

T/CSTC

中国热带作物学会团体标准

T/CSTC 0021—2024

原料蔗品质快速检测技术规范

Technical specification for rapid detection of sugarcane quality

2024 - 11 - 22 发布

2024 - 12 - 22 实施

中国热带作物学会 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。

本文件由中国热带作物学会提出并归口。

本文件起草单位：广西大学、农业农村部全国农业技术推广服务中心、广西糖业集团有限公司、中粮崇左糖业有限公司、来宾市农业科学院。

本文件主要起草人：黄江锋、张木清、王茂瑶、姚伟、陈保善、颜宁、沈银娟、蒋洪涛、陈常兵、史梦雅、胡琴、肖胜华、余凡、暴怡雪、蒋柱辉、唐文忠、陈家福、蒋福红、胡倩。

原料蔗品质快速检测技术规范

1 范围

本文件规定了原料蔗品质指标快速检测的仪器设备、检测流程、定标建模和样品检测的要求。
本文件适用于原料蔗品质快速检测。

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/T 10498 糖料甘蔗

GB/T 9289 制糖工业术语

GB/T 2677.2 造纸原料水分的测定

NY/T 1841 苹果中可溶性固形物、可滴定酸无损伤快速测定 近红外光谱法

3 术语和定义

GB/T 10498、GB/T 9289 和 NY/T 1841 界定的术语和定义适用于本文件。

4 仪器设备

4.1 甘蔗粉碎设备

配备高速旋转刀片的粉碎机，转速 $\geq 2\,500\text{ r/min}$ ；配套软件自动控制的传送装备，可将粉碎的甘蔗自动混匀并同步传送到光谱采集系统。推荐使用DM540甘蔗粉碎机（IRBI Machines and Equipment Ltd, Brazil）耦合CPS（Bruker Optik GmbH, Germany）传送系统处理原料蔗。

4.2 近红外光谱采集系统

配备高精度近红外光谱仪，分辨率 $\leq 2\text{ cm}^{-1}$ ，波数准确度 $\leq 0.1\text{ cm}^{-1}$ ，透光率精度 $\leq 0.1\%T$ ；配套光学补偿功能的干涉仪、近红外专用的低羟基石英分束器及 24 位模拟数字转换器；配套发射型非接触式双光源测量探头，测量区域的光斑直径 $\geq 10\text{ mm}$ ，防护等级应不低于：NEMA4，IP66；配套近红外专用定量分析软件。推荐使用MATRIX-F近红外光谱仪（Bruker Optik GmbH, Germany）配备 Q419 探头，配备 7.8 或以上版本的 OPUS 软件包。

4.3 高效阴离子色谱系统

配备耐高压四元梯度泵的高效阴离子色谱仪：耐压 ≥ 5000 psi，流速误差 $< 0.1\%$ ，四元梯度准确度 $\leq 0.5\%$ ，温度控制误差 $< 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；配备脉冲安培检测器，池体积 $< 0.2\text{ }\mu\text{L}$ ，直流安培噪音 $< 5\text{ pA}$ ，积分安培 $< 30\text{ pC}$ ；配备适配脉冲安培检测器的糖类化合物分析专用阴离子交换色谱柱，温度耐受范围： $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 至 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；pH耐受范围： $0\sim 14$ ；配套离子色谱定量分析软件。推荐使用 ICS 6000+ 离子色谱仪（Dionex/Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA）配备脉冲安培检测器、Carbopac PA1 色谱柱（分析柱： $250\text{ mm}\times 4\text{ mm}$ ， $10\text{ }\mu\text{m}$ ；保护柱： $50\text{ mm}\times 4\text{ mm}$ ， $10\text{ }\mu\text{m}$ ）。

