

国家计量技术规范规程制修订

《近红外原理谷物分析仪校准规范》
(征求意见稿)
实验报告

2023 年 6 月

实验报告

一、 实验目的

验证《近红外原理谷物分析仪校准规范》的适用性和可行性。

二、 实验地点

验证实验均在不同客户实验室完成。

三、 环境条件

实验过程中环境温度均在（15~30）℃，相对湿度不大于 85%。

四、 实验仪器与实验设计

在验证实验中，共对 FOSS、Bruker 公司生产的 5 台次近红外原理谷物分析仪进行了验证实验，覆盖了国内农业领域常用的近红外原理谷物分析仪类型，既包括了光吸收原理的近红外谷物分析仪，也包括了反射原理的近红外谷物分析仪。

五、 计量标准器和标准物质

使用的计量标准器包括锗钨玻璃滤光片、近红外波长滤光片，主要用于可见-近红外区波长示值误差与波长重复性的校准；10%、40%、80%透射比光谱中性滤光片和 20%、50%漫反射比标准板，主要用于可见-近红外区透射比和反射率示值误差和重复性的校准；使用的标准物质为谷物蛋白质标准物质，主要用于整机综合性能的验证。

六、 实验结果

6.1 FOSS KMAT Infratec Nova Grain Analyzer 验证实验

该仪器使用可见-近红外区通过测定透射比的方式对谷物成分进行分析，因此根据校准规范的要求，采用锗钨玻璃滤光片、10%、40%、80%透射比光谱中性滤光片以及谷物蛋白质标准物质对 FOSS KMAT Infratec Nova Grain Analyzer 进行了验证实验。实验结果如下：

（1） 基线平直度：0.006

（2） 波长示值误差和重复性

采用锗钹玻璃滤光片对该仪器进行了验证，结果如表 1 所示。

表 1 FOSS KMAT Infratec Nova Grain Analyzer
波长示值误差和重复性校准结果 （单位：nm）

计量 标准器	测量值 1	测量值 2	测量值 3	三次测量 平均值	标准值	波长示 值误差	波长重 复性 %
锗钹玻璃 滤光片	526.0	526.0	526.0	526.0	528.9	-2.9	0
	572.0	572.0	572.0	572.0	573.3	-1.3	0
	582.0	582.0	582.0	582.0	585.4	-3.4	0
	740.0	740.0	740.0	740.0	741.3	-1.3	0
	806.0	806.0	806.0	806.0	807.3	-1.3	0
	879.5	879.5	879.5	879.5	879.6	-0.1	0

（3） 透射比示值误差和重复性

采用 10%、40%、80%透射比光谱中性滤光片考察近红外谷物分析仪的透射比示值误差和重复性，结果如表 2 所示。

表 2 FOSS KMAT Infratec Nova Grain Analyzer
透射比示值误差和重复性校准结果

计量 标准器	波长标称 值 nm	吸光度 测量值 1	吸光度 测量值 2	吸光度 测量值 3	三次吸光 度测量平 均值	三次透 射比测 量平均 值 %	透射 比标准 值 %	透射 比示值 误差 %	透射 比重复 性 %
10%透 射比光 谱中性 滤光片	450	1.0798	1.0797	1.0782	1.0792	8.33	8.16	0.17	0.1
	500	1.0918	1.0915	1.0900	1.0911	8.11	8.47	-0.36	0.1
	550	1.0471	1.0467	1.0453	1.0464	8.99	9.34	-0.35	0.1
	600	1.1011	1.1007	1.0993	1.1004	7.94	8.22	-0.28	0.1
	650	1.0891	1.0888	1.0873	1.0884	8.16	8.44	-0.28	0.1
40%透 射比光 谱中性 滤光片	450	0.3855	0.3857	0.3834	0.3849	41.22	41.99	-0.77	0.3
	500	0.3965	0.3966	0.3943	0.3958	40.20	41.88	-1.68	0.3
	550	0.3899	0.3900	0.3877	0.3892	40.81	42.52	-1.71	0.3
	600	0.4031	0.4033	0.4010	0.4025	39.59	41.08	-1.49	0.3
	650	0.3947	0.3949	0.3925	0.3940	40.36	41.72	-1.36	0.3
80%透 射比光 谱中性	450	0.1081	0.1092	0.1087	0.1087	77.86	78.04	-0.18	0.5
	500	0.1012	0.1022	0.1017	0.1017	79.12	80.61	-1.49	0.5
	550	0.0970	0.0979	0.0975	0.09747	79.90	81.38	-1.48	0.5

