



小麦粉中蛋白质与 水分的含量测定

概述

在生产过程的各个阶段，近红外光谱都有许多重要的用途，特别是对于原材料的定性和定量分析。近红外光谱提供了快速、可信的检测方法，以替代那些往往要花费很长时间才能完成的传统定量分析方法。本文展示了傅里叶近红外光谱在农业生产中小麦粉原料的蛋白质和水分测定中的应用。结果表明，在低于0.5%的误差下用近红外光谱测定这些性质是完全可行的。

实验

所有样品的近红外光谱测量均使用装有固体采样附件的PerkinElmer® FT-NIR光谱仪。对收集到的70份不同小麦粉样品直接进行测试，未经进一步研磨或粉碎。在标准样品杯中填入样品粉末，使用交错模式（interleaved mode）进行光谱测量。该模式下可以交替采集背景光谱和样品比例光谱，从而将空气干扰最小化。

校正集样品每个重复测量3次，使用其平均光谱建立校正模型。对同一样品进行重复测量时，每次均清空样品杯后重新填入样品，以获得更具代表性的样品光谱。也可以采用旋转样品杯，从而避免对此类不均匀粉末样品进行重复测量的必要。

为了进行模型验证，随机选择的一组样品在大约一周后进行光谱测量。光谱测量范围为 $10000\sim 3800\text{ cm}^{-1}$ ，光谱分辨率为 16 cm^{-1} ，每个样品所需扫描时间约为1分钟。以更短的扫描时间获得符合要求的准确度也是可行的。光谱测量范围覆盖了整个近红外区域，因为这些光谱数据还可能用于建立小麦粉其他性质的校正模型。典型的小麦粉近红外光谱如图1所示。

对上述70个样品的光谱数据集进行偏最小二乘（PLS）分析。对于独立验证集的小麦粉样品中蛋白质与水分含量也可以预测。

对各种不同的数学预处理方法进行比较后，最终选择使用二阶导数。在全交叉验证模式（full cross validation）下，使用6个PLS因子时蛋白质含量的预测标准差（SEP）为0.28，水分含量的SEP值为0.49。全交叉验证模式中，

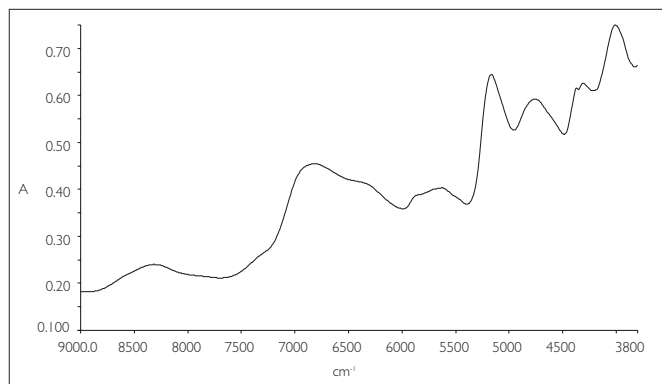


图1.典型的小麦粉近红外光谱

每个样品依次从校正集中剔除，然后进行校正计算并据此对剔除样品进行预测。增加PLS因子的数目有可能进一步减小预测误差。

使用不同时间的独立验证集可以更好地对模型进行优化，从而增强其耐用性。图2a和图2b分别显示了蛋白质和水分含量的模型计算值与实际测定值关系，说明校正模型初始效果较好。

图2表明蛋白质的校正模型更加紧凑，这可能是因为贮藏过程中样品水分含量在改变。校正集样品应该在干燥环境中保存，特别是当样品的性质参考值和近红外光谱的测量时间有显著间隔时。表1总结了全交叉验证模式下校正模型的主要参数。

为了对校正模型进行验证，在一周后对部分样品的近红外光谱进行测量，对其中蛋白质和水分含量进行预测。表2显示了校正模型预测结果与性质参考值。总马氏距离（total M-distance）和残差比例（residual ratio）表明了校正模型对样品的覆盖程度。

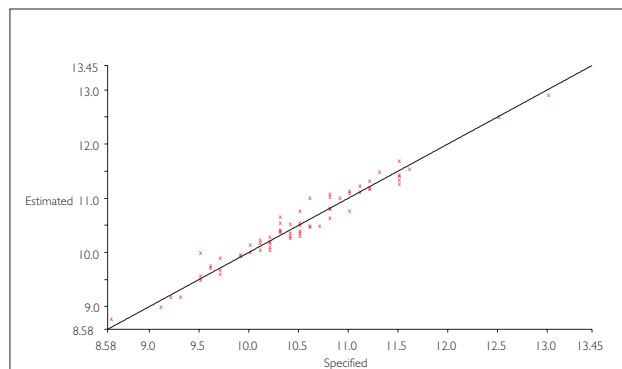


图2. 全交叉验证模式下蛋白质含量的模型计算值与实际测定值

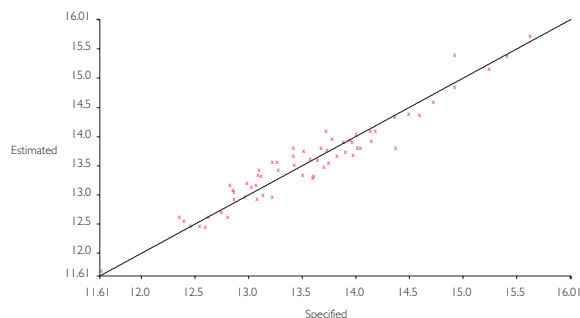


图3. 全交叉验证模式下水分含量的模型计算值与实际测定值

Table 1. Summary of Calibration Reports for i) Protein and ii) Moisture in Wheat.

