T/SAFC

上海市食品化妆品质量安全协会团体标准

T/SAFC 004—2025

半固体及固体乳制品中蛋白质、水分、脂肪、 pH 快速测定 近红外光谱法

Rapid determination of protein, moisture, fat, and pH in semi-solid and solid dairy products—Near-infrared spectroscopy

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2025 - XX - XX 发布

2025 - XX - XX 实施

上海市食品化妆品质量安全协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

声明：本文件的知识产权归属上海市食品化妆品质量安全管理协会，未经上海市食品化妆品质量安全管理协会同意，不得印刷、销售。

本文件由上海市食品化妆品质量安全管理协会提出并归口。

本文件起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX

半固体及固体乳制品中蛋白质、水分、脂肪、pH快速测定 近红外光谱法

1 范围

本文件描述了半固体及固体乳制品中蛋白质、水分、脂肪、pH值的近红外光谱检测方法的原理，通过试样制备、模型建立和验证，规范样品的检测及结果的保证。

本文件适用于半固体及固体乳制品中蛋白质、脂肪、pH值、水分（干物质）的快速测定。

本文件适用于干酪、再制干酪、干酪制品、乳清粉、乳粉、黄油。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定

GB 5009.237 食品安全国家标准 食品中pH值的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

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 近红外分析仪 near-infrared instrument

用于检测样品的定标模型的建立和评价、实施检测的近红外分析仪。

3.3 定标模型转移 calibration model transfer

同一设备制造商提供的、同一型号的近红外分析仪，依据使用需求和样品类型，在一台仪器上建立相应的定标模型，经评价合格后，可复制或转移到其他近红外分析仪使用，不必每台设备都进行定标模型建立和评价。

3.4 质控样品 monitor samples

用于监测近红外分析仪日常工作稳定性，与待测组分相同或接近的稳定、均一样品，经标准方法测定值的样品。

3.5 标准方法 standard method

测定样品组分含量标准值时所采用的国家或国际标准测试方法。

3.6 样品集 sample set

样品中水分（干物质）、蛋白质、脂肪、pH值的含量可以覆盖同类产品的适用范围，用于定标模型建立和评价的一组具有代表性的样品。

4 原理

利用半固体及固体乳制品中N-H、C-H、O-H、C=O等化学键在特定波长下泛频振动或转动对近红外光的吸收特性,获得近红外光谱,通过偏最小二乘法建立近红外光谱与样品中蛋白质含量、脂肪含量、水分含量等之间的相关关系,形成定量分析的定标模型,实现对半固体及固体乳制品中蛋白质、脂肪、水分(干物质)及pH值含量的快速测定。

5 仪器设备

5.1 近红外分析仪

- a) 近红外定标模型的建立和评价按附录 A 的规定执行。
- b) 近红外定标模型的转移和确认按附录 B 的规定执行。
- c) 近红外定标模型的管理维护按附录 C 的规定执行。

5.2 装样装置:直径为 3-15cm 的杯体,通过填充或旋转(压紧)杯盖达到紧实样品的目的。

5.3 研磨仪或组织捣碎机或其他合适的设备。

6 测定

6.1 仪器预热和校准

6.1.1 按照近红外分析仪(5.1)说明书的要求进行仪器预热和自检测试。

6.1.2 实验室定期使用质控样品对近红外分析仪进行检测结果校准:质控样品的仪器检测结果与质控样品定值绝对差值应不大于质控样品定值的 10%。质控样品的选择和贮存按附录 D 的规定执行。

6.2 样品制备

6.2.1 待测试样品的温度范围一般控制在 2-35℃,最好与模型定标时的温度范围一致。

6.2.2 组织状态均一的样品:取适量样品置于装样装置,使样品平铺于装样装置底部并压紧,确保光谱扫描面平整,无气泡、间隙、裂痕等影响光谱采集准确性的因素。

6.2.3 组织状态不均匀或颗粒的样品:使用研磨仪或组织捣碎机或其他合适的设备制备成均一的样品,如果样品不能被粉碎或磨碎,通过强烈的揉捏彻底混合,过程中应避免水分流失,再取适量样品置于装样装置,使样品平铺于装样装置底部并压紧,确保光谱扫描面平整,无气泡、间隙、裂痕等影响光谱采集准确性的因素。

