

**中华人民共和国农业行业标准**

NY/T 2794—2015

---

**花生仁中氨基酸含量测定  
近红外法**

**Determination of amino acids content in peanut—Near-infrared method**

2015-05-21 发布

2015-08-01 实施

---

**中华人民共和国农业部 发布**

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部农产品加工局提出。

本标准由农业部农产品加工标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农产品加工研究所。

本标准主要起草人：王强、刘红芝、王丽、于宏威、刘丽、石爱民、胡晖。

## 引 言

本标准根据花生仁中氨基酸分子 C—H、N—H、O—H 等化学键的倍频和合频吸收会产生近红外光谱,能反映花生仁丰富的结构和组成信息的原理制定。在化学值测定和近红外光谱扫描的基础上,通过偏最小二乘法等现代化学计量学的手段,建立近红外吸收光谱与待测成分含量间的线性或非线性关系模型,以此计算未知花生仁样品中氨基酸含量。

本标准是建立在常规方法基础上的花生仁中氨基酸含量的快速测定方法,对于仲裁检验,应以国家标准已规定的常规方法,即天冬氨酸、苏氨酸、丝氨酸、谷氨酸、甘氨酸、亮氨酸和精氨酸 7 种氨基酸按照《食品中氨基酸的测定》(GB/T 5009.124),胱氨酸按照《饲料中含硫氨基酸测定方法——离子交换色谱法》(GB/T 15399)。

# 花生仁中氨基酸含量测定

## 近红外法

### 1 范围

本标准规定了近红外分析方法测定花生仁中氨基酸含量(湿基)的术语和定义、仪器与软件、样品选择与准备、模型建立与未知样品测定、结果处理和表示、异常样品的确认和处理、定标模型的升级与监控、准确性和精密度及测试报告的要求。

本标准适用于花生仁中天冬氨酸、苏氨酸、丝氨酸、谷氨酸、甘氨酸、亮氨酸、精氨酸和胱氨酸 8 种氨基酸含量(湿基)的无损测定,本方法的最低检出量为 0.01%。

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/T 1532 花生

GB/T 5009.124 食品中氨基酸的测定

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 15399 饲料中含硫氨基酸测定方法——离子交换色谱法

GB/T 24895 近红外分析定标模型验证和网络管理与维护通则

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**基频 fundamental frequency**

从基态跃迁到第一能级跃迁产生的近红外吸收频率。

#### 3.2

**倍频 frequency multiplication**

基频以外的其他振动能级跃迁产生的近红外吸收频率。

#### 3.3

**合频 combined frequency**

一个光子同时激发两种或多种跃迁所产生的泛频,包括二元组合频,三元组合频以及其他类型组合频。

#### 3.4

**外部验证 external validation**

样品集分为定标样品集和验证样品集,利用验证样品集验证定标模型的方法。

#### 3.5

**相关系数 correlation coefficient**

近红外光谱法测定值与参考值之间的相关性,通常定标样品相关系数以  $R_c$  表示,验证样品相关系

数以  $R_V$  表示。

### 3.6

#### 剩余预测偏差 residual predictive deviation

通过线性回归法计算纵坐标预测值所产生的标准误差,定标模型剩余预测偏差以  $RPD_C$  表示,验证模型剩余预测偏差以  $RPD_V$  表示。

### 3.7

#### 马氏距离 mahalanobis distance

用于鉴定未知样品浓度是否超过了定标样本的浓度范围,其计算公式是:

$$MD_i = [(t_i - \bar{t}) \cdot (T_{cen}^T T_{cen})^{-1} \cdot (t_i - \bar{t})^T]$$

式中:

$t_i$  ——定标集第  $i$  样品光谱的得分;

$T$  ——定标集所有样品的得分矩阵;

$\bar{t}$  —— $T$  的平均得分向量;

$T_{cen}$  —— $T$  的均值中心化矩阵,即  $T_{cen} = T - \bar{t}$ 。

### 3.8

#### 准确性 accuracy

表明近红外测定值与参考值的接近程度,用测定值与参考值之间的标准差(SD)来表示。

## 4 仪器与软件

### 4.1 近红外光谱仪

近红外光谱仪符合 GB/T 24895 的要求。

### 4.2 样品杯

近红外光谱仪上的旋转样品杯。

### 4.3 软件

具有近红外光谱数据的收集、存储、加工等功能的软件。

## 5 模型建立与测定未知样品

### 5.1 样品选择与准备

#### 5.1.1 样品的选择

样品应覆盖产地、品种、含量、季节、种植条件、收获条件及应用范围等,并在一定时间段内,按一定程序采集大量花生仁,从中挑选的花生仁应符合 GB/T 1532 的要求。创建一个新的定标模型,花生样品数不得少于 100 个。

#### 5.1.2 建模样品准备

样品的取样和分样按照 GB 5491 的规定执行,整理样品,除去样品中杂质。将样品分为两组,密封,一组用于测定花生仁氨基酸参考值,另一组用于近红外光谱扫描。

### 5.2 花生仁氨基酸参考值的测定

以 GB/T 5009.124 和 GB/T 15399 的测定值作为参考值。

### 5.3 定标模型的建立

#### 5.3.1 近红外光谱扫描

近红外光谱扫描应与样品参考值测定同期进行。

##### 5.3.1.1 仪器预热和测试

每次扫描前应按照近红外光谱仪说明书的要求进行仪器预热和自我测试。

### 5.3.1.2 样品扫描

每个样品重复装样 3 遍,每遍都振动样品杯,每遍扫描 2 次光谱,取 6 次扫描的平均光谱值用于定标和验证。

### 5.3.2 定标模型的建立与验证

利用软件建立定标模型,并采用外部验证对定标模型进行验证。定标模型的参数要求,应满足表 1 的要求。

表 1 花生仁中氨基酸模型参数要求

氨基酸	$R_c^2$	$R_v^2$	RPD <sub>c</sub>	RPD <sub>v</sub>
天冬氨酸	0.88	0.84	1.56	2.52
苏氨酸	0.83	0.82	2.25	3.00
丝氨酸	0.86	0.82	1.41	2.40
谷氨酸	0.87	0.85	1.47	2.57
甘氨酸	0.88	0.82	1.44	2.36
亮氨酸	0.88	0.81	0.88	3.00
精氨酸	0.89	0.86	1.69	2.88
胱氨酸	0.96	0.99	3.50	7.50