滤光片	600	0.1062	0.1071	0.1067	0.10667	78.23	79.82	-1.59	0.4
	650	0.1126	0.1135	0.1131	0.11307	77.09	78.58	-1.49	0.4

(4) 谷物蛋白测量示值误差和测量重复性

采用 GBW(E)100126 全麦粉粗蛋白标准物质作为谷物蛋白标准物质进行蛋白质测量示值误差和测量重复性的验证，结果如表 3 所示。

表 3 FOSS KMAT Infratec Nova Grain Analyzer
谷物蛋白测量示值误差和测量重复性校准结果

标准物质名称	测量值 %	测量平均值 %	标准值 %	测量示值误差 %	测量重复性 %	扩展不确定度 % ($k=2$)
GBW(E)100126 全麦粉粗蛋白标准物质	16.03	16.0	15.8	0.2	0.3	0.4
	15.96					
	16.09					
	15.97					
	16.05					
	16.03					

6.2 FOSS NIRS DS2500 验证实验

FOSS NIRS DS2500 使用可见-近红外区通过测定反射比的方式对谷物进行分析，根据校准规范的要求，采用近红外波长滤光片、20%、50%漫反射比标准板以及谷物蛋白质标准物质对 FOSS NIRS DS2500 进行了验证实验。校准结果如下：

- (1) 基线平直度：0.065
- (2) 波长示值误差和重复性

采用近红外波长滤光片对该仪器进行了验证，结果如表 4 所示。

表 4 FOSS NIRS DS2500 波长示值误差和重复性校准结果（单位：nm）

计量标准器	测量值 1	测量值 2	测量值 3	测量值 4	测量值 5	测量值 6	六次测量平均值	标准值	波长示值误差	波长重复性 %
-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	---------	-----	--------	---------

近红外 波长滤 光片	1069.0	1069.0	1069.0	1069.0	1069.0	1069.0	1069.0	1069.0	1069.8	-0.8	0
	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1220.2	-0.7	0
	1363.0	1363.0	1363.0	1363.0	1363.0	1363.0	1363.0	1363.0	1363.7	-0.7	0
	1463.5	1463.5	1463.5	1463.5	1463.5	1463.5	1463.5	1463.5	1464.6	-1.1	0
	1523.5	1523.5	1523.5	1523.5	1523.5	1523.5	1523.5	1523.5	1523.8	-0.3	0
	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.6	-0.6	0

