第17卷第4期　　西北农业大学学报　　Vol.17,No.4
1989年12月　　Acta Univ. Septentrionali Occident.Agric.　　Dec.,1989

小麦粉样标准物质的研制*

李鸿恩　赵明德　段　敏　张建新

（陕西省农业科学院测试中心）

摘　要

小麦粉样标准物质经过样品处理、均匀性检验、定值及稳定性考察4个步骤研制而成；用于实验室小麦种子粗蛋白质和赖氨酸分析质量的控制，是保证和评价小麦品质分析质量的有效措施。对其他农作物品质分析鉴定工作也有参考价值。

关键词：标准物质；粗蛋白质；赖氨酸；品质鉴定；分析质量控制

如何制备小麦粉样标准物质，目前国内尚无报道。本文旨在探讨其制备方法，并将其引入小麦种质资源品质鉴定中粗蛋白质和赖氨酸的分析质量控制，以确保测定结果的精密度和准确度。

1　小麦粉样标准物质的制备

标准物质是采用权威测定方法或其他准确可靠的方法测定物质的特性量值而得到，具有高度的均匀性、稳定性及准确性，是保证和评价分析测定质量的重要手段。经过反复实践，小麦粉样标准物质的制备是按下述步骤进行的。

1.1　样品处理[1]

取小麦种子(品种："8664")样品5kg，除去砂砾、泥块、霉粒等杂物，在60～65℃烘箱内烘干6 h，待降至室温后，在旋风磨上粉碎，要求细度有98%以上的颗粒通过40目筛(直径0.42mm)。然后混合，混合时用大孔筛(20目，直径0.84mm)在一定高度（8～10cm）把全部样品过筛4～5次，再把样品平铺在清洁的塑料布上，前后左右折混成堆，再用干净的薄木片插入样品堆中间，由里向外翻，如此再混合数十次，以达到充分混匀的目的。最后再把样品分成10堆，分别采用"梅花型五点取样法"，把各堆取得的试样混为一个试样，分装于10个塑料瓶中，贮存备用，以待进行均匀性检验。

1.2　均匀性检验

均匀性是研制标准物质能否成功的关键。小麦粉样以粗蛋白质的测定作为检验项目进行均匀性检验。由同一操作人员在仪器状态和实验室条件一致的情况下，采用国家标准方法（或国际标准方法）[2,3]，对10瓶试样分别进行测定，每试样重复5次，可得10组共50个数据（见表1），按方差法进行均匀性检验[4]。

本文于1988年8月29日收到。

• 参加部分工作的还有温瑞云、李　兰、田　丰、权竞男同志。

?1994-2014 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

表1 小麦粉样均匀性检验粗蛋白质分析结果

瓶号	分析结果	n	$\bar{X}_i$%	SD	CV%
1	15.46, 15.37, 15.53, 15.53, 15.62	5	15.50	0.0931	0.6007
2	15.72, 15.62, 15.72, 15.60, 15.65	5	15.66	0.0558	0.3567
3	15.70, 15.76, 15.81, 15.81, 15.72	5	15.76	0.0505	0.3204
4	15.54, 15.78, 15.54, 15.82, 15.82	5	15.70	0.1470	0.9361
5	15.53, 15.51, 15.84, 15.84, 15.66	5	15.68	0.1604	1.0230
6	15.55, 15.68, 15.93, 15.71, 15.71	5	15.72	0.1367	0.8694
7	15.48, 15.62, 15.73, 15.68, 15.73	5	15.65	0.1042	0.6661
8	15.59, 15.55, 15.84, 15.84, 15.70	5	15.70	0.1358	0.8647
9	15.54, 15.63, 15.70, 15.74, 15.84	5	15.69	0.1131	0.7211
10	15.55, 15.58, 25.53 15.55, 15.60	5	15.56	0.0277	0.1783

