



# 中华人民共和国国家计量技术规范

JJF ××××—202x

## 近红外原理谷物分析仪校准规范

Calibration Specification of Near Infrared Grain Analyzers

(征求意见稿)

本稿完成日期：2023-06-30

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

# 近红外原理谷物分析仪

JJF XXXX—202X

## 校准规范

Calibration Specification of Near Infrared Grain  
Analyzers

---

归口单位：全国生物计量技术委员会

主要起草单位：

参加起草单位：

本规范委托全国生物计量技术委员会负责解释。

本规范主要起草人：

参加起草人：

全国生物计量技术委员会

## 目 录

引言 .....	( II )
1 范围 .....	( 1 )
2 引用文件 .....	( 1 )
3 术语.....	( 1 )
3.1 近红外光谱法.....	( 1 )
3.2 透射.....	( 1 )
3.3 漫反射.....	( 1 )
3.4 透射比.....	( 2 )
3.5 吸光度.....	( 2 )
3.6 反射比.....	( 2 )
3.7 主成分分析.....	( 2 )
4 概述 .....	( 2 )
5 计量特性 .....	( 3 )
6 校准条件 .....	( 3 )
6.1 环境条件 .....	( 3 )
6.2 标准物质.....	( 3 )
7 校准项目和校准方法.....	( 4 )
7.1 基线平直度 .....	( 4 )
7.2 波长示值误差和重复性.....	( 4 )
7.3 透射比或反射比示值误差和重复性.....	( 5 )
7.4 谷物蛋白质测量示值误差和重复性.....	( 6 )
8 校准结果表达 .....	( 6 )
8.1 校准结果处理 .....	( 6 )
8.2 校准结果的测量不确定度.....	( 6 )
9 复校时间间隔 .....	( 6 )
附录 A 校准原始记录格式.....	( 7 )
附录 B 校准证书(内页)(推荐)格式样式.....	( 10 )
附录 C 谷物蛋白质示值误差校准结果的不确定度评定示例.....	( 11 )
附录 D 参考文献.....	( 14 )

# 引 言

JJF 1071 《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》和 JJF1059.1 《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。校准方法及计量特性等主要参考了 JJG 178-2007《紫外、可见、近红外分光光度计检定规程》。

本规范为首次发布。

全国生物计量技术委员会

# 近红外原理谷物分析仪校准规范

## 1 范围

本规范适用于基于可见-近红外光谱透射或漫反射原理，对谷物中的蛋白等成分进行分析的仪器的校准。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 178-2007《紫外、可见、近红外分光光度计检定规程》

