定后的测定样品应与原待测样品混匀后,再次取样进行第二次测定。

6.3 粉碎样品的测定

按照近红外分析仪(5.1)说明书的要求,取适量的小麦样品,使用规定的粉碎设备(5.2)粉碎,将全麦粉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,第一次测定后的全麦粉样品应与原待测样品混匀后,再次取样进行第二次测定。

7 结果处理和表示

7.1 为了得到有效的结果,测定结果应在仪器使用的定标模型所覆盖的水分含量范围内。

7.2 两次测定结果的绝对差应符合 9.2 的要求,取两次数据的平均值为测定结果,测定结果保留小数点后一位。

7.3 如果两个测试结果的绝对差值不符合 9.2 的要求,则必须再进行 2 次独立测试,获得 4 个独立测试结果。若 4 个独立测试结果的极差($X_{\max} - X_{\min}$)等于或小于允许差的 1.3 倍,则取 4 个独立测试结果的平均值作为最终测试结果;如果 4 个独立测试结果的极差($X_{\max} - X_{\min}$)大于允许差的 1.3 倍,则取 4 个独立测试结果的中位数作为最终测试结果。

7.4 对于仪器报警的异常测定结果,所得数据不应作为有效测定数据。异常样品的确认和处理按第 8 章的要求执行。

8 异常样品的确认和处理

8.1 异常样品的确认

8.1.1 形成异常测定结果的原因,可能来自以下几个方面:

- 该样品水分的含量超过了该仪器定标模型的范围;
- 该样品品种与参与该仪器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 异常样品的处理

8.2.1 异常样品的水分含量应按 GB/T 5497 规定的方法进行测定。

8.2.2 应将异常样品的情况通报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

验证样品集水分含量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 0.20%。

前 言

本标准是建立在经典方法基础上的小麦水分含量的快速测定方法,对于仲裁检验,应以国家标准已规定的常规方法,即 GB/T 5497《粮食、油料检验 水分的测定》为准。

本标准的附录 A 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。

本标准起草单位:河南工业大学、国家粮食储备局无锡科学研究设计院、北京市粮油食品检验所、海南省粮油产品质量监督检验站、天津市粮油质检中心、上海市粮油制品质量监督检验站、浙江省粮油产品质量检验中心、福斯分析仪器公司、波通仪器公司。

本标准主要起草人:卞科、吴存荣、唐怀建、陈志华、王彩琴、唐英、肖庆敏、吕艳春、应美蓉、赵武善、刘宇飞。