5 检测流程

近红外光谱法快速检测原料蔗品质分为两种情形：

- 在无定标模型的情况下，按图 1 规定先建立定标模型，后检测样品；
- 在有定标模型的情况下，按图 1 规定的检测流程检测样品。

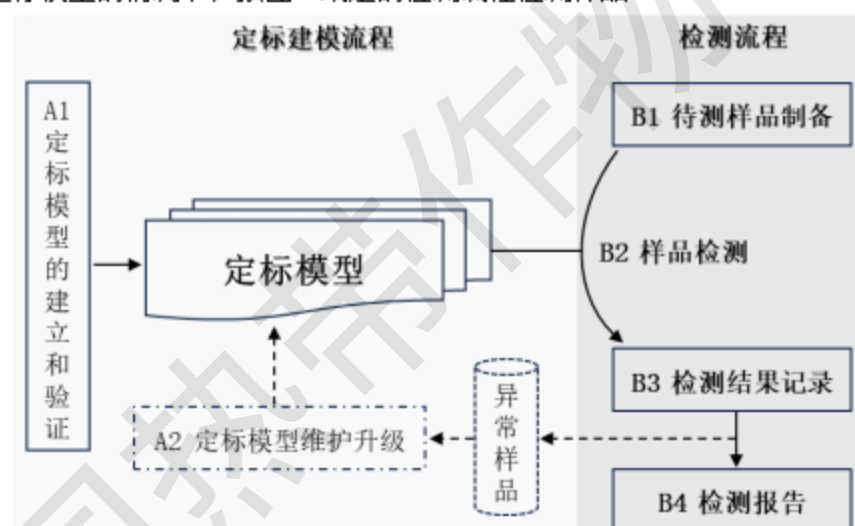


图 1 原料蔗品质快速检测流程图

6 定标建模

按照附录 B 规定的方法，建立原料蔗品质快速分析近红外模型。模型各指标要求如下：

- 残差均方根（ $RMSEC$ ）和内部交叉验证残差均方根（ $RMSECV$ ），不应高于附录 C.1 的规定；
- 模型决定系数（ R^2 ）、内部交叉验证决定系数（ R^2_{cv} ）和性能偏差比（ RPD ）不应低于附录 C.1 的规定。

7 样品检测

7.1 样品制备

样品应采集具有代表性的甘蔗 6 根，总质量 $\geq 3\text{ kg}$ 。

7.2 设备自检与校正

采集光谱前先对仪器自检，并用设备内置的标准品对仪器校正。每间隔 1 h 利用内置标准品校正设备。

7.3 光谱采集

待测原料蔗样品粉碎混匀后，实时传送到近红外光谱仪，进行全波段扫描获取光谱信息。波长范围设为 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 12\,000\text{ cm}^{-1}$ ，步长设为 4 cm^{-1} 。

7.4 光谱解析

利用已有的原料蔗品质快速检测近红外模型（或 6 建立的模型）同步在线解析近红外光谱，获得样品各品质指标。

7.5 结果记录

检测原始结果记录表格见附录 D.1，结果应保留两位小数。原始记录应保存完好备查。

7.6 异常处理

7.6.1 异常判定

检测结果有如下情况可判定异常：

- 马氏距离超出阈值；
- 仪器或化学计量学软件出现报警。

7.6.2 处理方法

可按以下方法处理：

- 出现异常检测后，应对样品进行至少 3 次复测。
- 复测确认马氏距离超出阈值的样品，记录为异常样品。

7.7 检测报告

检测报告单见附录 D.2，结果应保留两位小数。报告单一式两份，留存 3 年。

附 录 A
(资料性)
原料蔗品质指标标准理化分析

A.1 样品水分含量测定

应按照 GB/T 2677.2 第 7 部分和第 8 部分规定的方法检测甘蔗样品水分含量。称量铝盒的质量（精确到 0.10 g）并记录为 m_0 。准确称量经系统粉碎后的甘蔗样品 100.0 g（记录为 m_1 ）于铝盒中，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下杀青处理 1 h，然后在 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下烘干至恒重。称量铝盒及干燥后的样品质量并记录为 m_2 。甘蔗样品水分含量计算公式如下：

$$W = \frac{m_1 - (m_2 - m_0)}{m_1} \times 100 \quad (\text{A.1})$$

式中：

W ——甘蔗含水量（%）；

m_0 ——铝盒质量（g）；

m_1 ——甘蔗湿样质量（g）；

m_2 ——铝盒及干燥后的甘蔗样品质量（g）。

检测完毕的样品，使用微型植物粉碎机将干燥后的甘蔗样品粉碎，置于干燥箱中保存备用。

A.2 可溶性糖提取

准确称量 0.1000 g 备用样品，加入一定体积（10.0 mL）的超纯水，5.0 mL 乳糖（1.0 mg/mL）， $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下 160 r/min 孵育 2 h。样品定容至 50 mL，经 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤，稀释 20 倍后用高效阴离子色谱法分析蔗糖、葡萄糖和果糖含量。

