

GH/T 1337-2021 《籽棉杂质含量快速测定 近红外光谱法》

行业标准宣贯材料

1 范围

本文件描述了快速测定籽棉中植物性杂质含量的近红外光谱法的术语和定义、原理、仪器与软件、光谱数据库构建、未知样品检测分析步骤和检测报告的要求。

本文件适用于棉花收购和加工环节的籽棉植物性杂质检测。

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。

GB1103.1 棉花 第1部分：锯齿加工细绒棉

GB1103.2 棉花 第2部分：皮辊加工细绒棉

GB/T 6499 原棉含杂率试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则

GB/T 32199 红外光谱定性分析技术通则

GB/T 37969 近红外光谱定性分析通则

3 术语和定义

GB1103.1界定的以及下列术语和定义适用于本文件：

3.1 近红外光 near infrared

波长为780 nm~2500 nm的电磁波。

[来源：GB/T 37969-2019, 1, 有修改]

3.2 漫反射光谱 diffuse reflection spectrum

辐射光在样品表面或表面以下沿多个方向分散反射。

[来源：GB/T 32199-2015, 6.6, 有修改]

3.3 光谱数据库 spectral database

用来管理既有光谱数据及其相关的样品、模型等信息的数据库系统软件。

3.4 光谱匹配 spectral matching

按照特定算法计算不同光谱曲线之间的相似程度或距离大小的过程。

3.5 光谱匹配算法 spectral matching algorithm

光谱匹配的数学原理，通常根据光谱匹配过程中使用的信息类别将光谱匹配算法分为特征峰匹配算法和全光谱匹配算法两类。

3.6 全光谱匹配算法 full spectral matching algorithm

基于光谱中所有数据点信息计算光谱匹配度或距离的数学方法。

3.7 籽棉植物性杂质 botanical impurity of seed cotton

籽棉中含有的非籽棉的植物性物质。

注：如棉枝、棉叶、棉铃壳等。

3.8 籽棉植物性杂质含量 botanical impurity content of seed cotton

样品中籽棉植物性杂质质量对其样品总质量的百分比。

3.9 参照样品 reference samples

存储在光谱数据库中用来作为参考标准的样品，其光谱和植物性杂质含量已知并存于数据库中。

3.10 未知样品 unknown samples

植物性杂质含量未知的籽棉样品。

4 原理

4.1 基本原理

利用样品中含有的非谐性高的含氢化学键，如：O-H、N-H、C-H等，以漫反射方式（见附件A）获得籽棉样品在近红外区域的漫反射吸光度光谱。建立相应光谱数据库并搜集参照样品近红外光谱及其植物性杂质含量信息。在分析阶段，通

过光谱匹配算法在光谱数据库中检索与待测样品光谱相似度高度的参照样品，从而实现对待测样品植物性杂质含量的快速检测。

4.2 光谱匹配算法

两条光谱 S_1 、 S_2 之间的杰卡德相似度（原理见附录 B）如公式（1）所示：

$$Sim(S_1, S_2) = \frac{p+q}{p+q+r+s} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$Sim(S_1, S_2)$ ——光谱 S_1 与光谱 S_2 的相似度；

p ——光谱 S_1 、 S_2 在相同波段的一阶导数均大于零的累计次数；

q ——光谱 S_1 、 S_2 在相同波段的一阶导数均小于零的累计次数；

r ——在相同波段光谱 S_1 的一阶导数大于零且光谱 S_2 的一阶导数小于零的累计次数；

s ——在相同波段光谱 S_1 的一阶导数小于零且光谱 S_2 的一阶导数大于零的累计次数。

5 仪器与软件

5.1 光谱仪

光谱仪技术参数应不低于表 1 所示的参数需求。

表1 光谱仪技术参数需求

波段范围 nm	工作温度范围 ℃	光源寿命 h	有效检测距离 mm	测量时间 s	分辨率 nm	信噪比	波长准确性 nm
涵盖900~1650	-20~50	≥20000	0~3	≤1	≤12.5	≥20000:1	≤1

