

ICS 67.050  
X 04  
备案号: 35739-2013

# DB22

## 吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1605—2012

### 人参中灰分、水分、水不溶性固形物、水饱和 和丁醇提取物的无损快速测定 近红外光 谱法

Rapid and nondestructive detection of ash content, moisture, water-insoluble solids,  
water-saturated butanol extract in the Ginseng —Near infrared spectroscopy

2012 - 12 - 01 发布

2013 - 01 - 01 实施

吉林省质量技术监督局 发布

本标准仅供内部使用 不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009和GB/T 20001.4-2001的规定起草。

本标准由吉林省工业和信息化厅提出并归口。

本标准起草单位：吉林省现代检测技术工程研究中心。

本标准起草人：于治、张勇、李媛媛、王伟、王旭、宋薇、赵冰、周丽、丛姗姗。

本标准仅供内部使用

不得翻印

不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印

# 人参中灰分、水分、水不溶性固形物、水饱和丁醇提取物的无损快速测定 近红外光谱法

## 1 范围

本标准规定了人参中灰分、水分、水不溶性固形物、水饱和丁醇提取物的近红外光谱测定方法。  
本标准适用于生晒参及其片、粉、茶等中灰分、水分、水不溶性固形物、水饱和丁醇提取物含量的无损快速测定。  
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/T 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB/T 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB/T 19506 地理标志产品 吉林长白山人参

## 3 术语和定义

GB/T 19506 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**定标模型** calibration model

利用化学计量学方法建立的样品近红外光谱与对应化学标准值之间关系的数学模型。

### 3.2

**样品集** sample set

具有代表性的、基本覆盖相关组分含量范围的样品集合。

### 3.3

**验证样品** check samples

用于验证近红外光谱仪测定结果的准确性和重复性的样品集。

### 3.4

**监控样品** monitor samples

用于监测近红外光谱仪日常工作稳定性的同品种均匀样品。

### 3.5

异常样品 abnormal samples

出现离群值的样品。

## 4 原理

近红外光谱包含有机物分子含氢基团振动的合频和各级倍频的特征吸收，如 C-H、O-H、C-O 等。利用化学计量学方法可以建立被测物质中主要成分与近红外光谱之间的相关关系，用于定性、定量分析。

## 5 仪器

5.1 近红外光谱仪：扫描范围 800 nm~2500 nm (12500 cm<sup>-1</sup>~4000 cm<sup>-1</sup>)；仪器波长准确度优于 0.2 nm，波长重现性优于 0.02 nm；近红外光谱仪附带软件具有近红外数据的采集、处理功能。

5.2 样品粉碎设备(适用于测定粉状样品)：用于人参粉末样品的制备，粉碎后样品的粒度分布和均匀性应符合近红外光谱仪建立定标模型时的要求。使用时应采用和定标模型建立与验证时同样的制备过程。

## 6 监控样品的制备

见附录C。

## 7 分析步骤

### 7.1 近红外光谱仪校准

测定前应对仪器进行校准。同一监控样品的灰分、水分、水不溶性固形物和水饱和丁醇提取物含量测定结果，与按GB/T 5009.3、GB/T 5009.4规定的方法及附录A、B规定的测定的结果比较，绝对差应不大于0.2%。

### 7.2 测定

#### 7.2.1 近红外光谱参数设定

参数设定如下：

- a) 分辨率：8 cm<sup>-1</sup>；
- b) 扫描信号次数：32 次；
- c) 扫描范围：4000 cm<sup>-1</sup>~12500 cm<sup>-1</sup>。

#### 7.2.2 测定

按照近红外光谱仪(5)说明书的要求对仪器进行自检；取代表性人参样品用近红外光谱仪进行测定，记录测定数据。对于生晒参样品的每个部位(主根、侧根、须根、根茎)应测定各两次后平均，生晒参片、粉、茶等测定三次平均。

## 8 结果处理与表示

8.1 两次测定结果的绝对差应符合 9.2 的要求，取两次数据的平均值为测定结果，测定结果保留小数点后两位。

8.2 测定结果应在定标模型所覆盖的灰分、水分、水不溶性固形物、水饱和丁醇提取物含量范围内。

8.3 如果两个测试结果的绝对差值不符合 9.2 的要求，则必须再进行 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 ( $X_{\max}-X_{\min}$ ) 等于或小于允许差的 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。

8.4 对于仪器报警的异常测定结果，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第 8 章的要求执行。

## 9 异常样品的确认和处理

### 9.1 异常样品的确认

9.1.1 形成异常测定结果的原因，可能来自以下几个方面：

- 该样品灰分、水分、水不溶性固形物、水饱和丁醇提取物含量超过了该仪器定标模型的范围；
- 该样品品种与参与该仪器定标样品集的品种有很大差异；
- 采用了错误的定标模型；
- 样品中杂质过多；
- 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范围。