GB/T 24899-2010《粮油检验小麦粗蛋白质含量测定近红外法》

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

## 3 术语

GB/T 24899-2010中界定的以及以下术语和定义适用于本规范。

### 3.1 近红外光谱法 Near Infrared, NIR

用可见光和红外光之间波长范围的光谱，即波长在（780~2526）nm 范围内的电磁波进行分析的方法。

注：

1、习惯上近红外区划分为近红外短波（780~1100）nm 和近红外长波（1100~2526）nm 两个区域；

2、近红外反射光或透射光光谱可用于快速测定样品中的蛋白质、脂肪等物质的含量。

### 3.2 透射 transmission

光波入射到物体表面、经过折射并穿过物体后出射的现象。

### 3.3 漫反射 diffuse reflection

光照射在物体粗糙表面时随机地向四周反射的现象。

注：

在该现象中，反射光以入射点为中心各向同性地向整个半球空间反射，即从任何方向观察反射的统计平均辐射亮度都相同。

### 3.4 透射比 transmittance

光线通过溶液或某一物质后的入射光强度与该光线通过溶液或物质前光强度的比值。

### 3.5 吸光度 transmittance

光线通过溶液或某一物质前的入射光强度与该光线通过溶液或物质后的透射光强度比值的以 10 为底的对数值。

注：

吸光度是以 10 为底的透射比倒数的对数值，其关系可用式 (1) 表示，其中  $A$  为吸光度， $T$  为透射比。

$$A = \lg \frac{1}{T} \quad (1)$$

### 3.6 反射比 reflectance

表征物体表面对光波反射能力的物理量，数值上等于被物体表面反射的光强与投射到物体表面的光强之比，无量纲。

### 3.7 主成分分析 principal component analysis

主分量分析

从一批变量中通过矩阵分解降维，寻找数目较少的一组由原变量线性组合而成的新的正交变量（主成分），但仍能最大限度地保留原变量集所包含的信息的多元统计分析方法。

## 4 概述

近红外原理谷物分析仪（以下简称“分析仪”）是利用谷物中有机物含有的 C-H、N-H、O-H、C-C 等化学键的泛频振动或转动，以透射或漫反射方式获得可见-近红外区（700~2500）nm 的光谱信息，通过主成份分析等现代化学和计量学的手段，根据预先建立的物质光谱与待测成份含量间的线性或非线性模型，实现谷物中蛋白等待测成份含量快速检测的仪器。分析仪一般由光源、单色器、样品池、检测器、控制分析及配套软件组成，仪器结构示意图如图 1 所示。

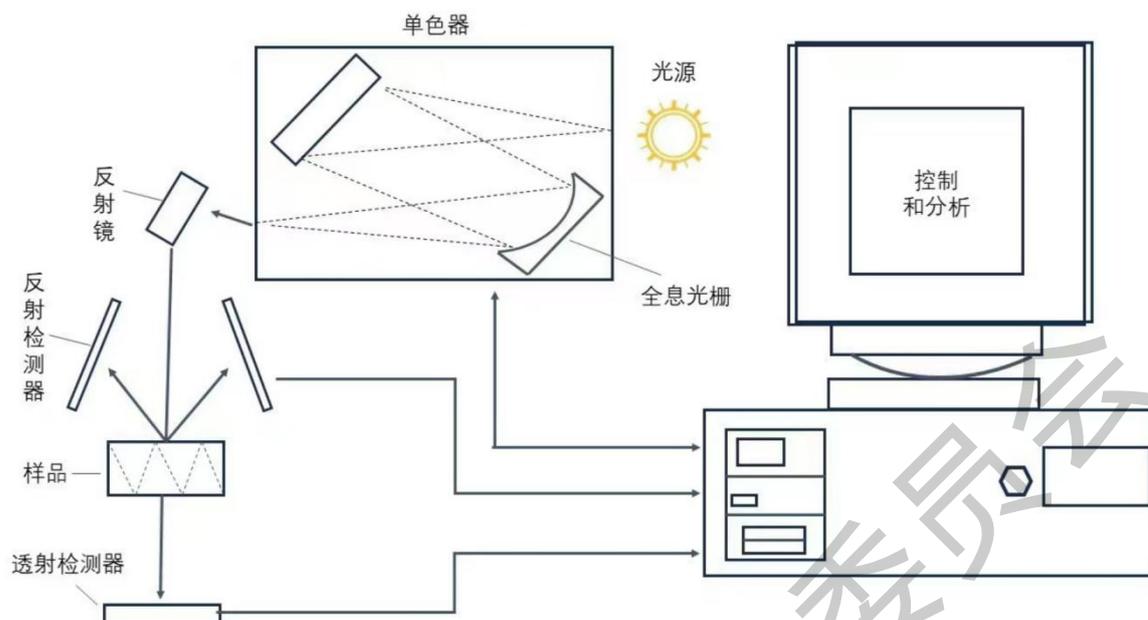


图 1 近红外原理谷物分析仪结构示意图

## 5 计量特性

分析仪的计量特性如表 1 所示。

表 1 分析仪的计量特性

序号	计量特性	计量特性指标
1	基线平直度	$\pm 0.1$
2	波长示值误差	$\pm 4.0 \text{ nm}$
3	波长重复性	$\leq 0.5\%$
4	透射比或反射比示值误差	$\leq \pm 5\%$
5	透射比或反射比重复性	$\leq 0.5\%$
6	谷物蛋白质测量示值误差	$\leq \pm 3\%$
7	谷物蛋白质测量重复性	$\leq 1\%$