(3) 反射比示值误差和重复性

采用 20%和 50%漫反射比标准板考察近红外谷物分析仪的反射比示值误差和重复性，结果如表 5 所示。

表 5 FOSS NIRS DS2500 反射比示值误差和重复性校准结果

计量 标准 器	波长 标称 值 nm	表观吸 光度 测量值 1	表观吸 光度 测量值 2	表观吸 光度 测量值 3	表观吸 光度 测量值 4	表观吸 光度 测量值 5	表观吸 光度 测量值 6	六次表 观吸光 度测量 平均值	六次反 射比测 量平均 值 %	反射 比标准 值 %	反射比 示值误 差 %	反射 比重 复性 %
20% 漫反 射比 标准 板	800	0.6968	0.6970	0.6969	0.6970	0.6970	0.6970	0.6970	20.09	20.50	-0.41	0.03
	900	0.6970	0.6971	0.6971	0.6971	0.6971	0.6971	0.6971	20.09	20.70	-0.61	0.01
	1100	0.6898	0.6901	0.6900	0.6901	0.6899	0.6900	0.6900	20.42	20.89	-0.47	0.02
	1400	0.6932	0.6933	0.6933	0.6934	0.6933	0.6934	0.6933	20.26	20.97	-0.71	0.01
	1700	0.6997	0.6998	0.6998	0.6999	0.6998	0.6999	0.6998	19.96	20.87	-0.91	0.01
50% 漫反 射比 标准 板	800	0.2715	0.2715	0.2715	0.2715	0.2715	0.2716	0.2715	53.52	52.06	1.46	0.02
	900	0.2739	0.2739	0.2740	0.2739	0.2739	0.2739	0.2739	53.22	51.72	1.5	0.02
	1100	0.2754	0.2754	0.2756	0.2754	0.2754	0.2755	0.2755	53.03	51.39	1.64	0.02
	1400	0.2851	0.2851	0.2852	0.2851	0.2851	0.2852	0.2851	51.87	50.59	1.28	0.01
	1700	0.2978	0.2979	0.2980	0.2979	0.2979	0.2979	0.2979	50.36	49.21	1.15	0.01

(4) 谷物蛋白测量示值误差和测量重复性

采用 GBW(E)100126 全麦粉粗蛋白标准物质进行蛋白质测量示值误差和测量重复性的验证, 结果如表 6 所示。

表 6 FOSS NIRS DS2500 谷物蛋白测量示值误差和测量重复性校准结果

标准物质名称	测量值 %	测量平均值 %	标准值 %	测量示值误差 %	测量重复性 %	扩展不确定度 % ($k=2$)
GBW(E)100126 全麦粉粗蛋白标准物质	16.52	16.6	15.8	0.8	0.3	0.4
	16.57					
	16.60					
	16.65					
	16.53					
	16.61					

6.3 FOSS NIRS DS2500 F 验证实验

FOSS NIRS DS2500 F 使用可见-近红外区通过测定反射比的方式对谷物分进行分析, 根据校准规范的要求, 采用近红外波长滤光片、20%、50%漫反射比标准板以及谷物蛋白质标准物质对 FOSS NIRS DS2500 F 进行了验证实验。校准结果如下:

(1) 基线平直度: 0.026

(2) 波长示值误差和重复性

采用近红外波长滤光片对该仪器进行了验证, 结果如表 7 所示。

表 7 FOSS NIRS DS2500 F 波长示值误差和重复性校准结果

计量标准器	测量值 1	测量值 2	测量值 3	测量值 4	测量值 5	测量值 6	六次测量平均值	标准值	波长示值误差	波长重复性 %
近红外波长滤光片	1069.0	1069.0	1069.0	1069.0	1069.0	1069.5	1069.1	1069.8	-0.7	0.02
	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1219.5	1220.2	-0.7	0
	1363.5	1363.5	1363.0	1363.5	1363.5	1363.5	1363.4	1363.7	-0.3	0.01
	1464.0	1464.0	1464.5	1464.5	1464.5	1464.5	1464.3	1464.6	-0.3	0.02
	1523.0	1523.0	1523.5	1523.0	1523.0	1523.0	1523.1	1523.8	-0.7	0.01

	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.0	1938.6	-0.6	0
--	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	------	---

