



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18868—2002

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

Method for determination of moisture, crude protein,  
crude fat, crude fibre, lysine and methionine  
in feeds—Near infrared reflectance spectroscopy

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  
GB/T 18868—2002

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

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

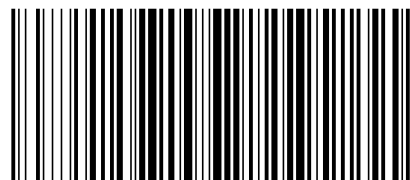
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 15 千字  
2003年3月第一版 2003年3月第一次印刷  
印数 1—2 000

书号: 155066·1-19108 定价 10.00 元

网址 www.bzchs.com

科目 631—478

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 18868—2002

2002-09-24 发布

2003-03-01 实施

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

### A.5.3 偏最小二乘法回归法(partial least square regression, PLSR)

部分最小偏差回归法是 80 年代末应用到近红外光谱分析上的。该法与 PCR 很相似,仅是在确定独立变量时,不仅考虑光谱的信息( $X$  变量),还考虑化学分析值( $Y$  变量)。该法是目前近红外光谱分析上应用最多的回归方法,在制定饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸和蛋氨酸测定的定标模型时使用此方法。

### A.6 定标模型的更新

定标是一个由小样本估计整体的计量过程,因此定标模型预测能力的高低取决于定标样品的代表性。由于预测样品的不确定性,因此,很难一下选择到合适的定标样品。所以,在实际分析工作中,通常用动态定标模型办法来解决这个问题。所谓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,可概括为以下步骤:

- 定标设计
- 分析测定
- 定标运算
- 实际预测
- 异常数据检查
- 再定标设计
- 再分析测定
- 再定标运算

### A.7 对定标模型的检验和选取

检验定标模型的检验,其简单的方法是直接比较一个有代表样品群的预测值( $y_i$ )和真实值( $Y_i$ ),以预测误差平方的加权平均值( $MSE$ )来表示: $MSE = E(Y_i - y_i)^2 / N$ 。

## 前 言

本标准是建立在经典方法基础上的饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸和蛋氨酸的快速测定方法,对于仲裁检验应以经典方法为准。所谓经典法是指国家标准已规定的常规方法,即 GB/T 6432—1994《饲料中粗蛋白测定方法》、GB/T 6433—1994《饲料粗脂肪测定方法》、GB/T 6434—1994《饲料中粗纤维测定方法》、GB/T 6435—1986《饲料水分的测定方法》、GB/T 15399—1994《饲料中含硫氨基酸测定方法 离子交换色谱法》和 GB/T 18246—2000《饲料中氨基酸的测定》。

本标准中水分、粗蛋白质、粗纤维的测定参考采用美国公职分析化学家协会(AOAC)方法(第十五版),方法的编号分别为 989.03 和 991.01。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人:杨曙明、宋荣、张瑜、苏晓鸥。

异常样品可为“好”、“坏”两类，“好”的异常样品加入定标模型后可增加该模型的分析能力，而“坏”的异常样品加入定标模型后，只能降低分析的准确度。“好”、“坏”异常样品的埋别标准有二：一是H值，通常“好”的异常样品H值为 $>0.6$ 或H值 $\leq 5$ ，通常“坏”的异常样品H值 $>5$ ；二是SEC，通常“好”的异常样品加入定标模型后，SEC不会显著增加，而“坏”的异常样品加入定标模型后，SEC将显著增加。

### 7.3.2 异常样品的处理

NIR分析中发现异常样品后，要用经典方法对该样品进行分析，同时对该异常样品类型进行确定，属于“好”异常样品则保留，并加入到定标模型中，对定标模型进行升级；属于“坏”异常样品则放弃。

## 8 分析的允许误差

分析的允许误差见表1。

表1 %

样品中组分	含量	平行样间相对偏差 小于	测定值与经典方法测定值之间的偏差 小于
水分	$>20$	5	0.40
	$>10, \leq 20$	7	0.35
	$\leq 10$	8	0.30
粗蛋白质	$>40$	2	0.50
	$>25, \leq 40$	3	0.45
	$>10, \leq 25$	4	0.40
	$\leq 10$	5	0.30
粗脂肪	$>10$	3	0.35
	$\leq 10$	5	0.30
粗纤维	$>18$	2	0.45
	$>10, \leq 18$	3	0.35
	$\leq 10$	4	0.30
蛋氨酸	$\geq 0.5$	4	0.10
	$< 0.5$	3	0.08
赖氨酸		6	0.15

## 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

### 1 范围

本标准规定了以近红外光谱仪快速测定饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸和蛋氨酸的方法。对于仲裁检验应以经典方法为准。

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%。

### 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 6432 饲料中粗蛋白测定方法

GB/T 6433 饲料粗脂肪测定方法

GB/T 6434 饲料中粗纤维测定方法

GB/T 6435—1986 饲料水分的测定方法

GB/T 15399 饲料中含硫氨基酸测定方法

GB/T 18246 饲料中氨基酸的测定

### 3 原理

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。

### 4 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 4.1

标准分析误差(SEC或SEP)

样品的近红外光谱法测定值与经典方法测定值间残差的标准差，表达为 $\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d})^2}{n-1}}$ ，对于定标样品常以SEC表示，检验样品常用SEP表示。

#### 4.2

相对标准分析误差[SEC(C)]

样品标准分析误差中扣除偏差的部分，表达为 $\sqrt{SPC^2 - Bias^2}$ 。