A.3 标准溶液配制

准确称量蔗糖、葡萄糖和果糖标准品各 0.0100 g，用 ddH₂O 溶解后定容至 100 mL，配置成标准品混标母液。准确称量 0.0100 g 乳糖，用 ddH₂O 溶解后定容到 100 mL，配置成内标母液。按照表 A.1 配置成不同浓度的混合标准溶液。

表 A.1 标准曲线配置方法表

标准曲线 浓度梯度	加入混标母液 体积（mL）	加入内标母液 体积（mL）	定容体积 （mL）	内标浓度 （ $\mu\text{g/mL}$ ）	蔗糖浓度 （ $\mu\text{g/mL}$ ）	葡萄糖、果糖浓 度（ $\mu\text{g/mL}$ ）
1	0.25	5.0	100	5.0	2.5	0.25
2	0.50	5.0	100	5.0	5.0	0.50
3	1.0	5.0	100	5.0	10.0	1.0
4	2.0	5.0	100	5.0	20.0	2.0
5	3.0	5.0	100	5.0	30.0	3.0
6	4.0	5.0	100	5.0	40.0	4.0
7	5.0	5.0	100	5.0	50.0	5.0
8	6.0	5.0	100	5.0	60.0	6.0
9	8.0	5.0	100	5.0	80.0	8.0

A.4 工作曲线绘制

分别用蔗糖、葡萄糖和果糖的峰面积除以内标（乳糖）的峰面积，得到各组分与内标的峰面积比（公式 A2）。以各组分的峰面积比为自变量，以各组分浓度为因变量，分别建立蔗糖、葡萄糖和果糖浓度标准曲线（图 A.1）。