(3) 反射比示值误差和重复性

采用 20%和 50%漫反射比标准板考察近红外谷物分析仪的反射比示值误差和重复性，结果如表 8 所示。

表 8 FOSS NIRS DS2500 F 反射比示值误差和重复性校准结果

标准物质名称	波长标称值 nm	表观吸光度测量值 1	表观吸光度测量值 2	表观吸光度测量值 3	表观吸光度测量值 4	表观吸光度测量值 5	表观吸光度测量值 6	六次表观吸光度测量平均值	六次反射比测量平均值 %	反射比标准值 %	反射比示值误差 %	反射比重复性 %
20%漫反射比标准板	900	0.6970	0.6970	0.6968	0.6968	0.6944	0.6967	0.6964	20.12	20.80	-0.68	0.14
	1100	0.6897	0.6900	0.6898	0.6897	0.6885	0.6897	0.6896	20.44	21.00	-0.56	0.08
	1400	0.6936	0.6938	0.6937	0.6936	0.6931	0.6937	0.6936	20.25	20.97	-0.72	0.03
	1700	0.6994	0.6995	0.6995	0.6994	0.6993	0.6995	0.6994	19.98	20.67	-0.69	0.01
	1900	0.7043	0.7045	0.7044	0.7043	0.7045	0.7044	0.7044	19.75	20.46	-0.71	0.01
50%漫反射比标准板	900	0.2747	0.2738	0.2733	0.2778	0.2796	0.2721	0.2752	53.06	51.72	1.34	1.05
	1100	0.2759	0.2754	0.2751	0.2777	0.2787	0.2742	0.2762	52.95	51.39	1.56	0.61
	1400	0.2857	0.2856	0.2854	0.2867	0.2872	0.2849	0.2860	51.77	50.59	1.18	0.30
	1700	0.2977	0.2977	0.2976	0.2982	0.2983	0.2973	0.2978	50.38	49.21	1.17	0.12
	1900	0.3022	0.3023	0.3023	0.3024	0.3024	0.3021	0.3023	49.86	48.74	1.12	0.04

(4) 蛋白质测量示值误差和测量重复性

采用 GBW(E)100126 全麦粉粗蛋白标准物质进行蛋白质测量示值误差和测量重复性的验证，结果如表 9 所示。

表 9 FOSS NIRS DS2500 F 蛋白质测量示值误差和测量重复性校准结果

标准物质名称	测量值 %	测量平均值 %	标准值 %	测量示值误差 %	测量重复性 %	扩展不确定度 % ($k=2$)
采用 GBW(E) 100126 全麦粉粗蛋白标准物质	16.52	16.6	15.8	0.8	0.3	0.4
	16.57					
	16.60					
	16.65					
	16.53					
	16.61					

6.4 Bruker MPA 验证实验

Bruker MPA 使用可见-近红外区通过测定反射比的方式对谷物分进行分析，根据校准规范的要求，采用近红外波长滤光片、20%、50%漫反射比标准板以及谷物蛋白质标准物质对 Bruker MPA 进行了验证实验。校准结果如下：

(1) 基线平直度：0.035

(2) 波长示值误差和重复性

采用近红外波长滤光片对该仪器进行了验证，结果如表 10 所示。

表 10 Bruker MPA 波长示值误差和重复性校准结果

计量标准器	测量值 1	测量值 2	测量值 3	测量值 4	测量值 5	测量值 6	六次测量平均值	标准值	波长示值误差	波长重复性 %	扩展不确定度 ($k=2$)
近红外波长滤光片	1069.5 6526	1067.8 0321	1067.8 0321	1069.5 6526	1067.8 0321	1069.5 6526	1068.7	1069.8	-1.1	0.09	1.0
	1218.3 3938	1220.6 3380	1218.3 3938	1220.6 3380	1220.6 3380	1220.6 3380	1219.9	1220.2	-0.3	0.10	1.2
	1364.5 4011	1364.5 4011	1364.5 4011	1364.5 4011	1364.5 4011	1364.5 4011	1364.5	1363.7	0.8	0.00	0.8
	1466.4 1754	1463.1 0734	1466.4 1754	1463.1 0734	1466.4 1754	1463.1 0734	1464.8	1464.6	0.2	0.12	1.7
	1525.0 7424	1525.0 7424	1525.0 7424	1525.0 7424	1525.0 7424	1525.0 7424	1525.1	1523.8	1.3	0.00	0.8
	1940.5 8847	1940.5 8847	1940.5 8847	1940.5 8847	1940.5 8847	1940.5 8847	1940.6	1938.6	2.0	0.00	0.6