6.3 测定

将制备的样品和/或装样装置置于近红外分析仪的扫描视窗上,点击软件扫描按钮,用近红外分析仪进行测定,测出水分(干物质)、蛋白质、脂肪、pH值的含量。定期需将检测结果导出进行备份,数据管理见附录C。

7 结果表述

同一样品应连续进行2次检测,两次测定结果的偏差应符合8精密度的要求,取两次数据的平均值为测定结果,仪器显示设置结果保留小数点后3位,结果报告时按照标准方法执行,具体见下表1。

表 1 检验结果表述

项目	标准号	保留位数
----	-----	------

项目	标准号	保留位数
蛋白质	GB 5009.5 第一法	含量 $\geq 1\text{g}/100\text{g}$ 时,结果保留三位有效数字 含量 $< 1\text{g}/100\text{g}$ 时,结果保留两位有效数字
水分	GB 5009.3 第一法	含量 $\geq 1\text{g}/100\text{g}$ 时,计算结果保留三位有效数字 含量 $< 1\text{g}/100\text{g}$ 时,计算结果保留两位有效数字
干物质	/	含量 $\geq 1\text{g}/100\text{g}$ 时,计算结果保留三位有效数字 含量 $< 1\text{g}/100\text{g}$ 时,计算结果保留两位有效数字
脂肪	GB 5009.6 第三法	结果保留 3 位有效数字
pH	GB 5009.237	结果精确至小数点后 2 位

8 精密度

在同一实验室内,由同一操作者使用相同的仪器设备,按相同测试方法,并在短的时间内,对同一被测样品进行连续测试,获得的多次蛋白质和水分含量测定结果的绝对差值应不大于重复测定结果算术平均值的5%,获得的多次脂肪含量测定结果的绝对差值应不大于 $0.3\text{g}/100\text{g}$,获得的多次pH含量测定结果的极差应不大于0.1的要求。

9 其他

测量结果出现以下任一情况,均可确认其为异常检测结果:

- 测量结果超出定标模型覆盖的水分(干物质)、蛋白质、脂肪、pH值含量范围;
- 两次测量结果的偏差不符合精密度的要求;
- 仪器或化学计量学软件出现报警情况下的测量结果。

附 录 A
(规范性)
近红外定标模型建立和评价规则

A.1 样品采集

将固体或半固体样品按照样品类型、配料表和营养成分表进行分类，每类样品分别采集样本。样品温度控制在2-35℃，冷冻样品回温到2-8℃，记录光谱采集时样品控制温度。

A.2 光谱采集

仪器自检通过后，通过试验确定合适的光谱采集参数，在半固体及固体乳制品表面采集光谱，使用近红外漫反射技术获取光谱信息，光源对样品进行扫描，每个样品采集12个位点光谱；将测定得到的吸光光度光谱，经过一阶微分处理，计算平均光谱作为最终测量光谱，否则记录为异常测量。

A.3 标准方法测定

选取近红外光谱采集处的半固体及固体乳制品，按照标准方法测定样品的水分含量、蛋白质含量、脂肪含量和pH值含量。

A.4 定标模型的建立

参与建立定标模型的半固体及固体乳制品样品应具有代表性，水分、蛋白质、脂肪、pH含量范围要涵盖待测样品特性。样品集应不少于50份，应选择合适的预处理方法对近红外光谱进行预处理，选择合适的波长或频率、变量数目及多元校正方法，结合对应样品的标准方法测定值，以标准方法测定值数据矩阵为自变量X和以建模光谱矩阵为因变量Y，利用偏最小二乘回归法形成建立定标模型。