经计算得出：

总平均值 $\bar{\bar{X}} = 15.66$；　　组间偏差平方和 $Q_1 = 0.2190$；

组内偏差平方和 $Q_2 = 0.5432$；　　自由度 $V_1 = m - 1 = 9$，

$V_2 = m(n-1) = 40$；　　统计量 $F = \dfrac{Q_1/V_1}{Q_2/V_2} = 1.79$

判断：

根据所取显著性水平α（0.05）和自由度V_1及V_2，查表得$F_{0.05,\ 9,\ 40} = 2.12$。因 $F < Fa$，V_1, V_2，所以，认为该小麦粉样的均匀性是合格的。

为防止试样发霉变质，于均匀性检验后，应用钴^{60}r—射线进行照射（剂量为0.5Mrad），并在室温下（10～30℃）封存于暗处保存。

2 粗蛋白质、赖氨酸的定值及稳定性检验

2.1 定值

定值即确定标准物质特性量的保证值，它是最接近于特性量真值的值，在实践中可当作真值来使用。经均匀性检验合格的试样才能定值。定值方法有多种，最广泛采用的是多个实验室协作定值，现将5个实验室分别定值的结果列入表2。

首先用Dixon检验法对各实验室测得的原始数据进行检验，结果表明无离群值。然后计算各组算术平均值$\bar{X}_i$和标准差S_i（均列入表2）。将粗蛋白质和赖氨酸之原始数据分别按大小顺序，以间距0.15和0.015各分成5个组，计算每组数据的频数（个数）。并以横座标记数据值，以纵座标记频数，绘成直方图（见图1和图2）。直方图表明数据服从正态分布，且总平均值落在高峰区间内。

?1994-2014 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

表2　各协作定值实验室的原始数据及初步统计

实验室编号	定值项目	采用方法	重复次数	原始数据	平均值 ($\bar{X}i$)	标准差 (Si)
1	粗蛋白质	GB2905—82	4	15.58, 15.66, 15.77, 15.93	15.74	0.1516
	赖氨酸	氨基酸分析仪法	4	0.420, 0.440, 0.440, 0.460	0.440	0.0163
2	粗蛋白质	GB2905—82	4	15.40, 15.59, 15.66, 15.92	15.64	0.2152
	赖氨酸	GB4801—84	4	0.425, 0.426, 0.426, 0.436	0.428	0.0052
3	粗蛋白质	GB2905—82	4	15.48, 15.62, 15.70, 15.79	15.65	0.1315
	赖氨酸	氨基酸分析仪法	4	0.430, 0.430, 0.430, 0.440	0.430	0.0050
4	粗蛋白质	GB2905—82	4	15.54, 15.68, 15.69, 15.72	15.66	0.0802
	赖氨酸	GB4801—84	4	0.400, 0.414, 0.420, 0.420	0.414	0.0094
5	粗蛋白质	GB2905—82	4	15.78, 15.85, 15.85, 15.97	15.87	0.0785
	赖氨酸	GB4801—84	4	0.431, 0.432, 0.434, 0.443	0.435	0.0055
总平均值	粗蛋白质		20		15.71	0.0433
	赖氨酸		20		0.429	0.0044