5.2 样品池

样品池宜采用圆柱体或长方体外形的容器、容积应介于0.015 m³~0.020 m³之间、样品池内部应涂有反射率不低于95%的涂层，样品池的推荐技术参数见表2。

表2 推荐样品池规格参数

规格参数或属性	形状	底面半径（内径） cm	圆柱高度 cm	样品池材质	样品池壁厚 mm	涂层材料
具体要求	圆柱体	17	20	不锈钢	2	聚四氟乙烯

5.3 软件

5.3.1 光谱采集软件

与光谱仪配套的软件，应具备以下基本功能：

- a) 仪器自检；
- b) 仪器参数调整与设置；
- c) 仪器校正；
- d) 光谱数据采集；
- e) 常用光谱预处理，如：数据格式转换、波段选择和分辨率调整等功能。

5.3.2 光谱数据库系统

针对近红外光谱及其样品信息管理而设计的软件系统，应具备以下基本数据处理方法和功能：

- a) 存储和管理参照样品理化属性和近红外光谱；
- b) 常用光谱预处理方法；
- c) 常用定量建模算法；
- d) 光谱求导；
- e) 导数光谱二值化；
- f) 波段截取；
- g) 光谱特征提取；
- h) 基于杰卡德相似原理的光谱匹配与查询；
- i) 待测样品分析等功能。

6 光谱数据库构建

6.1 光谱数据库软件准备

符合5.3.2条功能要求的光谱数据库系统均可用做籽棉植物性杂质含量快速测定近红外光谱数据库系统（以下简称系统）。

6.2 参照样品选择和制备

按照GB/T 29858中所规定的校正样品选择方法和GB 1103.1、GB 1103.2中所规定的籽棉抽样方法选取参照样品。

6.3 光谱采集前的准备

6.3.1 仪器自检

6.3.1.1 光谱仪开机。

6.3.1.2 完成仪器状态自检。

6.3.2 仪器预热

6.3.2.1 调整光谱仪参数与光谱采集模式。

6.3.2.2 预热光谱仪30 min以上，确保光谱仪处于稳定的工作状态。

6.3.3 仪器校正

使用与光谱仪配套的光谱采集软件校正光谱仪。

6.3.4 光谱仪稳定性检验

6.3.4.1 选取3个以上的样品，应使植物性杂质含量高、中、低均被涵盖。

6.3.4.2 将样品均匀装入样品池。

6.3.4.3 在检测窗口上至少均匀选择3个检测点位。

6.3.4.4 在每个检测点位至少重复采集5条光谱。

6.3.4.5 按相关算法计算波长重复性，若不满足要求则进行原因排查，直至满足重复性要求。

6.4 采集参照样品种光谱

6.4.1 采集暗场光谱。

6.4.2 采集背景光谱。

- 6.4.3 将样品均匀装入5.2所述的样品池中。
- 6.4.4 采集样品光谱，对于同一样品应至少从3个不同位置采集光谱取平均值。
- 6.4.5 重复6.4.1~6.4.4条，直至所有样品光谱采集完毕。
- 6.5 检测参照样品植物性杂质含量
- 6.5.1 样品称重：使用符合 GB/T 6499 规定的天平、台秤或案秤（下同）称量样品总重量。
- 6.5.2 粗大杂质分离与称重：手工挑拣体积较大的植物性杂质，如：棉枝、棉铃壳、大叶片等，对搜集到的粗大的植物性杂质称重。
- 6.5.3 试轧清杂：清理试轧机、试轧样品、分别搜集皮棉和籽棉植物性杂质，对搜集到的植物性杂质称重。
- 6.5.4 按 GB/T 6499 中规定的方法分离皮棉中的杂质，分离植物性杂质并称重。
- 6.5.5 按式（2）计算籽棉植物性杂质含量计算。

$$Z = \frac{W_a + W_b + W_c}{W} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