A.5 定标模型的评价

选择10份及以上的样品评价定标模型，其代表性要求与样品集样品一致，应用A.4建立的模型进行检测，采用A.3所示的标准方法测定其水分、蛋白质、脂肪、pH值含量，使用决定系数指标评价定标模型，适用时选择定标标准差、预测标准差评价，相关评价指标的要求见附表2。

表 2 相关评价指标的要求

项目	决定系数	定标标准差	预测标准差
水分评价指标	≥0.8	≤0.5	≤0.5
蛋白质评价指标	≥0.8	≤0.5	≤0.5
脂肪评价指标	≥0.8	≤0.5	≤0.5
pH 值评价指标	≥0.8	≤0.5	≤0.5

决定系数按式 (1) 计算:

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \hat{c}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c}_i)^2} \dots\dots\dots (1)$$

定标标准差按式 (2) 计算:

$$SEC = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \hat{c}_i)^2}{n-R-1}} \dots\dots\dots (2)$$

预测标准差按式 (3) 计算:

$$SEP = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \hat{c}_i)^2}{n-1}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

R^2 —用于评估样本定标模型测定值与标准方法测定值之间的相关程度， R^2 越接近于1，则定标模型测定值与标准方法测定值之间的相关程度越好；

SEC—用于分析模型对样本成分含量的检测能力，SEC值越小，表明分析模型的检测能力越强；

SEP—用于评价分析模型对新样本的适用能力，SEP越小，表明模型的泛化能力越高；

c_i —第*i*个样本的使用标准方法测定值；

$\hat{c}_i$ —第*i*个样本使用定标模型测定值；

$\bar{c}_i$ —样本集中所有样本使用标准方法测定值的平均值；

n —样本数量；

R—偏最小二乘法的主成分数。

附录 B
(规范性)
近红外定标模型的转移和确认规则

B.1 基本要求**B.1.1 确认的功能要求**

B.1.1.1 具有分析半固体及固体乳制品的可靠定标模型。

B.1.1.2 满足检测半固体及固体乳制品的近红外分析仪。

B.1.2 下列情况之一，需对近红外分析仪定标模型进行确认：

- a)定标模型首次使用时，或定标模型更新后，或更换仪器时；
- b)样品来源发生重大改变时；
- c)仪器维修或更换光源等配件后；
- d)其他需要验证时。

B.1.3 确认样品的要求

B.1.3.1 确认样品应覆盖样品的成分、含量、工艺、储存条件等，验证样品的测定组分含量应在定标模型中该组分的定标含量范围内，尽量覆盖该范围，且呈较均匀的分布。

B.1.3.2 样品组分的标准值，由本实验室或通过认证认可的实验室应用规定的标准方法进行测定并统计确定。样品组分标准方法检测应与近红外测定同步进行。

B.1.3.3 确认测试时样品的温度范围应与定标模型规定的温度范围一致。

B.2 确认的内容及评价**B.2.1 转移截距确认**

采用验证样品集进行定标模型准确性验证，应用t检验法对比分析上述获得的检测数据。 $t \leq 2$ 时，无需调整截距； $t > 2$ 时，用标准方法检测数据的平均值与定标模型检测获得的数据平均值之差作为定标模型的截距修正值。

B.2.2 准确性确认

选择5份及以上的样品评价定标模型，其代表性要求与样品集样品一致，应用A.4建立的模型进行检测，采用A.3所示的标准方法测定其水分、蛋白质、脂肪、pH值含量，仪器检测结果与标准方法测定结果之绝对差值应不大于标准方法测定结果的10%。如果有不符合要求的，不能通过验证，应该查明原因，重新进行验证，直至符合要求。

B.2.3 重复性确认

选择B.2.2准确性确认中的1个验证样品，使用A.4建立的模型重复测定2次，各样品测定结果的重复性均应符合8精密度的要求。对不符合要求的，不能通过验证，应查明原因，重新进行验证，直至符合要求。