9.1.2 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，如仍出现报警，则确认为异常样品。

### 9.2 异常样品的处理

9.2.1 人参灰分的含量应按 GB/T 5009.4 规定的方法进行测定。

9.2.2 人参水分含量应按 GB/T 5009.3 规定的方法进行测定。

9.2.3 人参水不溶性固形物含量应按附录 A 规定的方法进行测定。

9.2.4 人参水饱和丁醇提取物含量应按附录 B 规定的方法进行测定。

## 10 准确性和精密度

### 10.1 准确性

10.1.1 验证样品集灰分含量扣除系统偏差后的近红外测定值与其按 GB/T 5009.4 规定的方法进行测定的结果之间的标准差 (SEP) 应不大于 0.2%。

10.1.2 验证样品集水分含量扣除系统偏差后的近红外测定值与其按 GB/T 5009.3 规定的方法进行测定的结果之间的标准差 (SEP) 应不大于 0.4%。

10.1.3 验证样品水不溶性固形物含量扣除系统偏差后的近红外测定值与其按附录 A 规定的方法进行测定的结果之间的标准差 (SEP) 应不大于 2%。

10.1.4 验证样品水饱和丁醇提取物含量扣除系统偏差后的近红外测定值与其按附录 B 规定的方法进行测定的结果之间的标准差 (SEP) 应不大于 0.2%。

### 10.2 重复性

在重复性条件下获得的灰分、水分、水不溶性固形物、水饱和丁醇提取物两次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

### 10.3 再现性

在不同实验室，由不同操作人员，不同的设备，按相同测试方法，对同一被测样品进行两次测定，获得的灰分、水分、水不溶性固形物、水饱和丁醇提取物两次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 7%。

## 11 测试报告记录

测试报告应记录的内容参见附录D。

附 录 A  
(规范性附录)  
水不溶性固形物含量的测定

A.1 水不溶性固形物的制备

精确称出1 g样品并将其放入25 mL 恒量离心管，加入15 mL 蒸馏水并使其溶解。3000 rpmX15 min，去掉上清液。然后按同样的方式离心两次。将离心管及其残留物于105 °C下干燥至恒量。以百分数报告结果。

A.2 结果计算

$$M = \frac{W_1 - W_0}{S} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$M$ ——水不溶性固形物含量（%）；

$W_1$ ——离心管和残留物干燥后重量（g）；

$W_0$ ——离心管重量（g）；

$S$ —— 样品重量（g）。

## 附录 B

(规范性附录)

## 水饱和丁醇提取物含量的测定

## B.1 水饱和丁醇提取物的制备

在分液漏斗中将丁醇与水按70:30 的比例混合，剧烈摇动。静置使其分离为上下两层。弃掉下层溶液（水层）。

## B.2 分析方法

将用80目以上的筛网筛过的样品准确称出5 g，将其置入一个250 mL锥形烧瓶，加入50 mL 水饱和丁醇，在80 °C水浴下回流加热1 h。然后将丁醇轻轻倒入另一个250 mL 锥形烧瓶中。重复以上操作两次。将溶液和过滤物混合收集于一个250 mL 分液漏斗中。加入50 mL 蒸馏水。猛烈摇动并静置使其完全分为两层。用气化烧瓶收集丁醇层（上层），将其真空汽化至干燥。加入50 mL乙醚，在46 °C水浴中回流加热约30 min，倾倒出乙醚。将烧瓶及其内容物于105 °C条件下干燥至恒量。报告烧瓶增重即为“丁醇人参提取物”的含量。

## B.3 结果计算

$$M = \frac{A - B}{S} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

$M$ ——丁醇提取物含量；

$A$ ——提取物浓缩和干燥后的烧瓶重量（mg）；

$B$ ——烧瓶重量（mg）；

$S$ ——样品重量（g）。

附 录 C  
(规范性附录)  
监控样品的制备

C.1 监控样品的制备

C.1.1 取样：选择与待测样品比较接近的人参样品，按GB/T 5009.4规定的方法测定人参灰分含量，按GB/T 5009.3规定的方法测定人参水分含量，按附录A和B规定的方法测定人参水不溶性固形物和水饱和丁醇提取物含量。

C.1.2 分样：取生晒参（无环境变化的干扰）粉碎，将人参样品混合均匀。取代表性样品0.5 kg作为试样，用粉碎机粉碎并过80目筛。混匀密封，并做标记，作为验证试验的样品。

C.1.3 样品的预处理：清除样品中的杂质。

C.1.4 C.1.1 和C.1.2 两种方法测定结果应满足10.1 的测定结果。监控样品应至少制备两份，其中一份留作备用。

C.2 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。当样品出现变质、虫蛀、发霉或被污染等，应重新制备。保存期限一般为三个月。

附录 D  
(资料性附录)  
测试报告

测试报告记录的信息应包括(但不限于):

- a) 定标模型名称及编号;
- b) 定标模型的适用浓度范围;
- c) 定标模型允许温度范围;
- d) 定标模型转移时间;
- e) 近红外光谱仪仪器型号与序列号;
- f) 监控样品日常监控信息;
- g) 试样的名称及编号;
- h) 试样采样方法;
- i) 试样制备方法;
- j) 试样测试时的温度;
- k) 试样测定结果;
- l) 采用的测定方法标准;
- m) 出现异常样品时, 应提供异常样品类型及处理的有关信息;
- n) 测试单位、测试人及测试时间;
- o) 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。