注: $R_c^2$ 、 $R_v^2$ 、RPD<sub>c</sub>和 RPD<sub>v</sub>为相应指标的最低限。

### 5.3.3 对未知样品的测定

未知样品应符合 GB/T 1532 的要求。近红外光谱扫描按照 5.3.1 的要求执行。然后将未知样品近红外光谱与定标样品光谱进行比较,当未知样品 MD 值在定标样品集 MD 范围内,则仪器将直接给出样品的氨基酸值;当待测样品 MD 值不在定标样品集 MD 范围内,则说明样品已超出了定标模型的分析能力,该样品被定为疑似异常样品。

## 6 结果处理和表示

6.1 测定结果应在近红外光谱仪使用的定标模型所覆盖的氨基酸含量范围内。

6.2 3 次测定结果的标准差应符合本标准第 9 章的要求,取 3 次数据的平均值作为测定结果,测定结果保留小数点后两位。

6.3 对于仪器警报异常的测定结果,所得数据不应作为有效测定数据。异常样品的确认和处理按照本标准第 7 章的要求执行。

## 7 异常样品的确认和处理

### 7.1 异常样品的确认

应对造成测定结果异常的原因进行分析和排查,并再次进行近红外测定予以确认。造成测定结果异常的原因,可能包括以下几个方面:

- 样品中含有过多杂质;
- 该样品的氨基酸含量参考值超过了定标模型的范围;
- 光谱扫描过程中样品发生了位移;
- 定标模型采用不当。

如仍出现报警,则确认为异常样品。

### 7.2 异常样品的处理

发现异常样品后,应按 GB/T 5009.124 和 GB/T 15399 规定的方法对该样品的氨基酸含量进行测定分析,并封存样品。

## 8 定标模型的升级与监控

### 8.1 定标模型的升级

扫描未知样品的近红外光谱,将未知样品的光谱加入到定标样品的光谱中,利用参考方法测定的氨基酸含量,用原有的定标方法进行计算,即获得升级的定标模型。

### 8.2 定标模型的监控

用监控样品(监控样品的制备见附录 A)进行定期检测,每周 2 次~3 次,同一监控样品的测试结果,应满足 9.2.1 的要求。如检验出现结果不一致时,应重新多次采集光谱,进行预测分析,以确保光谱采集的正确。若仍存在显著性差异,则需要对光谱仪的硬件进行全面的测试检验。

## 9 准确性和精密度

### 9.1 准确性

未知样品氨基酸含量近红外测定值与参考值之间的标准差(SD)的具体要求见表 2。

表 2 花生仁中氨基酸近红外分析要求

氨基酸	SD	$S_r$	$S_R$
天冬氨酸	0.04	0.04	0.05
苏氨酸	0.04	0.03	0.04
丝氨酸	0.04	0.05	0.06
谷氨酸	0.04	0.03	0.04
甘氨酸	0.04	0.03	0.04
亮氨酸	0.04	0.05	0.06
精氨酸	0.04	0.04	0.05
胱氨酸	0.02	0.04	0.05

注:表中数值为相应指标的最高限。

### 9.2 精密度

#### 9.2.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同仪器设备,按相同测试方法,通过重新分样和重新装样,对同一花生仁样品相互独立进行测试,获得的 3 次花生仁中氨基酸含量的测定结果的标准差  $S_r$  的具体要求见表 2。

#### 9.2.2 再现性

在不同实验室,由不同操作人员使用同一型号不同设备,按相同的测试方法,对相同的花生仁样品进行 3 次独立测试,获得 3 次花生仁中氨基酸含量的测定结果的标准差  $S_R$  的具体要求见表 2。

## 10 测试报告

测试报告应包括(但不限于):

- 仪器型号与序列号;
- 检测光程;
- 定标模型的名称及编号;
- 定标模型的适用含量范围;
- 监控样品监控信息;
- 未知样品名称及编号;
- 未知样品的采样方法;
- 未知样品粒度;

- i) 未知样品测定结果；
- j) 出现异常样品时,应提供异常样品类型及处理的有关信息；
- k) 测试单位、测试人及测试时间；
- l) 本标准未规定的,或认为是非强制性的,以及可能影响测定结果的全部细节。



**附 录 A**  
**(规范性附录)**  
**监控样品的制备**

**A.1 仪器**

近红外光谱仪:符合本标准 4.1 的要求。

**A.2 监控样品的制备**

A.2.1 取样:按照 GB/T 1532 选择品种单一的花生仁,按 GB 5491 规定的方法采样。

A.2.2 样品的预处理:清除样品中的杂质及破碎粒,分样至每份样品 100 g。

A.2.3 样品的测定:利用近红外光谱仪(A.1)测定样品的氨基酸含量(湿基)。

A.2.4 监控样品应至少制备 2 份,其中一份留作备用。

**A.3 监控样品的保存**

样品应密封,保存于通风,干燥,阴凉的环境中,保存期不宜超过一年。

**A.4 监控样品的使用期限**

每个监控样品在使用 100 次之后,或者出现生虫、被污染等,应重新制备。

---