Z ——籽棉植物性杂质含量，%；

W ——单个样品的总重量，单位为克（g）；

W_a ——手动挑拣的大杂重量，单位为克（g）；

W_b ——试轧阶段分离的植物性杂质重量，单位为克（g）；

W_c ——杂质分析阶段分离的植物性杂质重量，单位为克（g）。

6.5.6 按 GB/T 8170 将籽棉植物性杂质含量计算结果修约至 1 位小数。

6.6 参照样品信息入库

根据系统工作流程完成参照样品信息入库，典型入库流程如图1所示：

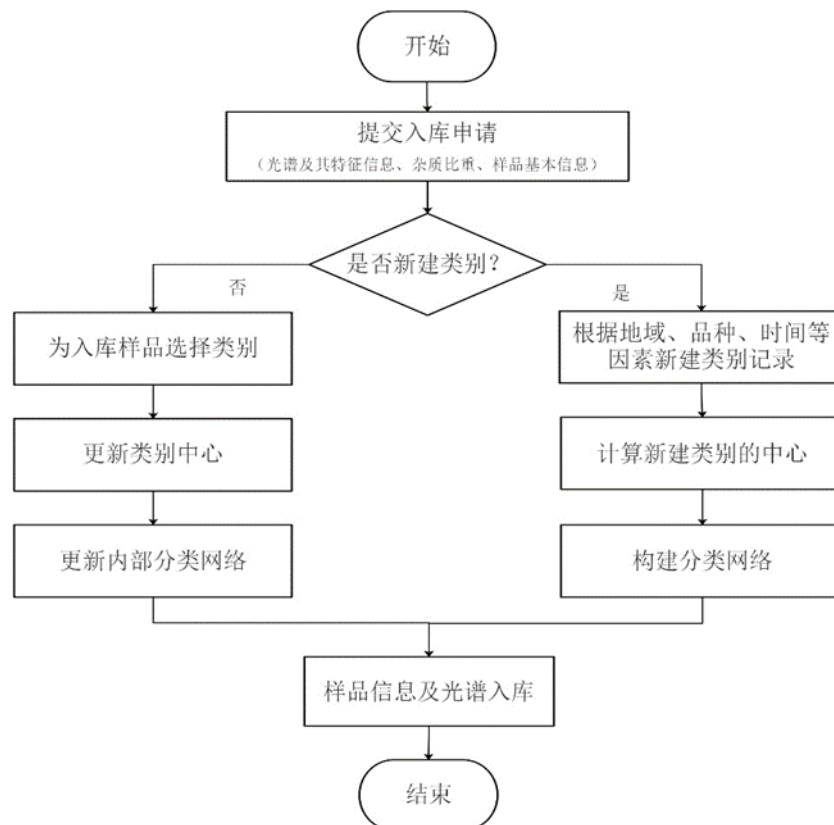


图 1 参照样品集光谱入库流程

7 未知样品的检测分析步骤

7.1 样品抽取

按GB 1103.1、GB 1103.2中所规定的籽棉抽样方法抽取样品。

7.2 光谱采集前的准备

按6.3所述步骤完成光谱采集前的准备工作。

7.3 采集未知样品光谱

按6.4.1~6.4.4完成样品光谱采集。

7.4 测试分析

根据系统流程自动完成测试分析。典型的测试分析流程如图2所示：

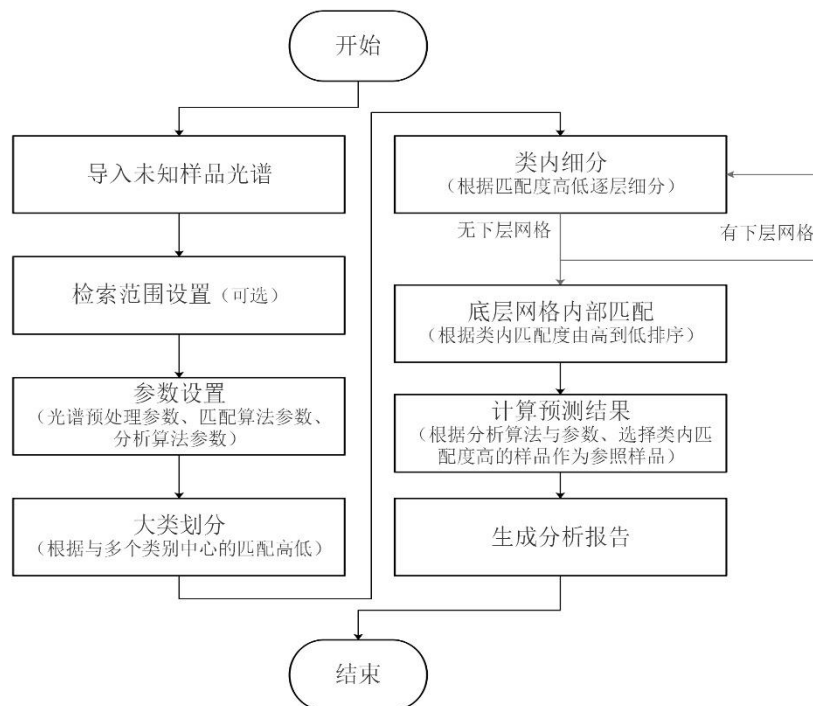


图2 测试分析流程

8 检测报告

检测报告至少应包括以下信息：

- a) 样品的植物性杂质含量；
- b) 样品的编号、参照样品列表；
- c) 检测日期；
- d) 光谱采集位点数量、各位点的光谱扫描次数
- e) 光谱仪型号、检测范围等。

附录 A

(资料性)

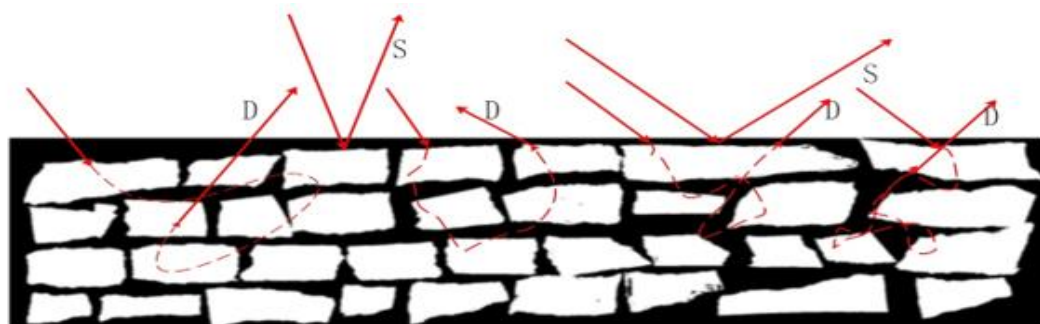
近红外漫反射光谱原理

漫反射光谱分析是依据光的散射规律利用漫反射光谱进行的分析,原理如图A.1所示。一部分入射光在样品表面发生镜面反射(S),这一部分反射光谱不承载任何样品信息,在分析过程中应尽可能的避免;另外一部分光进入样品,在样品内部经过多次折射、反射、透射、散射和吸收后返回样品表面(D),这种反射光谱的方向不定,因此称为漫反射光。漫反射光承载了样品信息,可用于分析样品属性。