(3) 反射比示值误差和重复性

采用 20%、50%漫反射比标准板考察近红外谷物分析仪的反射比示值误差和重复性，结果如表 11 所示。

表 11 Bruker MPA 反射比示值误差和重复性校准结果

计量校准器	波长标称值 nm	表观吸光度测量值 1	表观吸光度测量值 2	表观吸光度测量值 3	表观吸光度测量值 4	表观吸光度测量值 5	表观吸光度测量值 6	六次表观吸光度测量平均值	六次反射比测量平均值 %	反射比标准值 %	反射比示值误差 %	反射比重复性 %
20% 漫反射比标准板	900	0.7096	0.7099	0.7099	0.7107	0.7105	0.7083	0.7098	19.51	20.80	-1.29	0.12
	1100	0.7007	0.7008	0.7008	0.7012	0.7009	0.7003	0.7008	19.92	21.00	-1.08	0.04
	1400	0.7023	0.7025	0.7022	0.7026	0.7023	0.7022	0.7024	19.85	20.97	-1.12	0.02
	1700	0.7119	0.7120	0.7120	0.7121	0.7121	0.7119	0.7120	19.41	20.67	-1.26	0.01
	1900	0.7168	0.7170	0.7168	0.7170	0.7170	0.7167	0.7169	19.19	20.46	-1.27	0.02
50% 漫反射比标准板	900	0.2829	0.2829	0.2827	0.2823	0.2822	0.2823	0.2826	52.18	51.72	0.46	0.12
	1100	0.2842	0.2844	0.2843	0.2841	0.2840	0.2843	0.2842	51.98	51.39	0.59	0.05
	1400	0.2941	0.2942	0.2942	0.2941	0.2939	0.2940	0.2941	50.81	50.59	0.22	0.04
	1700	0.3096	0.3097	0.3097	0.3096	0.3095	0.3096	0.3096	49.02	49.21	-0.19	0.03
	1900	0.3153	0.3154	0.3153	0.3152	0.3151	0.3152	0.3152	48.39	48.74	-0.35	0.03

(4) 谷物蛋白测量示值误差和测量重复性

采用 GBW(E)100126 全麦粉粗蛋白标准物质进行蛋白质测量示值误差和测量重复性的验证，结果如表 12 所示。

表 12 Bruker MPA 谷物蛋白测量示值误差和测量重复性校准结果

标准物质名称	测量值 %	测量平均值 %	标准值 %	测量示值误差 %	测量重复性 %	扩展不确定度 % ($k=2$)
GBW(E) 100126 全麦粉粗蛋白标准物质	17.06	17.05	15.8	1.3	0.2	0.4
	17.08					
	17.04					
	17.06					
	17.09					
	16.99					

6.5 Bruker TANGO 验证实验

Bruker TANGO 使用可见-近红外区通过测定反射比的方式对谷物分进行分析, 根据校准规范的要求, 采用近红外波长滤光片、20%、50%漫反射比板以及谷物蛋白质标准物质对 Bruker TANGO 进行了验证实验。

(1) 基线平直度: -0.027

(2) 波长示值误差和重复性

采用近红外波长滤光片对该仪器进行了验证, 结果如表 13 所示。

表 13 Bruker TANGO 波长示值误差和重复性校准结果 (单位: nm)