注 1：以上技术指标不用于合格性判别，仅供参考。

注 2：示值误差等计量特性指标也可参照仪器制造厂商给出的技术要求。

## 6 校准条件

### 6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(15~30)℃；

6.1.2 相对湿度： $\leq 85\%$ ；

注：上述条件与制造商的产品规定不一致时，以产品规定为准。

### 6.2 计量标准器和标准物质

### 6.2.1 镨钕滤光片

波长范围覆盖（400~1000）nm，峰值波长不确定度  $U \leq 0.5$  nm， $k=2$ 。

### 6.2.2 近红外波长滤光片

波长范围覆盖（700~2000）nm，至少包括 3 条均匀分布的峰值波长，峰值波长不确定度  $U \leq 0.7$  nm， $k=2$ 。

### 6.2.3 光谱中性滤光片

（400~1000）nm 波长范围内透射比标称值分别为 10%、40%和 80%的光谱中性滤光片，透射比的相对不确定度  $\leq 1\%$ ， $k=2$ ；

### 6.2.3 漫反射比标准板

（700~2000）nm 波长范围内漫反射比标称值分别为 20%、50%的漫反射比标准板，漫反射比的相对不确定度  $\leq 2\%$ ， $k=2$ ；

### 6.2.4 谷物蛋白质标准物质

谷物中蛋白质含量认定值的相对不确定度  $\leq 3\%$ ， $k=2$ 。

注：应采用国家计量行政部门批准的国家有证标准物质。

## 7 校准项目和校准方法

分析仪应开机预热 30 min 后再进行以下校准项目。

### 7.1 基线平直度 [JJG 178-2007, 6.3.6]

样品仓中不装入任何样品，按照仪器默认设置进行扫描后，调出光谱图，纵坐标调整为吸光度或表观吸光度，在波长下限加 10 nm，波长上限减 50 nm 范围内计算图谱中起始点与最大偏离点之差即为基线平直度。

### 7.2 波长示值误差和重复性

采用镨钕滤光片对透射检测方式的仪器进行校准；采用近红外波长滤光片对漫反射检测方式的仪器进行校准。将镨钕滤光片或近红外波长滤光片放入分析仪的样品仓，按照仪器默认设置进行扫描，重复 6 次，导出光谱图进行计算。在扫描范围内任选至少 3 条均匀分布的镨钕滤光片或近红外波长滤光片的峰值波长，根据式（1）分别计算这三个波长下的示值误差并分别报告；根据式（2）分别计算这三个波长下 6 次重复测量结果的相对标准偏差，取其中最大者作为波长重复性的结果。

$$\Delta\lambda = \bar{\lambda} - \lambda_s \quad (2)$$

式中： $\Delta\lambda$ ——波长示值误差，nm；

$\bar{\lambda}$ ——6次峰值波长重复测量结果的平均值，nm；

$\lambda_s$ ——锗钕滤光片或近红外波长滤光片峰值波长标准值，nm。

$$RSD = \frac{1}{x} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \times 100\% \quad (3)$$

式中： $RSD$ ——波长或透射比或反射比或谷物蛋白质相对标准偏差，%

$x_i$ ——波长或透射比或反射比或谷物蛋白质第*i*次测量值，nm或无量纲；

$\bar{x}$ ——波长或透射比或反射比或谷物蛋白质测量平均值，nm或无量纲；

$n$ ——测量次数， $n=6$ 。

### 7.3 透射比或反射比示值误差和重复性

采用光谱中性滤光片对透射检测方式的仪器进行校准；采用漫反射比标准板对漫反射检测方式的仪器进行校准。

进行透射检测方式的仪器校准时，样品仓中先不装入任何样品，按照仪器默认设置进行扫描后，得到透射比的空白值；如果仪器报告结果为吸光度，按式（1）转化为透射比。再依次将标称值为10%、40%和80%透射比的光谱中性滤光片放入分析仪的样品仓，按照仪器默认设置进行扫描，重复6次。导出光谱图，在仪器扫描波长范围内均匀选择至少3个代表波长，依次读出代表波长下的透射比并减掉对应波长下的空白值，根据式（4）计算各个波长下透射比的示值误差并分别报告；根据式（3）计算各个波长下透射比测量结果的相对标准偏差，取其中最大者报告。