附 录 C
(规范性)
近红外定标模型管理维护规则

C.1 管理与维护

C.1.1 应统一管理使用本标准检测半固体及固体乳制品的近红外分析设备。

C.1.2 管理与维护的内容, 包括(但不限于):

- 定标模型建立、转移评价的样品及质控样品的采集、分析、保存及发送;
- 近红外定标模型验证及评价;
- 近红外定标模型转移及确认;
- 近红外设备的日常监控;
- 近红外设备维修记录;
- 软件升级记录等。

C.1.3 所有定标模型质控样品, 从制备后到测定前, 应密封保存在不会引起样品成分改变的环境中, 且应保证在运输或储存过程中不受损坏。

C.1.4 转移的定标模型在应用前进行定标模型转移效果评价, 不符合要求的, 应查明原因, 并重新进行转移效果评价, 直至符合要求。

C.2 数据库建档

- 管理者定期从每台近红外仪上导出检测数据和光谱数据, 统一备份;
- 管理者应将数据定期转移备份到外部存储装置。

C.3 仪器与定标模型建档

C.3.1 仪器建档内容, 包括(但不限于):

- 仪器制造商;
- 仪器名称及型号;
- 仪器序列号;
- 安装日期;
- 维修记录;
- 仪器使用记录;
- 软件升级记录;

C.3.2 定标模型和定标模型评价建档内容, 包括(但不限于):

- 定标模型的名称和编号;
- 定标模型的组分的浓度范围;
- 定标模型使用的温度允许范围;
- 验证样品类型;
- 验证样品个数;
- 验证样品采样及制备方法;
- 验证样品组分的浓度范围;
- 验证样品的测试温度范围;
- 测定化学值的标准方法;
- 定标模型验证的评价;
- 定标模型转移日期;
- 验证单位;

- 验证日期；
- 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。

C.4 仪器与定标模型转移建档

C.4.1 仪器建档内容，包括（但不限于）：

- 仪器制造商；
- 仪器名称及型号；
- 仪器序列号；
- 安装日期；
- 维修记录；
- 仪器使用记录；
- 软件升级记录。

C.4.2 定标模型和定标模型转移建档内容，包括（但不限于）：

- 定标模型的名称和编号；
- 定标模型的浓度范围；
- 定标模型使用的温度允许范围；
- 验证样品类型；
- 验证样品的浓度范围；
- 验证样品的测试温度范围；
- 验证单位及验证时间；
- 测定化学值的标准方法；
- 定标模型验证的评价；
- 定标模型转移日期；
- 定标模型转移的评价；
- 定标模型转移使用的单位；
- 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 D
(规范性)
质控样品的选择和贮存规则

D.1 质控样品的选择

质控样品的选择应符合如下要求：

- 质控样品的基体与测试样品的基体相同或尽可能相近；
- 质控样品的组织状态均匀，质量稳定；
- 采集保质期之内的、同一批次样品，如有时间标示的样品尽可能连续时间取样；
- 依据检测频次选择适宜的质控样品采集量，避免过量库存和质控样品缺失问题。

D.2 质控样品的测定

将采集的质控样品随机抽取 3 个质控样品，使用下列规定的标准方法测定样品组分的含量。取上述 3 个质控样品各组分含量的平均值作为各组分的定值。

- 测定水分含量，按 GB 5009.3 第一法的规定执行；
- 测定蛋白质含量，按 GB 5009.5 第一法的规定执行；
- 测定脂肪含量，按 GB 5009.6 第三法的规定执行；
- 测定 pH 含量，按 GB 5009.237 的规定执行。

D.3 质控样品的贮存

按用途、按产品要求贮存条件进行分隔储存，定期监测贮存条件并记录。样品储存区域需有明显标识，注明标准样类型、有效使用周期等信息，自定值日起有效期应不超过 1/2 保质期。

质控样品应有明显的标识，标识信息含如下内容：

- 样品名称；
 - 编号和/或批号；
 - 制备日期；
 - 预期的用途和特别的使用说明；
 - 指示值；
 - 贮存说明；
 - 有效期信息。
-