

ICS 67.050
X 04
备案号: 37470-2013

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1812—2013

人参中人参多糖的无损快速测定 近红外 光谱法

Rapid and nondestructive detection of polysaccharides in the Ginseng——

Near infrared spectroscopy

2013-04-08 发布

2013-07-01 实施

吉林省质量技术监督局 发布

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、王旭、宋薇、赵冰、周丽、丛姗姗、付长凯。

人参中人参多糖的无损快速测定 近红外光谱法

1 范围

本标准规定了人参中人参多糖含量的近红外光谱测定方法。

本标准适用于鲜人参及生晒参类中多糖含量的快速测定，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 19506 地理标志产品 吉林长白山人参

DB22/T 1685 人参中人参多糖的测定 分光光度法

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

监控样品 monitor samples

用于监测近红外光谱仪日常工作稳性的同品种均匀样品。

3.4

异常样品 abnormal samples

出现离群值的样品。

4 原理

利用人参中C-H、N-H、O-H、C-O等化学键振的倍频或合频的特征吸收，用化学计量学方法建立人参近红外光谱与其人参多糖含量之间的相关关系，计算人参样品中人参多糖含量。

5 仪器

近红外光谱仪：扫描范围 800 nm~2500 nm（12500 cm^{-1} ~4000 cm^{-1} ）；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。

6 分析步骤

6.1 近红外光谱仪（校准）

测定前应对仪器进行校准。按照近红外光谱仪（5）的要求对仪器进行自检测试，测定结果与按照DB22/T 1685规定测出的最初结果比较，绝对差应不大于0.2%。

6.2 测定

6.2.1 近红外光谱仪参考条件

参数的设定：

- a) 分辨率：8 cm^{-1} ；
- b) 扫描信号次数：32 次；
- c) 扫描范围：12500 cm^{-1} ~4000 cm^{-1} 。

6.2.2 人参样品的测定

6.2.2.1 监控样品的测定和仪器校正

按照近红外光谱仪（5）说明书的要求，取人参监控样品用近红外光谱仪进行测定，记录测定数据，根据监控样品的多糖含量校准仪器。监控样品的制备按附录A的规定执行。

6.2.2.2 人参样品的测定

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。对于人参样品的每个部位（主根、侧根、须根、根茎）应测定各两次后平均。

7 结果处理与表示

7.1 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，测定结果保留三位有效数字。

7.2 测定结果应在定标模型所覆盖的多糖含量范围内。

7.3 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。

7.4 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。

8 异常样品的确认

8.1 发生以下情形之一，视为异常样品：

- a) 该样品多糖含量超过了该仪器定标模型的范围；
- b) 该样品品种与参与该仪器定标样品集的品种有很大差异；
- c) 采用了错误的定标模型；
- d) 样品中杂质过多；

- e) 光谱扫描过程中样品发生了位移;
- f) 样品温度超出定标模型规定的温度范围。

8.2 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 准确性和精密度

9.1 准确性

监控样品集人参多糖含量扣除系统偏差后的近红外测定值与其标准值之间的标准差(SEP)应不大于0.20%。

9.2 重复性

在同一实验室, 由同一操作者使用相同的仪器设备, 按相同测试方法, 在短的时间内通过重新分样和重新装样, 对同一被测样品相互独立进行测定, 获得的两次测定结果的绝对差应不大于0.2%。

9.3 再现性

在不同实验室, 由不同操作人员, 不同的设备, 用同一方法, 对同一样品, 获得的多糖含量两次测定结果的绝对差应不大于0.3%。

10 测试报告记录

测试报告应记录的内容见附录 B。

附 录 A
(规范性附录)
监控样品的制备

A.1 仪器

A.1.1 近红外光谱仪：符合本标准5的要求。

A.1.2 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。

A.2 监控样品的制备

A.2.1 取样：选择与待测样品比较接近的人参样品，按DB22/T 1685的方法测定人参多糖的含量。

A.2.2 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。

A.2.3 样品的测定：利用近红外光谱仪(B.1)测定样品的人参多糖含量

A.2.4 B2.1 B2.3 两种方法测定结果应满足9.1 的测定结果。监控样品应至少制备两份，其中一份留作备用。

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。当样品出现变质，虫蛀，发霉，被污染等，应重新制备。

附 录 B
(规范性附录)
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。
-