进行反射检测方式的仪器校准时，依次将标称值为20%和50%的漫反射比标准板放入分析仪的样品仓，按照仪器默认设置进行扫描，重复6次。导出光谱图，在仪器扫描波长范围内均匀选择至少3个代表波长，依次读出代表波长下的反射比，根据式（4）计算各个波长下反射比的示值误差并分别报告；根据式（3）计算各个波长下反射比测量结果的相对标准偏差，取其中最大者报告。

$$\Delta T = \bar{T} - T_s \quad (4)$$

式中： $\Delta T$ ——透射比或反射比示值误差，无量纲；

$\bar{T}$ ——6次透射比或反射比测量平均值，无量纲；

$T_s$ ——透射比或反射比标准值，无量纲。

#### 7.4 谷物蛋白质测量示值误差和重复性

在样品仓中装入谷物蛋白质标准物质，按照仪器默认谷物蛋白质测量方法进行扫描和进行数据处理，记录测量结果，重复6次，根据式（5）计算谷物蛋白质测量示值误差，根据公式（3），计算谷物蛋白质测量重复性。

$$\Delta c = \bar{c} - c_s \quad (5)$$

式中： $\Delta c$ ——谷物蛋白质测量示值误差，%；

$\bar{c}$ ——6次谷物蛋白质测量结果的平均值，%；

$c_s$ ——谷物蛋白质标准物质的标准值，%。

### 8 校准结果表达

#### 8.1 校准结果处理

经校准后的分析仪应核发校准证书，校准证书应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求，并给出各个校准项目名称和测量结果以及扩展不确定度。校准原始记录格式（推荐性表格）见附录 A，校准证书（内页）（推荐）格式样式见附录 B。

#### 8.2 校准结果的测量不确定度

分析仪校准结果的测量不确定度按 JJF 1059.1—2012 的要求评定，校准结果测量不确定度评定示例见附录 C。

### 9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由分析仪的使用情况、使用者、分析仪本身质量等诸多因素所决定的，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，复校时间间隔建议不超过 1 年。

## 附录 A

## 校准原始记录格式

(推荐性表格)

分析仪名称			型号	
制造厂商			出厂编号	
委托单位	名称		联系人及电话	
	地址		校准日期	
温度			湿度	
记录编号			证书编号	
校准员			核验员	

## 一、基线平直度

## 二、波长示值误差和重复性

标准器		波长 1	波长 2	波长 3
镨钕滤光片或 近红外波长滤光片	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	6			
	平均值			
	标准值			
	示值误差			
	重复性/%			
重复性报告值/%				

## 三、透射比或反射比示值误差和重复性

透射比或 反射比		波长 1	波长 2	波长 3	波长 4	波长 5
	blank					
	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	平均值					
	标准值					
	示值误差					
	重复性/%					
	blank					
	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	平均值					
	标准值					
	示值误差					
	重复性/%					
	blank					
	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	平均值					
	标准值					

	示值误差					
	重复性/%					
重复性报告值/%						

#### 四、谷物蛋白质测量示值误差和重复性

谷物蛋白质标准物质	1	2	3	4	5	6
测量值						
平均值						
标准值						
示值误差						
不确定度						
重复性/%						

全国生物计量技术委员会

## 附录 B

## 校准证书内页（推荐）格式样式

校 准 证 书			
			共 页，第 页
序号	校准项目	校准结果	不确定度
1	基线平直度		
2	波长示值误差		
3	波长重复性		/
4	透射比或反射比示值误差		
5	透射比或反射比重复性		/
6	谷物蛋白质测量示值误差		
7	谷物蛋白质测量重复性		/

