

DB34

安徽省地方标准

DB 34/T 3561—2019

酿酒原料常规指标的测定方法 近红外法

The method for determining conventional indicators of brewing raw materials
Near-infrared spectroscopy

地方标准信息服务平台

2019 - 12 - 25 发布

2020 - 01 - 25 实施

安徽省市场监督管理局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由安徽省白酒标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：安徽古井贡酒股份有限公司、安徽双轮酒业有限责任公司、安徽文王酿酒股份有限公司、安徽宣酒集团股份有限公司、安徽金种子酒业股份有限公司、安徽瑞思威尔科技有限公司、安徽润安信科检测科技有限公司。

本标准起草人：沈小梅、胡心行、姜利、王化斌、崔磊、张温清、吴宏萍、刘国英、刘周、何宏魁、王录、马雷、郭志忠、孙伟、杨恩贺、聂加燕。

地方标准信息服务平台

酿酒原料常规指标的测定方法 近红外法

1 范围

本标准规定了酿酒原料中常规理化指标快速测定的原理、仪器和设备、分析步骤、样品的测定、结果处理和表述、精密度及准确度。

本标准适用于浓香型白酒五种酿酒原料(高粱、大米、糯米、小麦、玉米)常规理化指标(水分、淀粉)的分析。

本标准不适用于仲裁检验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.9 食品安全国家标准 食品中淀粉的测定

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

破碎度

样品在一定规格的筛子(筛绢规格: CQ16)上筛理,不同颗粒的样品彼此分离。根据筛上物残留量计算出原料的破碎度。

4 原理

取具有代表性的五种酿酒原料,按照标准中规定的方法得到其水分和淀粉含量。

使用近红外光谱仪,采用漫反射模式分别采集五种酿酒原料的光谱图,将光谱图与化学测定值一一对应,通过偏最小二乘法等化学计量学手段对近红外光谱进行处理,建立酿酒原料的特征光谱与待测成分含量之间的定标模型,从而实现利用近红外分析方法同时对不同种类的浓香型酿酒原料水分和淀粉的快速测定。

5 仪器和设备

5.1 近红外光谱仪:配漫反射采样模块。

5.2 样品杯:石英或玻璃材质。

5.3 样品粉碎设备：样品粉碎机。

6 分析步骤

6.1 仪器准备

按照近红外光谱仪仪器说明书要求进行仪器预热和自检测试。

6.2 样品准备

粉碎后样品的粒度分布和均匀性应符合近红外分析仪建立定标模型时的要求，且破碎度应在22%~27%之间，符合浓香型白酒酿酒生产要求，样品充分混合均匀，待用。定标集样品、验证集样品和待测样品采用同样的制备过程。

6.3 定标模型的建立

6.3.1 定标模型样品的选择

定标模型样品要具有代表性，应覆盖样品产地、品种、含量范围，且呈均匀分布，并按照6.2准备样品。

6.3.2 光谱数据的收集

将准备好的样品装入样品杯 1/2~3/5 处，用压样器轻压，在波数 3800~12000 cm^{-1} 范围内扫描64次获得样品光谱，重复测定 2 次，处理后得到平均光谱。选择代表性样品组成定标集样品，定标集样品数量应不少于 200 个。

6.3.3 定标样品的测定

光谱采集后，按照 GB 5009.3 中规定的第一法直接干燥法和 GB 5009.9 中规定的第二法酸水解法对酿酒原料的水分、淀粉含量进行测定。

6.3.4 定标模型的建立

利用建模软件，将近红外波段光谱信息和理化指标测定值一一对应，利用化学计量学软件，采用偏最小二乘法建立酿酒原料中水分、淀粉的定标模型。

6.4 定标模型的验证及评价

6.4.1 定标模型验证按附录 A 的规定执行。

6.4.2 使用定标集样品之外的代表性酿酒原料作为验证集样品，验证定标模型的准确性和重复性，样品数量为定标集样品数量的 20%~25%。

6.4.3 按照 GB 5009.3 中规定的第一法直接干燥法和 GB 5009.9 中规定的第二法酸水解法中规定的方法测定验证集样品中各理化指标的测定值。

6.4.4 采集获得验证集样品的近红外波段光谱信息，利用 6.3.4 建立的酿酒原料中水分和淀粉定标模型获得所述验证集样品的理化指标测定值。

6.4.5 比较验证集样品的理化指标的测定值和近红外测定值，若偏差在设定范围内，则所建定标模型为可用；若偏差超过设定范围，则按 6.3 调整模型后重复上述步骤，直到所建定标模型满足精密度和准确度要求。

7 样品的测定

将按 6.2 处理后的待测样品进行近红外光谱扫描, 获得其近红外波段光谱信息, 利用 6.3.4 建立的定标模型得到该待测样品中水分、淀粉指标测定值。

8 结果处理和表述

- 8.1 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含量范围内。
- 8.2 测定结果保留小数点后一位。
- 8.3 异常结果的样品的确认和处理按附录 B 的要求执行。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立预测结果的相对偏差, 不得超过算术平均值的 10%。

10 准确度

水分含量扣除系统偏差后近红外的测定值与标准值之间的相对偏差应不大于 10.0%; 淀粉含量扣除系统偏差后近红外的测定值与标准值之间的相对偏差应不大于 5.0%。

地方标准信息服务平台

附 录 A
(规范性附录)
定标模型验证

A.1 基本要求

A.1.1 下列情况之一，需对已有的定标模型进行验证：

- 定标模型首次使用，或定标模型更新后或更换仪器时；
- 样品来源发生重大改变时；
- 仪器维修或更换光源等配件后；
- 每年至少进行 2 次验证；
- 其它需要验证时。

A.1.2 对不同型号的近红外分析仪，应使用具有样品制备方法和同样变异度的验证样品集验证定标模型。

A.1.3 验证样品应覆盖样品的种类、产地、品种、含量范围等，并在一定时间段内，按 6.3.2 采集大量样品，从中挑选组分含量在定标含量范围内，尽量覆盖该范围，且呈较均匀分布。

A.1.4 样品组分的标准值，由符合 GB/T 27025 要求的实验室，按照规定的标准方法进行测定并统计确定。样品组分含量分析应与近红外测定同期进行。

A.1.5 使用验证样品获得的定标模型验证结果，只适用于验证样品所涉及的范围。

A.2 验证的内容及评价

A.2.1 精密度验证

采用验证样品进行精密度验证，选择组分含量高、中、低的不同验证样品，分别重复测定 6 次，精密度符合要求，不符合，查明原因，重新验证，直至符合要求。

A.2.2 准确度验证

采用验证样品集进行定标模型验证，验证的结果应符合准确度的要求，不符合，查明原因，重新验证，直至符合要求。

附 录 B
(规范性附录)
异常结果处理

B.1 异常样品的确认

B.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、淀粉的含量超过了该仪器的定标模型范围；
- 该样品的品种与参与该仪器定标模型样品集的品种有很大差异；
- 采用了错误的定标模型；
- 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。

B.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，如结果仍异常，则确认为异常样品。

B.2 异常样品的处理

异常样品的水分含量应按 GB/T 5009.3 规定的方法进行测定、淀粉应按 GB/T 5009.9 规定的方法进行测定，并优化定标模型。

地方标准信息服务平台