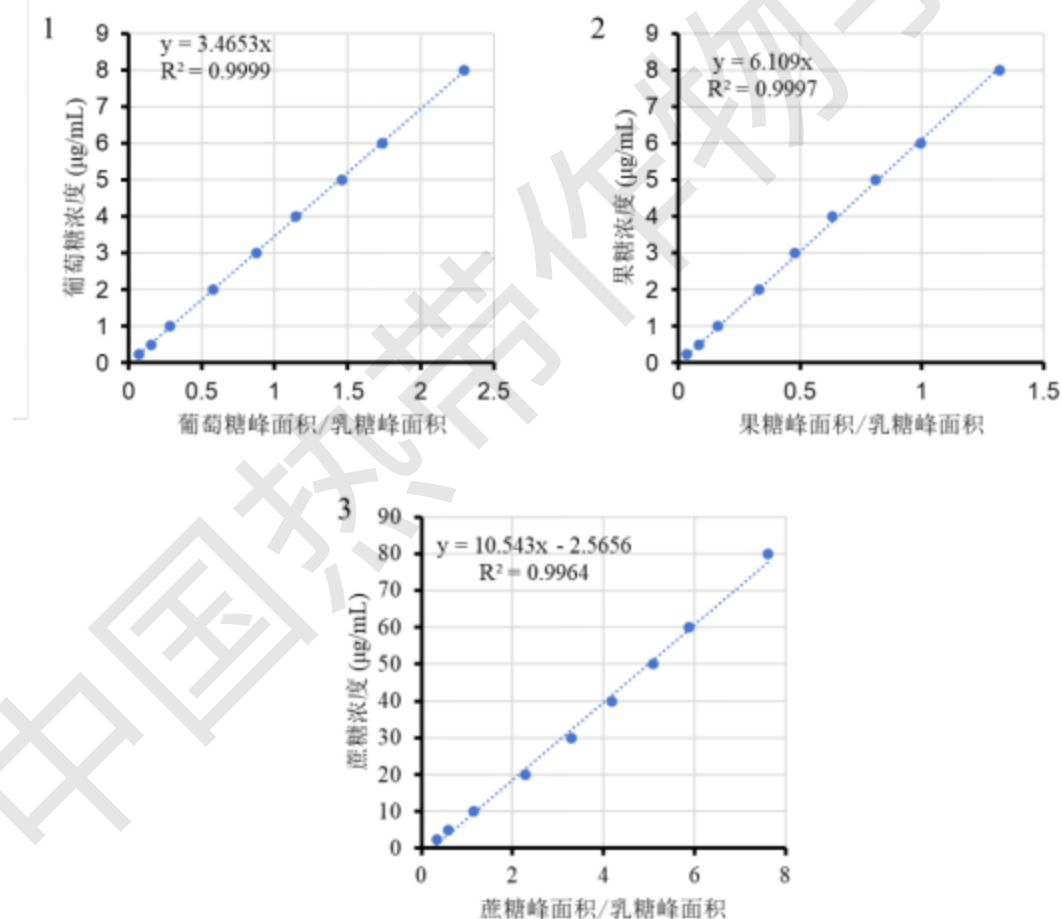
$$A = \frac{Ax}{As} \quad (A.1)$$

式中：

A ——峰面积比；

Ax ——样品峰面积；

As ——内标峰面积。



标引序号说明：

1——葡萄糖；

2——果糖；

3——蔗糖。

图 A.1 标准曲线示例图

A.5 加标回收率

选取一个含糖量较低的甘蔗样品，添加不同含量的标准物质（约样品含量的 0.5、1.0、1.5、2.0 倍），做加标回收率试验。所得到的加标回收率见表 A.2。

表 A.2 加标回收率测定结果表

糖类型	编号	样品中的质量/g	标准物质质量/g	样品 + 标准物质质量/g	加样回收率 (%)
葡萄糖	1	0.71	0.35	1.07	102.00
	2	0.71	0.70	1.40	97.89
	3	0.71	1.05	1.76	99.71
	4	0.71	1.40	2.14	101.99
果糖	1	2.07	1.00	3.05	98.47
	2	2.07	2.00	4.06	99.50
	3	2.07	3.00	5.13	101.91
	4	2.07	4.00	6.18	102.79
蔗糖	1	40.19	20.00	59.91	98.60
	2	40.19	40.00	80.49	100.75
	3	40.19	60.00	100.52	100.55
	4	40.19	80.00	120.66	100.59

A.6 色谱分析参数

推荐如下系统及分析参数：

离子色谱仪：ICS 6000⁺ 离子色谱仪（或等效设备）；Carbopac PA1 色谱柱（或等效设备）：250 mm × 4 mm，10 μm；保护柱：50 mm × 4 mm，10 μm。

色谱条件：柱温 30 °C；进样体积 25 μL；等度洗脱程序：60% 流动相 A（ddH₂O）+ 40% 流动相 B（50% NaOH）；流速 2.0 mL/min。

电化学检测条件：采用 Ag 工作电极，Ag/AgCl 参比电极。检测电位波形采用 ICS 5000⁺ 离子色谱仪内置的 Carbohydrates（Standard Quad）波形，具体参数见表 A.2）。

表 A.2 离子色谱检测器电位波形参数表

时间/s	电位/V	积分区间
0.00	0.1	
0.20	0.1	begin
0.40	0.1	end
0.41 ~ 0.42	-2.0	
0.43	0.6	
0.44 ~ 0.5	-0.1	

A.7 甘蔗样品糖含量、纤维分计算

A.2 提取的甘蔗糖溶液，按照 A.5 色谱分析条件检测可溶性糖含量。并按照如下公式，分别计算甘蔗样品糖浓度、甘蔗干重糖分、甘蔗鲜重糖分、甘蔗干重纤维分、干重鲜重纤维分。