校准员： \_\_\_\_\_ · \_\_\_\_\_      核验员： \_\_\_\_\_

## 附录 C

## 谷物蛋白质示值误差校准结果的不确定度评定示例

## C.1 测量方法

采用近红外谷物蛋白分析仪测定谷物蛋白质有证标准物质，并与标准物质标准值进行比较。

## C.2 测量模型

示值误差可由公式(C.1)给出：

$$\Delta c = \bar{c} - c_s \quad (\text{C.1})$$

式中： $\Delta c$ ——谷物蛋白质测量示值误差，%；

$\bar{c}$ ——6次谷物蛋白质测量结果的平均值，%；

$c_s$ ——谷物蛋白质标准物质的标准值。

## C.3 不确定度来源

不确定度来源包括：

- a) 分析仪测量重复性引入的标准不确定度  $u(\bar{c})$ ；
- b) 谷物蛋白质标准物质引入的标准不确定度  $u(c_s)$

## C.4 合成标准不确定度计算公式

依据不确定度传播律，分析仪测量重复性引入的标准不确定度  $u(\bar{c})$  与标准物质引入的标准不确定度  $u(c_s)$  不相关，故输出量估计方差的完整表达式应为：

$$u_c^2 = u(\bar{c})^2 + u(c_s)^2 \quad (\text{C.2})$$

由公式(C.2) 得：

$$u_c = \sqrt{u(\bar{c})^2 + u(c_s)^2} \quad (\text{C.3})$$

## C.6 标准不确定度分量计算

下面以一次近红外谷物蛋白分析仪校准为例具体分析其测量不确定度。在校准中谷物蛋白质标准物质 6 次测定的结果分别为 16.03%、15.96%、16.09%、15.97%、16.05% 和 16.03%；该标准物质的标准值为  $15.8\% \pm 0.3\%$  ( $k=2$ )。

### C.6.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u(\bar{c})$

选定一台近红外谷物蛋白分析仪，对该谷物蛋白质标准物质连续测量 10 次，得到一组测量值：16.03%、15.96%、16.09%、15.97%、16.05%、16.03%、15.96%、16.09%、15.97% 和 16.03%。

则单次测量结果的标准差  $s(x_i)$ ：

$$s(x_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \approx 0.051\%$$

实际校准时在重复性条件下连续测量 6 次，以 6 次测量的算术平均值作为结果，则由测量重复性引入的标准不确定度分量为：

$$u(\bar{c}) = s(x_i) / \sqrt{6} = 0.051\% / \sqrt{6} \approx 0.021\%$$

### C.6.2 标准物质引入的标准不确定度分量 $u(c_s)$

由标准物质引入的不确定度分量  $u(c_s)$  可以根据标准物质证书提供的扩展不确定度  $U(c_s)$  和包含因子  $k$  根据公式(C.4)计算：

$$u(c_s) = \frac{U(c_s)}{k} \quad (\text{C.4})$$

式中：

$u(c_s)$ ——标准物质引入的标准不确定度，%；

$U(c_s)$ ——标准物质证书提供的扩展不确定度，%；

$k$ ——标准物质证书提供的包含因子。

谷物蛋白质标准物质的标准值为  $15.8\% \pm 0.3\%$  ( $k=2$ )，则由标准物质引入的标准不确定度分量：

$$u(c_s) = \frac{U(c_s)}{k} = \frac{0.3\%}{2} = 0.15\%$$

### C.7 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 C.1。

表 C.1 近红外谷物蛋白分析仪测定谷物蛋白质标准物质的标准不确定度一览表

不确定度来源		输入量的 标准不确定度	灵敏系数	标准不确定度分量
$u(\bar{c})$	测量重复性	0.021%	1	0.021%
$u(c_s)$	标准物质	0.15%	-1	0.15%
$u_c = 0.15\%$				

### C.8 合成标准不确定度 $u_c$

由公式 (C.3) 可得：

$$u_c = \sqrt{u(c_s)^2 + u(c_s)^2} = 0.15\%$$

### C.9 扩展不确定度 $U$

取  $k=2$ ，则：

$$U = k \times u_c = 0.4\%$$

## 附录 D

### 参考文献

(资料性附录)

- [1] 《生物化学与分子生物学名词》 (第二版), 2008, 科学出版社
  - [2] 《光学名词》: 2021, 科学出版社
  - [3] 《化学名词》 (第二版): 2016, 科学出版社
- 

全国生物计量技术委员会