标准物质名称	测量值 1	测量值 2	测量值 3	测量值 4	测量值 5	测量值 6	六次测量平均值	标准值	波长示值误差	波长重复性 %	扩展不确定度 ($k=2$)
近红外 波长滤 光片	1071.0 0146	1071.0 0146	1071.0 0146	1071.0 0146	1071.0 0146	1071.0 0146	1071.0	1069.8	1.2	0.00	0.6
	1220.3 4430	1220.3 4430	1220.3 4430	1220.3 4430	1220.3 4430	1220.3 4430	1220.3	1220.2	0.1	0.00	0.7
	1364.3 9385	1364.3 9385	1364.3 9385	1364.3 9385	1364.3 9385	1364.3 9385	1364.4	1363.7	0.7	0.00	0.8
	1465.5 8095	1465.5 8095	1465.5 8095	1465.5 8095	1465.5 8095	1465.5 8095	1465.6	1464.6	1.0	0.00	0.8
	1523.9 1253	1523.9 1253	1523.9 1253	1523.9 1253	1523.9 1253	1523.9 1253	1523.9	1523.8	0.1	0.00	0.8
	1938.6 4820	1938.6 4820	1938.6 4820	1938.6 4820	1938.6 4820	1938.6 4820	1938.6	1938.6	0.0	0.00	0.6

(3) 吸光度示值误差和重复性

采用 20%、50%漫反射比标准板考察近红外谷物分析仪的吸光度示值误差和重复性，结果如表 14 所示。

表 14 Bruker TANGO 吸光度示值误差和重复性校准结果

标准物质名称	波长标称值 nm	表观吸光度测量值 1	表观吸光度测量值 2	表观吸光度测量值 3	表观吸光度测量值 4	表观吸光度测量值 5	表观吸光度测量值 6	六次表观吸光度测量平均值	六次反射比测量平均值 %	反射比标准值 %	反射比示值误差 %	反射比重复性 %
20% 漫反射比标准板	900	0.6566	0.6569	0.6571	0.6572	0.6569	0.6572	0.6570	22.03	20.80	1.23	0.03
	1100	0.6632	0.6630	0.6632	0.6633	0.6634	0.6633	0.6632	21.72	21.00	0.72	0.02
	1400	0.6702	0.6703	0.6702	0.6704	0.6704	0.6704	0.6703	21.36	20.97	0.39	0.01
	1700	0.6811	0.6811	0.6811	0.6812	0.6812	0.6813	0.6812	20.84	20.67	0.17	0.01
	1900	0.6867	0.6867	0.6867	0.6868	0.6868	0.6868	0.6868	20.57	20.46	0.11	0.01
50% 漫反射比标准板	900	0.2488	0.2487	0.2484	0.2487	0.2486	0.2487	0.2486	56.41	51.72	4.69	0.06
	1100	0.2592	0.2592	0.2590	0.2592	0.2591	0.2590	0.2591	55.06	51.39	3.67	0.03
	1400	0.2720	0.2720	0.2718	0.2719	0.2719	0.2719	0.2719	53.47	50.59	2.88	0.02
	1700	0.2879	0.2878	0.2878	0.2878	0.2878	0.2878	0.2878	51.55	49.21	2.34	0.01
	1900	0.2940	0.2939	0.2940	0.2939	0.2939	0.2939	0.2939	50.83	48.74	2.09	0.02

(4) 谷物蛋白测量示值误差和测量重复性

采用谷物蛋白标准物质进行蛋白质测量示值误差和测量重复性的验证，结果如表 15 所示。

表 15 Bruker TANGO 谷物蛋白测量示值误差和测量重复性校准结果

标准物质 名称	测量值 %	测量平均 值 %	标准值 %	测量示值误 差 %	测量重复 性 %	扩展不确定度 % ($k=2$)
GBW(E) 100126 全麦粉 粗蛋白 标准物 质	16.64	16.61	15.8	0.8	0.3	0.4
	16.65					
	16.62					
	16.69					
	16.55					
	16.53					

七、 实验结论

通过对 FOSS、Bruker 公司的 5 台近红外谷物分析仪进行验证，证明制定的《近红外谷物蛋白分析仪校准规范》能够很好的评价和反映出近红外原理谷物分析仪的误差大小，并提供出修正值，从而实现量值传递，保证近红外谷物蛋白分析仪检测结果的准确可比。