A.7.1 甘蔗样品糖浓度

甘蔗样品配置的糖液离子色谱进样检测浓度。将各组分（蔗糖、葡萄糖和果糖）峰面积比代入标准曲线公式中计算所得值。

$$C = aA + b \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

C ——甘蔗样品糖浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

A ——峰面积比；

a ——标准曲线斜率；

b ——标准曲线截距。

注：甘蔗样品蔗糖浓度记为 C_s ；葡萄糖浓度记为 C_g ；果糖浓度记为 C_f 。

A.7.2 甘蔗干重糖分

高效阴离子色谱法测得甘蔗干样中蔗糖、葡萄糖和果糖的重量百分率。

$$D = \frac{C \times 20 \times 50}{1000000 \times 0.1} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

D ——甘蔗干重糖分（%）；

C ——甘蔗样品糖浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。

注：甘蔗干重蔗糖分记为 D_s ；葡萄糖含量记为 D_g ；果糖含量记为 D_f 。

A.7.3 甘蔗鲜重糖分

以甘蔗干重糖分和甘蔗含水量为基础，计算甘蔗鲜样中蔗糖、葡萄糖和果糖的重量百分率。

$$S = \frac{100-W}{100} \times D \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

S ——甘蔗鲜重糖分（%）；

W ——甘蔗含水量（%）；

D ——甘蔗干重糖分（%）。

注：甘蔗干重蔗糖分记为 S_s ；葡萄糖含量记为 S_g ；果糖含量记为 S_f 。

A.7.4 甘蔗干重纤维分

以甘蔗干重糖分含量为基础，计算甘蔗干重纤维分。

$$Fd = 100 - D - 5.88 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

F_d ——甘蔗干重纤维分（%）；

D ——甘蔗干重糖分（%）。

A.7.5 甘蔗鲜重纤维分

以甘蔗干重纤维分和甘蔗含水量为基础，计算甘蔗鲜样中纤维分。

$$Ff = \frac{100-W}{100} \times F_d \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

F_f ——甘蔗鲜重纤维分（%）；

W ——甘蔗含水量（%）；

F_d ——甘蔗干重纤维分（%）。

A.7.6 重力纯度

以甘蔗干重蔗糖、葡萄糖和果糖含量为基础，计算重力纯度。

$$GP = \frac{D_s}{D_s + D_g + D_f} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

GP ——重力纯度；

D_s ——甘蔗干重蔗糖分（%）；

D_g ——甘蔗干重葡萄糖含量（%）；

D_f ——甘蔗干重果糖含量（%）。

附录 B

(资料性)

原料蔗品质快速检测近红外模型的建立与维护

B.1 定标建模样品制备

采集纤维份、蔗糖分差异明显且成熟度不同的甘蔗样品，不应少于 300 份作为样品集。每个样品采集 6 根（不应少于 3 kg）具有代表性的原料蔗蔗茎。

B.2 近红外光谱采集

样品经甘蔗粉碎设备粉碎混匀后，实时传送到近红外光谱仪进行全波段扫描获取光谱信息。波长范围为 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 12\,000\text{ cm}^{-1}$ ，步长为 4 cm^{-1} 。采集光谱前应对仪器进行自检，并用设备内置的标准品对仪器校正。每间隔 1 h 利用内置标准品矫正设备。

B.3 定标集与验证集划分

采用随机抽样的方式，将样品集的 4/5 作为定标集，1/5 作为验证集。

B.4 定标集样品蔗茎品质指标测定

按照附录 A 规定的方法测定定标集样品蔗茎含水量，按照附录 A 规定的方法测定甘蔗干重糖分、鲜重糖分、干重纤维分、鲜重纤维分。每个样品重复 3 次，误差超过 10% 的样品重新测定。

B.5 定标模型的建立

使用近红外专用定量分析软件包，选择合适的光谱处理方法（包括消除常数偏移量、减去一条直线、矢量归一化、最小-最大归一化、多元散射校正、一阶导数、二阶导数、一阶导数 + 减去一条直线、一阶导数 + 矢量归一化、一阶导数 + 多元散射校正），配合波长范围选择，对定标集样品光谱进行预处理，使用偏最小二乘法建立定标模型。

B.6 定标模型的验证

用附录 A 规定的方法测定验证集样品蔗茎品质指标。同时，利用定标模型预测检验集甘蔗样品品质各指标。按照 B.8 规定的公式计算外部验证残差均方根 ($RMSEP$)、外部验证决定系数 (R^2_{ev}) 和外部验证性能偏差比 (RPD) 评价模型。

