

附录 A
(规范性附录)
定标的总则和程序

A.1 定标样品的选择

参与定标的样品应具有代表性,即需涵盖将来所要分析样品的特性。创建一个新的定标模型,至少需要收集 50 个样品。通常以 70~150 个样品为宜,其中 1/3 作为预测集样品,用于定标外部检验。对于包含样品范围较广的模型,可适量增加样品数量。

A.2 定标样品标准值的测定

分别按照 GB/T 2677.10 和 GB/T 2677.8 测定定标样品的综纤维素含量和酸不溶木质素含量。

A.3 光谱数据收集

光谱数据的收集过程中,装样条件以及样品和环境温度尽量保持一致,建议环境温度为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,样品含水率为 9%~15%。

A.4 光谱预处理

采用基线校正(baseline correction)和归一化(normalization)等方法进行光谱预处理。基线校正主要扣除仪器背景或漂移对信号的影响,其中微分处理(derivative)可减少谱带重叠的影响,一阶导数消除基线平移,二阶导数同时消除平移和线性倾斜。归一化方法中,变量标准化(standard normal variate,SNV)可有效消除光谱中多元散射干扰和颗粒度的影响;附加散射校正(multiplicative scatter correction,MSC)可补偿在反射光谱中遇到的波长依赖的光散射变化。

A.5 定标方法

使用偏最小二乘法(partial least square,PLS)或主成分回归法(principal components regression,PCR)等。

A.6 定标模型的评价

预测集样品的综纤维素和酸不溶木质素含量的预测标准偏差(SEP)应分别不大于 1.5%和 1.1%。



LY/T 2151-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-25452

定价: 14.00 元

中华人民共和国林业行业标准

LY/T 2151—2013

木材综纤维素和酸不溶木质素含量测定 近红外光谱法

Method for determination of holocellulose and acid-insoluble lignin in wood—
Near infrared spectroscopy

2013-03-15 发布

2013-07-01 实施

国家林业局 发布

9 准确性和重复性

9.1 准确性

预测集样品的综纤维素和酸不溶木质素含量的预测标准偏差(SEP)应分别不大于1.5%和1.1%。

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,获得的综纤维素含量和酸不溶木质素含量两次测定结果的绝对差应分别不大于1.5%和1.0%。

10 试验报告

试验报告至少应该包括以下内容:

- 本标准编号;
- 对试样的有关说明;
- 试验结果及必要的说明;
- 试验中观察到的任何异常现象;
- 本标准或引用标准中未规定的并可影响结果的任何操作。

中华人民共和国林业
行业标准
木材综纤维素和酸不溶木质素含量测定
近红外光谱法
LY/T 2151—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

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 10 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

*

书号:155066·2-25452 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)68510107

n —— 预测集样品数；

Bias—— 偏差,即残差的平均值, $Bias = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i$ 。

4 原理

利用综纤维素、木质素中的 C-H、O-H 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,用化学计量学方法建立木材近红外光谱与其综纤维素含量或酸不溶木质素含量之间的相关关系,计算木材样品中的综纤维素含量或酸不溶木质素含量。

5 仪器

漫反射型近红外光谱仪:扫描范围包含波段 1 100 nm~2 500 nm($9\ 090\text{ cm}^{-1}$ ~ $4\ 000\text{ cm}^{-1}$);仪器的噪声应控制在 60×10^{-6} AU 以下;波长准确度优于 2 nm,波长重现性优于 0.05 nm;随机软件具有近红外光谱数据的收集、存储、加工等功能。

6 样品制备

样品的取样和制备按 GB/T 2677.1 的规定执行。

7 测试

7.1 测试前的准备

7.1.1 测试前应按生产商规定的日常校正程序,对仪器进行噪声、波长准确度和重现性诊断。

7.1.2 测试样品的温度应控制在定标模型涵盖的温度范围内。

7.2 试样的测试

选择已建立的定标模型,按照近红外光谱仪要求的试样量进行测试,记录测试数据。每个样品应测试两次,第一次测试后的测试样品应与原待测样品混匀后,再次取样进行第二次测试。定标的总则和程序应符合附录 A 的规定。

8 结果处理和表示

8.1 综纤维素含量和酸不溶木质素含量两次测试结果的绝对差应分别不大于 1.5% 和 1.0%,取两次数据的平均值为测试结果,测试结果保留小数点后两位。

8.2 如果两个测试结果的绝对差值不符合 8.1 的要求,则应再进行 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($X_{\max} - X_{\min}$)小于或等于绝对差允许值的 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。

8.3 对于异常测试结果,所得数据不应作为有效测试数据。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由全国木材标准化技术委员会(SAC/TC 41)提出并归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院木材工业研究所、国际竹藤网络中心、北京思百可技术有限公司。

本标准主要起草人:李改云、黄安民、虞华强、赵荣军、余雁、费本华、傅峰、王斌。