样品的漫反射率 R 取决于样品的吸收系数 K 与散射系数 S 的比值 K/S ,可用公式(A.1)表示。

$$R = 1 + \frac{K}{S} - \sqrt{\left(\frac{K}{S}\right)^2 + 2\frac{K}{S}} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

散射系数 S 主要取决于样品的物理特性,如样品松紧度、粒度、入射光角度和样品厚度等;吸收系数 K 主要取决于样品的化学属性,受环境影响较小,与样品成分浓度 c 成正比。



图A.1 近红外漫反射光谱原理

标引序号说明：

1——S为镜面反射光；

2——D为漫反射光。

近红外漫反射分析中常用漫反射吸光度 A 作为近红外光谱分析的参数，其可表示为式（A.2）。

$$|A = \lg\left(\frac{1}{R}\right) = -\lg R = -\lg\left(1 + \frac{K}{S} - \sqrt{\left(\frac{K}{S}\right)^2 + 2\frac{K}{S}}\right) \dots\dots\dots (A.2)$$

附 录 B

(资料性)

杰卡德相似性原理

杰卡德相似系数用于计算不同集合之间重合度，两个集合之间的杰卡德相似系数按式 (B. 1) 计算：

$$J(A,B) = \frac{|A \cap B|}{|A \cup B|} \dots\dots\dots (B. 1)$$

式中：

$J(A, B)$ ——集合 A 与集合 B 之间的杰卡德相似系数；

A ——集合 A ；

B ——集合 B 。