i) Protein		Number of LVs used : 6 + intercept			
LV Number	Correl. of LV with property	Regression Coefficient	Std. error of R.C.	t-value	Sig. Lev.%
1	0.8298	5.82	0.1961	29.67	0.00
2	0.2590	1.669	0.1646	10.14	0.00
3	0.4893	2.66	0.1637	16.24	0.00
4	0.1555	0.9108	0.1656	5.50	0.00
5	0.2314	1.328	0.1635	8.12	0.00
6	0.1613	0.9859	0.1611	6.12	0.00
Intercept	0.1966	-0.06268	0.0196	-3.19	0.22
Std Error of Prediction: Estimate = 0.1659 Actual = 0.2824					
Multiple Correlation = 0.9819					
Mean Property Value = 10.46					
% Variance (R squared) = 96.4107					
Std Error of Estimate (SEE) = 0.159					
F-value = 268.6					
ii) Moisture		Number of LVs used : 6 + intercept			
LV Number	Correl. of LV with property	Regression Coefficient	Std. error of R.C.	t-value	Sig. Lev.%
1	0.5654	3.965	0.2389	16.59	0.00
2	0.5432	3.935	0.2351	16.74	0.00
3	0.2324	2.214	0.2546	8.70	0.00
4	0.2632	1.72	0.2454	7.01	0.00
5	0.3195	2.228	0.2220	10.03	0.00
6	0.0845	0.9262	0.2334	3.97	0.02
Intercept	0.2766	0.08827	0.0279	3.16	0.25
Std Error of Prediction: Estimate = 0.2314 Actual = 0.4938					
Multiple Correlation = 0.9642					
Mean Property Value = 13.55					
% Variance (R squared) = 92.9637					
Std Error of Estimate (SEE) = 0.2189					
F-value = 123.3					

Table 2. Samples 1 and 2.								
QUANT+ V4.00 PREDICTION RESULTS PLS1								
	Sample 1				Sample 2			
Sample	V20030 (1 of 2)				V20033 (1 of 2)			
Calc.Name	R01V2030.SP				R01V2033.SP			
Normalization	None				None			
Method	WHEAT.MD Ver: 2 ID: 3294				WHEAT.MD Ver: 2 ID: 3294			
Total M-Distance	0.379				0.611			
Residual Ratio	1.33				1.15			
Property	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance
Protein	10.13%	10.00	0.275	0.397	12.15%	12.50	0.28	0.595
Total M-Distance	0.368				0.555			
Residual Ratio	1.18				1.33			
Property	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance
Moisture	12.96%	12.34	0.378	0.387	12.57%	12.44	0.383	0.547
Prediction complete					Prediction complete			

Table 2. Samples 3 and 4.								
QUANT+ V4.00 PREDICTION RESULTS PLS1								
	Sample 3				Sample 4			
Sample	V20073 (1 of 2)				V20077 (1 of 2)			
Calc.Name	R01V2073.SP				R01V2077.SP			
Normalization	None				None			
Method	WHEAT.MD Ver: 2 ID: 3294				WHEAT.MD Ver: 2 ID: 3294			
Date	10-Apr-1997 15:55:02				10-Apr-1997 15:55:05			
RMS Error	1.807e-006				1.612e-006			
Peak to Peak Error	2.126e-005				2.116e-005			
Total M-Distance	0.652				0.573			
Residual Ratio	1.84				1.47			
Property	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance
Protein	9.463%	9.50	0.281	0.63	9%	9.10	0.279	0.563
RMS Error	1.691e-006				1.654e-006			
Peak to Peak Error	1.932e-005				2.022e-005			
Total M-Distance	1.06				0.508			
Residual Ratio	1.51				1.44			
Property	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance
Moisture	15.94%	15.61	0.398	0.977	13.76%	14.03	0.382	0.507
Prediction complete					Prediction complete			

Table 2. Samples 5 and 6.								
QUANT+ V4.00 PREDICTION RESULTS PLS1								
Sample 5					Sample 6			
Sample	V20181 (1 of 2)				V20380 (1 of 2)			
Calc.Name	R01V2181.SP				R01V2380.SP			
Normalization	None				None			
Method	WHEAT.MD Ver: 2 ID: 3294				WHEAT.MD Ver: 2 ID: 3294			
RMS Error	1.318e-006				1.441e-006			
Peak to Peak Error	1.229e-005				1.754e-005			
Total M-Distance	0.111				0.427			
Residual Ratio	0.982				1.17			
Property	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance
Protein	10.89%	11.00	0.269	0.167	10.78%	10.50	0.276	0.438
RMS Error	1.353e-006				1.579e-006			
Peak to Peak Error	1.423e-005				1.735e-005			
Total M-Distance	0.17				0.358			
Residual Ratio	0.963				1.31			
Property	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance	Calc.Value	(Ref Value)	R-Error	M-Distance
Moisture	14.11%	13.40	0.372	0.217	12.52%	12.58	0.378	0.379
Prediction complete					Prediction complete			

结论

本研究实例说明，对于小麦粉样品中某些性质的测定，近红外光谱的准确度可以达到参考方法的量级。根据本实例中使用的样品，近红外光谱和偏最小二乘法对于小麦粉中蛋白质和水分含量的预测误差SEP值小于0.5%。

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器（上海）有限公司

地址：上海张江高科园区李冰路67弄4号

邮编：201203

电话：800 820 5046 或 021-38769510

传真：021-50791316

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问[http:// www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs](http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs)

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。