B.7 定标模型维护升级

逐年加入异常样品到定标集中，更新模型提高适用范围。加入新的样品到定标集后，用 B.4 至 B.5 所规定的方法建立新定标模型。按照 B.8 规定的公式计算校正残差均方根 ($RMSEC$)，校正决定系数 (R^2)、交叉验证残差均方根 ($RMSECV$)、交叉验证决定系数 (R^2_{cv}) 和模型性能偏差比 (RPD) 评价模型。

B.8 定标模型参数计算

B.8.1 残差均方根

残差均方根表示预测值和实际值之间的偏差。

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-1}} \quad (\text{B.1})$$

式中：

$RMSE$ ——残差均方根；

y_i ——第 i 个样本的某个组分的标准值；

$\hat{y}_i$ ——第 i 个样本的相应组分的预测值。

注：定标模型残差均方根为 $RMSEC$ 、内部交叉验证残差均方根为 $RMSECV$ 、外部验证残差均方根为 $RMSEP$ 。

B.8.2 性能偏差比

标准差和残差均方根的比值，直观地反应模型预测性能。

$$RPD = \frac{SD}{RMSE} \quad (\text{B.2})$$

式中：

RPD ——性能偏差比；

SD ——样本集某组分的标准差；

$RMSE$ ——残差均方根。

B.8.3 决定系数

因变量的全部变异能通过回归关系被自变量解释的比例，衡量回归模型对数据拟合程度的指标。

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \quad (\text{B.3})$$

式中：

R^2 ——决定系数；

y_i ——第 i 个样本的某个组分的标准值；

$\hat{y}_i$ ——第 i 个样本的相应组分的预测值；

$\bar{y}$ ——样品集相应组分的平均值。

注：定标模型决定系数记为 R^2_c 、内部交叉验证决定系数记为 R^2_{cv} 、外部验证决定系数记为 R^2_{ev} 。

附 录 C
(规范性)
定标模型验证评价指标

定标模型验证评价指标见表C.1。

表 D. 1 定标模型验证评价指标

品质指标	类型	含量范围%	$RMSEC$	R^2	$RMSECV$	R^2_{cv}	RPD
水分	鲜重	65.10 ~ 91.21	0.46	0.99	0.51	0.99	9.86
葡萄糖	鲜重	0.03 ~ 1.38	0.04	0.94	0.06	0.87	2.75
果糖	鲜重	0.10 ~ 1.26	0.05	0.93	0.08	0.86	2.65
蔗糖	鲜重	0.36 ~ 21.47	0.51	0.99	0.57	0.98	7.86
纤维分	鲜重	5.40 ~ 18.74	0.46	0.93	0.52	0.91	3.26
葡萄糖	干重	0.10 ~ 5.71	0.23	0.94	0.28	0.91	3.32
果糖	干重	0.38 ~ 7.54	0.3	0.95	0.37	0.92	3.52
蔗糖	干重	3.50 ~ 69.92	2.1	0.97	2.36	0.96	5.27
纤维分	干重	20.24 ~ 83.90	2.03	0.96	2.21	0.95	4.66
重力纯度	-	29.00 ~ 99.00	0.01	0.99	0.01	0.98	7.10

附录 D
(资料性)

原料蔗品质检测记录表

原料蔗品质检测记录见表D.1、D2。

表 E.1 原料蔗品质检测结果记录表

样品名	品质指标类型	预测值	单位	马氏距离	组分值密度	异常标注
检测人员：_____ 复核人员：_____ 日期：_____						
注：原料蔗品质检测时，检测人员与复核人员需同时在检测现场。						

表 E.2 原料蔗品质检测报告

样品名	水分含量 (%)	重力纯度	干重比 (%)				鲜重比 (%)			
			蔗糖分	葡萄糖	果糖	纤维分	蔗糖分	葡萄糖	果糖	纤维分
检测人员：_____ 复核人员：_____ 日期：_____										
注：原料蔗品质检测时，检测人员与复核人员需同时在检测现场。										
检测单位：_____										
(签章)										