注：实验室编号 1 为湖北农科院测试中心；2 为四川农科院中心实验室；3 为吉林农科院大豆研究所；4 为陕西农科院测试中心；5 为河南农科院实验中心。

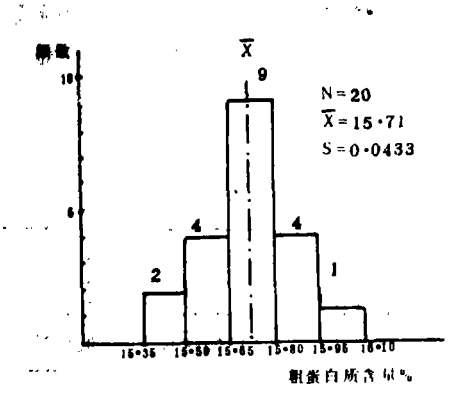

图1　粗蛋白质分析数据频数分布直方图

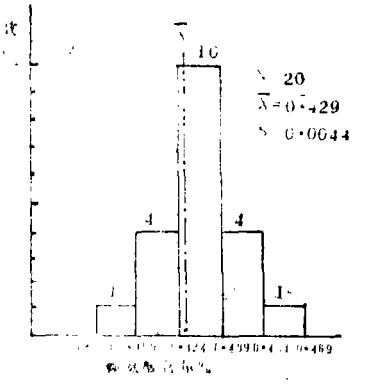

图2　赖氨酸分析数据频数分布直方图

用Cochran准则分别检验粗蛋白质和赖氨酸各组平均值间是否等精密度。

计算粗蛋白质各组方差及组方差和，见表3。

表3中最大方差是第2组的$Si^2\ max$ = 0.0463；方差和 $\sum_{i=1}^{5} S_i^2 = 0.0992$；

$$C = S_i^2 \max / \sum_{i=1}^{5} S_i^2 = 0.4667。$$

表3　粗蛋白质各组方差及5组方差和

组号	1	2	3	4	5
Si	0.1516	0.2152	0.1315	0.0802	0.0785
Si^2	0.0230	0.0463	0.0173	0.0064	0.0062
$\sum_{i=1}^{5} Si^2$			0.0992		

?1994-2014 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

从Cochran检验临界值表查得 $C_{0.05,\ 5,\ 4}=0.598$，因 $C<C_{0.05,\ 5,\ 4}$，所以，各实验室测得粗蛋白质平均值之间是等精密度的。

依同法检验赖氨酸各组平均值间是否等精密度。

$$S_i^2\ \max=0.00026;\quad \sum_{i=1}^{5} S_i^2=0.00050;\quad C=S_i^2\ \max/\sum_{i=1}^{5} S_i^2=0.520。$$

因 0.520<0.598（查表值），即$C<C_{0.05,\ 5,\ 4}$，所以，各实验室测得赖氨酸平均值之间是等精密度的。

在确定各实验室测得各项目平均值之间是等精密度之后，即可进行定值。

定值结果由总平均值（即保证值）、标准偏差及不确定度三部分组成：

粗蛋白质总平均值 $\overline{\overline{X}}=15.71$；　　赖氨酸总平均值 $\overline{\overline{X}}=0.429$；

总平均值的标准偏差 $S\overline{\overline{X}}=0.0433$；　　总平均值的标准偏差 $S\overline{\overline{X}}=0.0044$

不确定度 $\triangle(\overline{\overline{X}})=\pm 0.1204$　　不确定度 $\triangle(\overline{\overline{X}})=\pm 0.0122$

2.2 稳定性考察

对已定值的标准物质应定期地采用高精密度的方法进行稳定性考察。当检验测定量值波动在测定方法随机误差范围内（不大于1%），则认为是稳定的，否则为不稳定。检验结果见表4。

表4 标准物质（粗蛋白质）稳定性考察

检测日期	87.10.29	87.11.2	87.12.26	88.1.28	88.3.9	88.6.24
测定结果	15.65%	15.57%	15.55%	15.64%	15.64%	15.68%
误　差	0.38%	0.89%	1.02%	0.44%	0.44%	0.19%

注：粗蛋白质的认证值为15.71%。

表5检验结果表明，该小麦粉样标准物质是稳定的，可确认是标准物质。

参 考 文 献

1 李海丽等.园艺学报，1985，12（4）：218—219

2 何照范编著.粮油籽粒品质及其分析技术.农业出版社，1985，37—41

3 Association of Official Analytical Chemists Official Methods of Analysis, 13thed 1980：858

4 [illegible]文.分析试验，1987，6（3）：45—51

?1994-2014 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

STUDY ON THE PREPARATION OF STANDARD REFERENCE MATERIAL OF WHEAT POWDERED SAMPLE

Li Hongen Zhao Mingde Duan Min Zhang Jianxin

(*Testing Center* of *Shaanxi Academy* of *Agricultural Sciences*)

Abstract

The standard reference material of wheat powdered sample is made through four stages, namely treatment of sample, homogeneity test, determination of assured value and examination of stabllization. It is necessary to assure the analytical reliability of protein and lysine in studying of the appraisal of varietal quality of wheat. For other crops in quality determination, it is also very useful.

Key words, standard material; crude protein; lysine; quality determination; analytical quality control

?1994-2014 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net